

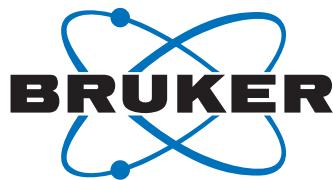
CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

SECYTA

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AFINES

BOLETÍN DE LA SECYTA
VOLUMEN 42 NÚM. 2 [2021]
WWW.SECYTA.ORG

42

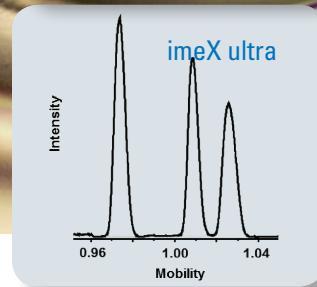
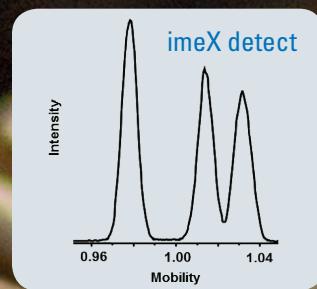
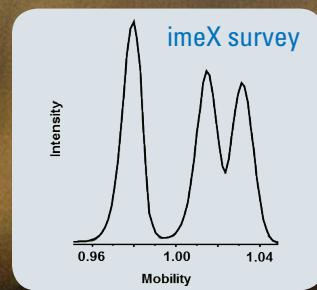


Bruker timsTOF™

Flexibilidad para realizar sus ideas



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



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

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

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

Para más información, visite www.timstof.com

TIMS-QTOF MS

Innovation with Integrity

Solo para investigación. No para uso diagnóstico.

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, 2021, Vol. 42, núm. 2

ISSN 1132-1369

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

ÍNDICE

58 EDITORIAL

ARTÍCULO

59 A brief view on the evolution of gas chromatography in environmental analysis. POPs in marine mammals as a case study. *A. Bartalini, J. Muñoz-Arnanz, A. J. Fernández, B. Jiménez*

NOTICIAS DE LA SECyTA

68 XX Reunión Científica de la SECyTA (49^a Reunión Científica del GCTA)

69 XVI Edición de los Premios "José Antonio García Domínguez"

73 21^a Asamblea General de la SECyTA

79 Nuevos socios

80 Homenaje a socios: Coral Barbas y Alejandro Cifuentes

INFORMACIONES

81 Congresos celebrados

87 Calendario de actividades

88 Nuevas Tesis Doctorales

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

91 Artículos de interés

DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS

95 Notas técnicas

118 Novedades técnicas



Redacción: María Luz Sanz (mlsanz@iqog.csic.es)
Ana Cristina Soria Monzón (acsoria@iqog.csic.es)
Ana Isabel Ruiz Matute (ana.ruiz@csic.es)
Mario Fernández (mario@iqog.csic.es)
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)
Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid. Tel.91-562 29 00

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

Depósito legal: M-1902-1975

Diseño y pre impresión: Gráficas Blanco, S.L.

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

Diseño de la portada: Pau de Riba

Los autores son responsables del contenido de sus artículos

EDITORIAL

Queridos socios de la SECyTA,

Comenzamos un nuevo año con una situación en la que nos sentimos algo más optimistas, hemos retomado ciertas actividades presenciales, como la docencia en nuestras aulas y la investigación en nuestros laboratorios, y poco a poco hemos normalizado la situación, aun con las dificultades de una nueva variante y las dudas del aumento de contagios. La Ciencia y las vacunas han jugado un papel fundamental en el retorno a actividades cotidianas y, aunque con cautela, nos hemos ido aproximando y reduciendo la distancia social, hemos podido celebrar ciertos actos académicos presenciales y nos hemos sentido un poco más confiados y, a pesar de que no podemos bajar la guardia, hemos aprendido a convivir con la situación.

En este panorama, hemos celebrado, durante los días 18 y 19 de noviembre la XX edición de la reunión de la SECyTA (49^a reunión del GCTA). Fue la primera experiencia de una reunión virtual y, aunque desde la Junta de Gobierno trabajamos para que fuese una reunión atractiva, no pensamos que finalmente tendría el éxito que se consiguió, gracias a la colaboración de todos los socios que la hicieron posible. Disfrutamos de unas conferencias excepcionales con los Dres. Barend L. Van Drooge, Josep Rubert, Juan V. Sancho y Verónica Pino, aportando sus innovaciones en el campo de la contaminación medioambiental, diagnóstico clínico y salud, avances en instrumentación y tratamientos de muestra innovadores y sostenibles. Igualmente, las presentaciones orales fueron muy interesantes, tanto las presentadas por investigadores senior como las aportadas por los jóvenes socios, que demostraron que en este tiempo han seguido desarrollando su trabajo con entusiasmo y motivación, ofreciendo contribuciones novedosas y de calidad. Quiero destacar que hicimos un notable esfuerzo por plantear sesiones atractivas de pósteres y, dado que no es algo fácil cuando se propone una reunión virtual, apostamos por un nuevo formato, en el que sustituyeron por comunicaciones web. Esto ofreció a los participantes la posibilidad de disponer de breves presentaciones orales de los trabajos, ya en la web incluso antes de comenzar el congreso. En las sesiones destinadas a tales presentaciones, los moderadores las organizaron de forma dinámica de modo que se pudo interaccionar con los autores de un modo ágil y eficaz. De esta manera intentamos que todos los trabajos tuvieran cabida y protagonismo a pesar de ser una edición virtual. Nuestros jóvenes socios presentaron sus contribuciones a los Premios José Antonio García Domínguez, patrocinados por Bruker, en su XVI edición. Desde aquí queremos trasmitir nuestra enhorabuena a los premiados y a todos los participantes que con su interés y dinamismo hicieron de la reunión virtual una experiencia magnífica. Muchas gracias a todos y, en especial, a nuestros patrocinadores de esta edición, que nos ofrecieron una exposición virtual innovadora y estuvieron dispuestos a interaccionar con los participantes en todo momento.

Como sabéis, la próxima reunión que esperamos se celebre de modo presencial, será en Almería, organizada por nuestra compañera Ana Agüera. Durante la misma tendrán lugar las elecciones para la renovación parcial de la Junta de Gobierno, que pospusimos hasta la próxima reunión presencial. Desde aquí os animo a que presentéis vuestras candidaturas. Además, en 2022, estamos de celebración ya que se cumplen 50 años de la constitución del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (GCTA), origen de la actual SECyTA, en el marco de la Real Sociedad Española de Física y Química.

Esperando que podamos celebrar ese aniversario, y que podamos encontrarnos personalmente en Almería, en mi nombre y en el de la Junta de Gobierno, os deseamos un año 2022 lleno de salud y satisfacciones personales y profesionales.

Un abrazo,

ANA M. GARCÍA CAMPAÑA
Presidenta de SECyTA

ARTÍCULO

A brief view on the evolution of gas chromatography in environmental analysis. POPs in marine mammals as a case study

A. Bartalini^{a,b*}, J. Muñoz-Arnanz^a, A. J. Fernández^b, B. Jiménez^a

^a Department of Instrumental Analysis and Environmental Chemistry, Institute of Organic Chemistry, CSIC. Juan de la Cierva, 3, 28006 Madrid, Spain.

^b Unit of Histology and Pathology, Institute of Animal Health (IUSA), Veterinary School, University of Las Palmas, 35413 Arucas, Las Palmas de Gran Canaria, Spain.

* bartalinialice@gmail.com (+34 691293575)

ABSTRACT

Gas chromatography (GC) coupled to mass spectrometry (MS), represents the election approach for the analysis of persistent organic pollutants (POPs) in environmental matrices, such as marine mammals. From the first detection of POPs in this type of samples, many advances have been made to improve selectivity and sensitivity and to provide increasingly high-quality data.

The objective of this article is to provide a brief insight into the evolution of POP analysis in samples of marine mammals since the second half of the last century. Notable advances on the detection of the analytes occurred in the last 40 years. GC coupled with electron capture detector (ECD) was replaced by the more selective GC coupled to low-resolution mass spectrometry (LRMS) and, in turn, by GC coupled to high resolution mass spectrometry (HRMS). Little variations and advances have been made to the chromatographic approach, with GC column parameters basically being unchanged during 30 years.

INTRODUCTION

Persistent Organic Pollutants (POPs) are a class of anthropogenic toxic substances that can bioaccumulate in living organisms and biomagnify along the trophic chain (Corsolini and Sarà, 2017). Owing to its lipophilicity and persistence, species with a large amount of fat and high trophic levels, such as most cases of marine mammals, accumulate significant concentrations of these pollutants (Aguilar et al., 2002) responsible for adverse health effects and potential negative impacts at population levels (Desforges et al., 2018; Desforges et al., 2016; Yordy et al., 2010).

Many of these hazardous substances, widely used in the past as pesticides, in electrical equipment, as flame-retardants or as by-products in combustion pro-

cesses, were phased out for over 40 years in many states and began to be globally regulated by the Stockholm Convention. This global environmental treaty entered into force in 2004 aiming to eliminate and/or restrict the production and use of POPs in order to protect human health and the environment (UNEP, 2001). Despite the global efforts so far undertaken, important concentrations of these substances are still reported in marine mammal species (Jepson et al., 2016; Stuart-Smith and Jepson, 2017).

To the best of our knowledge the first published article on POPs' detection in marine mammals, dates from 1966 (George and Frear, 1966). In this study George and Frear (1966) investigated dichlorodiphenyltrichloroethane (DDT) along with its metabolites and other organochlorine pesticides (OCPs) in Weddell seal (*Leptonychotes weddellii*) from Antarctic regions, using a gas chromatograph equipped with an electron capture detector (ECD) and by means of a 1.8-meter-long glass column, with a stationary phase of Dow Silicone Oil 200 and QF-1 Silicone. Since this early investigation, further progress has been made in the use of gas chromatography (GC) as a separation technique for the analysis of POPs in marine mammals' tissues and in environmental samples, in general.

An important milestone was achieved by Lovelock in 1957, who invented the electron capture detector (ECD) with great sensitivity towards very small amounts of selected substances (i.e. electronegative molecules such as halogenated, organometallic or nitro-containing compounds). Three years later, an updated version of this instrument was ready for use by organizations like the U.S. Food and Drug Administration (FDA) for pesticides analysis on foods. By the early 1980s, packed columns were replaced by capillary columns thanks to the invention of the flexible quartz capillary tubes, which permitted the use of longer and heightened efficient columns (Dandeneau and Zerenner, 1979). In the same years, capillary GC coupled with

mass spectrometry (GC-MS) revolutionized environmental organic analysis (Richardson, 2001), providing greater sensitivity and specificity to this separation technique (Pitt, 2009). GC coupled to a single mass quadrupole (GC-qMS) operated in both, electronic ionization (EI) and electron capture negative ionization mode (ECNI), was largely used, despite some limitations in terms of sensitivity and selectivity due to chromatographic and matrix interferences (Covaci et al., 2007). On the other hand, GC coupled to high resolution mass spectrometry (GC-HRMS) delivered much higher sensitivity, fewer interferences, improved accuracy and higher resolution for specific congeners of various families of POPs, offering a very high level of confidence in the results compared to GC-ECD or its counterpart coupled to low resolution mass spectrometry (GC-LRMS). However, the higher cost associated to this powerful technique, at first based on the use of magnetic sector mass spectrometers and later on alternative technologies such as time-of-flight (TOF) or Orbitrap analyzers, represents an important drawback for many laboratories. Nonetheless, different alternatives have been developed and adopted by many research groups. For instance, tandem mass spectrometry (MS/MS) using ion trap (IT) or triple quadrupole (QqQ) analyzers are able to reduce interferences and chemical noise, thus increasing selectivity and sensitivity at lower cost. Thus, today GC-QqQ(MS/MS) is permitted in the European Union (EU) regulation (Commission regulation EU No 589/2014; Commission regulation EU No 709/2014) as confirmatory method for the control of the maximum levels of dioxins and dioxin-like(DL)-polychlorinated biphenyls (PCBs) in food and feedstuffs. Many studies confirm its successful applicability for the analysis of a wide range of polybrominated diphenyl ethers (PBDEs) in different environmental samples (Mackintosh et al., 2012; Labadie et al., 2010), including marine mammals (Aznar-Alemany et al., 2021; Kunisue et al., 2021; Taniguchi et al., 2019). On the other hand, GC-ion trap MS (GC-ITMS) in MS/MS has been efficiently applied to detect mono-*or*-*ortho*-PCBs at subpicogram levels in a variety of environmental samples (Leonards et al., 1996), thanks to its ability to examine product ions of major mass fragments and therefore to its greater specificity.

The objective of the present review is to investigate the evolution of the GC technique on POP analysis in samples of marine mammals during the last 50 years. In particular, we focused on four major families of POPs, regulated by the Stockholm Convention and widely reported in marine mammals across the globe; specifically, PCBs, DDTs and its metabolites, PBDEs,

polychlorodibenzo-*p*-dioxins (PCDDs) and polychlorodibenzofurans (PCDFs), all of them analyzed in the subcutaneous fat of six marine mammal species, namely sperm whale (*Physeter macrocephalus*), orca (*Orcinus orca*), pilot whale (*Globicephala melas*), fin whale (*Balaenoptera physalus*), blue whale (*Balaenoptera musculus*) and humpback whale (*Megaptera novaeangliae*) – from 1970 until 2020. We focused the attention on these six species owing to either the high levels of contamination documented as in the cases of pilot whale (Weijs et al., 2013; Pinzone et al., 2015) and killer whale (Desforges et al., 2018; Andvik et al., 2021), or the high or very high risk of extinction that are facing sperm whale, blue whale and fin whale, as recognized by the International Union for Conservation of Nature's Redlist of Threatened Species (IUCN, 2021). Alternatively, focus on humpback whale was placed due to the dramatic fluctuations in body lipid stores and contaminant redistribution to which this species is subjected during migrations, that may represent an important toxicological risk (Waugh et al., 2014).

MATERIALS AND METHODS

A total of 91 studies were found in the literature about analysis on PCBs, PBDEs, DDTs and PCDD/Fs in the six marine mammal species mentioned above published between 1970 and 2020. Out of these 91 studies, 70 provided exhaustive information about analytical methods including column characteristics, 17 only mentioned the analytical method applied without information of the GC column used and 4 did not give any information either about the analytical method or the column characteristics.

Due to their relevance and the advances made during the last 50 years, we have included along the discussion the analytical technique (GC-ECD, GC-LRMS, GC-HRMS) and the type of column employed, focusing on its length, stationary phase, film thickness and internal diameter (ID), as some of the key parameters affecting the GC separation performance.

RESULTS AND DISCUSSION

1) Detection approaches

According to our bibliographic research, until the early 2000s, GC-ECD was the most common approach

for the analysis of PCBs and DDTs. From 1970 to 2004 more than 60% of the investigated studies used this technique for DDT and PCB analysis and only a small portion employed GC-MS for PCBs, DDTs, PBDEs and PCDD/Fs. The most commonly used mass analyzer during this period was the single quadrupole (qMS). Only two studies, Lebeuf et al. (2001) and Metcalfe et al. (2004), took advantage of alternative strategies such as GC-LRMS with a three-dimensional quadrupole ion trap and GC-HRMS with a magnetic sector analyzer, respectively.

As shown in Figure 1, in the following years GC-ECD was replaced by the more selective GC-MS, reducing the probability of false positives and matrix interferences. From 2005 to 2020 around 80% of the studies employed GC-MS while only almost 30% GC-ECD. As described in Figure 2, GC-qMS represented the most commonly used instrumental configuration, followed by GC-QqQMS and GC coupled with a high-resolution magnetic sector mass spectrometer. A marginal number of studies (7) reported the use of alternatives such as GC-ITMS or high-performance liquid chromatography–photodiode array detection (HPLC-DAD).

A clear shift from GC-ECD to GC-MS took place in the last 15 years with GC-HRMS progressively increasing its use. In spite of this, the number of studies still using GC-ECD in the last 15 years remains relatively high (20%). One could easily argue that the

higher costs of the most advanced instruments and related analytical techniques can be hardly afforded by some laboratories, underpinning the heightened use of GC-ECD.

A good compromise between efficiency and cost, and potentially applicable to POP analysis is the commercial availability of multidimensional GC (2D-GC) and "fast GC." In GCxGC, or comprehensive two-dimensional GC, where all of the effluent is transferred to a second column, the resolving power is increased by an order of magnitude (Frysinger et al., 2002). When applied to PCB separations using GCxGC-ECD, three- to four-fold lower LODs were obtained compared to one-dimensional GC, and DL-PCBs could be separated from other congeners (Korytar et al., 2002). Rapid GC separation of PCBs can be obtained by "fast GC" by employing narrow-bore (0.18 mm) columns, which reduces peak widths and shortens total run times (Uhler et al., 2021). Both techniques could be run with a micro-ECD as detector and hence, relatively inexpensive to implement.

As we mentioned above, in the last two decades GC-HRMS with a magnetic sector analyzer started to take off. Thus, since 2004 to 2020, 8 out of 54 studies investigated, utilized this complex and costly instrumentation. Undoubtedly, this type of instruments greatly improved the resolution and accuracy of environmental analysis (Stock, 2017), and still remains the choice instruments for dioxins and furans analysis

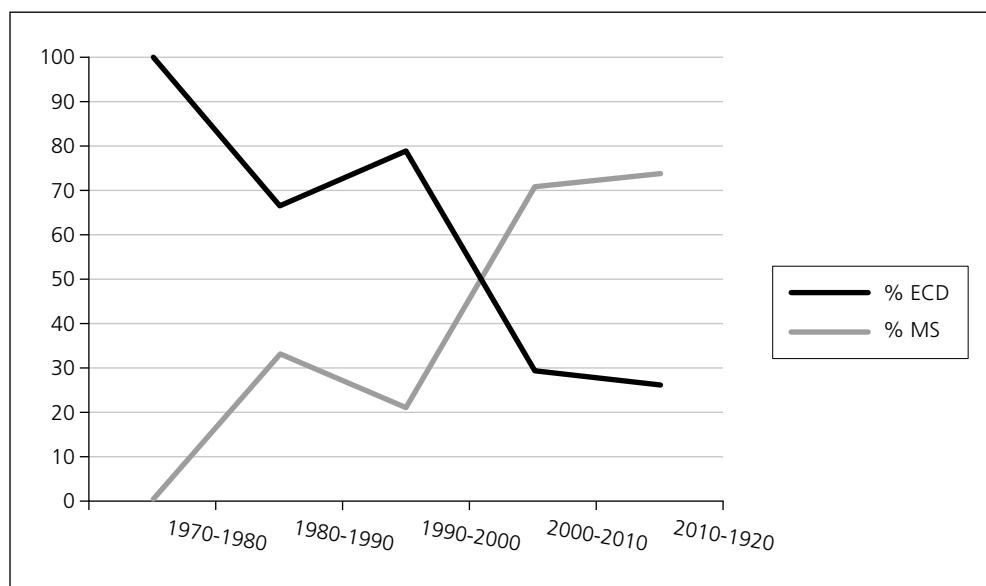


Figure 1. Percentage of the use of GC-ECD and GC-MS as analytical approach for POP analysis in marine mammals during the last 50 years.

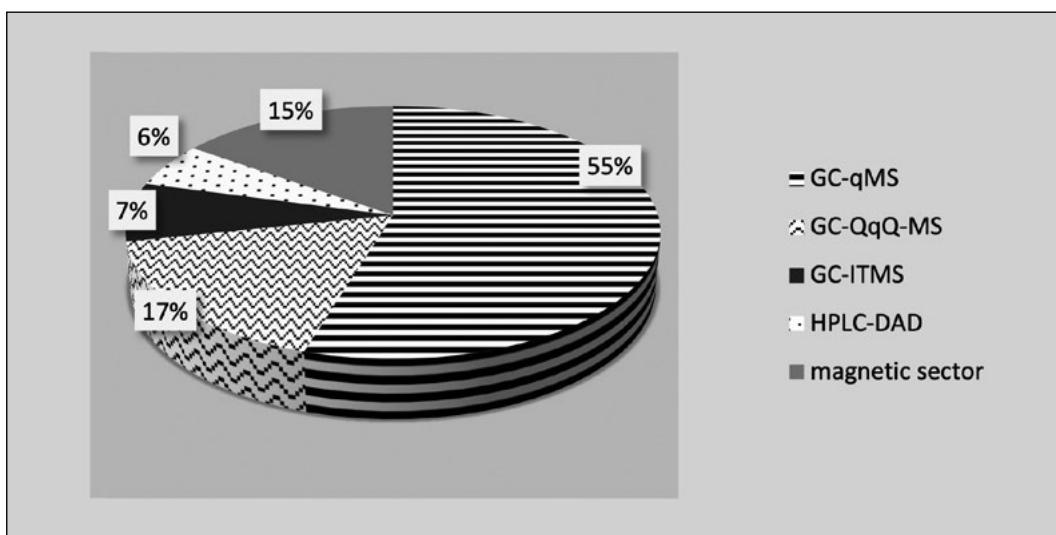


Figure 2. Analytical techniques employed for POP analysis in marine mammal's blubber (1970-2020).

(Bjurliid et al., 2018; Dorneles et al., 2013). There are, however, some downsides associated to their use that prevented their widespread distribution in environmental laboratories. Magnetic sectors need a high degree of maintenance for optimum performance, substantial training and experience to operate them along with a large space to house them (Hernández et al., 2012). Alternative instruments have been continuously developed to bypass these issues and in the last years, there has been growing interest in HRMS with TOF and Orbitrap mass analyzers. Thanks to their high mass resolving power and accuracy, these instruments are capable of generating high-quality data while also offering the possibility to conduct non-targeted analysis (Wallace and McCord, 2020), broadening up the scope of the investigation to the detection of thousands of unknown or unexpected contaminants (Kunzelmann et al., 2018). Despite all the above-mentioned features that make GC-TOF-MS and GC-Orbitrap-MS superior techniques for screening and quantification purposes, it is worth noting that these analytical approaches are not yet generalized for the investigation of organic pollutants in environmental analysis. According to our bibliographic research, none of the investigated studies employed these advanced techniques, whereas the majority still relied on the use of GC-LRMS and to a lesser extent GC-HRMS with a magnetic sector analyzer.

2) Type of column

The column is the heart of gas chromatography playing a key role in this separation technique. The col-

umn itself has been refined over the years with the increase of its efficiency as the number of theoretical plates, resolution and ease of use. Glass packed, glass capillary and fused silica capillary are the three types of columns used from 1970 to date, for PCB, DDT, PBDE and PCDD/F analysis in marine mammals.

In 1958 Marcel Golay discovered that using a long column (90 m) with narrow diameter (around 0.25 mm) lined with a thin film of liquid would significantly improve the separation of different molecules, within a single run. Thus, in the following years, packed columns were progressively replaced by capillary columns, which represent the most widely used column, to date.

The commonly used capillary column has typically 3000-5000 plates per meter, whereas packed columns account for only 2000 plates per meter with much lower efficiency and resolution (Rahman et al., 2015). Although packed columns have higher sample capacity and lower cost, their low length negatively affects efficiency. Thus, out of the 91 papers investigated, only 5 (Alzieu and Duguy, 1979; Aguilar, 1983; Henry and Best, 1983; Saschenbrecker, 1973; Wolman and Wilson, 1970) utilized glass packed columns for the analysis of PCBs and DDTs. These papers date from the 1970s and early 1980s, a time when most likely some laboratories had not yet replaced their traditional packed columns. The rest of the studies (85) employed fused silica capillary columns, with the exception of one by Kannan et al. (1989) that employed the less flexible and reactive glass capillary column.

The use of glass capillary columns dates from 1959, when Desty created a glass-drawing machine for fabricating long length soft glass tubes of small diameter (Desty, 1975). Despite the apparent success in the use of this column, it still had some disadvantages. The tube was too rigid to fit in the injection and detector ports, the glass was not stable at very high and low temperatures and also, it was active towards highly polar analytes. In addition, glass columns were still difficult to coat with an even film of stationary phase. For these reasons fused silica capillary columns become the most commonly used in GC and, in turn, in the analysis of PCBs, DDTs, PBDEs and PCDD/Fs in marine mammals, as pointed out earlier.

3) Internal diameter (ID)

The internal diameter affects flow rate, separation efficiency and peak width, pressure, speed of analysis and loadability. As ID decreases, the flow rate does too, whereas plate number, required pressure and gas velocity will increase (Molander et al., 2003). To compensate for reduced loadability, a thicker film is preferred when using smaller IDs.

Among the studies investigated in this review, the column internal diameter varied from 0.18 mm to 0.32 mm, being 0.25 mm (narrow bore) the most commonly used.

In fact, 0.25 mm is the industry's standard for split/splitless- and PTV type injection techniques and when combined with a 30 m long column, offers a high separation power of approximately 120,000 theoretical plates (de Zeeuw, 2014). The Environmental Protection Agency (EPA) recommends the use of a column with internal diameter ≤ 0.32 mm or 0.53 mm and a column length of 30 m, for the analysis of OCPs and PCBs by GC (EPA protocols -8081B and 8082A, 2007). A diameter of 0.25 mm is also recommended by the International Council for the Exploration of the Sea (ICES) for PCB analysis in marine biota (Webster et al., 2013). Columns with larger ID can be loaded with greater volumes of sample at the expense of peak resolution and sensitivity (Mametov et al., 2019).

4) Length

Column length affects the resolution and efficiency of gas chromatography. In general, longer lengths in-

crease resolution power, allowing the analysis of samples with exceptional complexity (Rahman et al., 2015).

The ICES recommends a <50 m long column for the analysis of PCBs in marine biota samples (Webster et al., 2013) in line with the EPA protocol 8081B and 8082A for the analysis of OCPs and PCBs, respectively. Across the 91 studies investigated, the normal lengths employed were 30 m and 60 m (64%). Only 8 studies employed different column lengths of 25 or 50 meters, for PCB and DDT analysis. In the particular case of Alzieu and Duguy (1979), a 1.5 m long glass packed column was used.

A special mention deserves the analysis of PBDEs, for which longer columns such as those of 60 m, typically used for OCP and PCB analysis, are not suitable, in particular for the higher molecular weight congeners. Longer columns lead to longer residence times for the analytes, initiating degradation of the higher brominated congeners (noticeably for heptaBDE, octaBDE, nonaBDE congeners and especially decaBDE) in the column (Stapleton, 2006). As mentioned by Björklund et al. (2003), the most sensitive method for measuring the entire range (low to high bromine substitution) of PBDEs congeners is using short (10-15 m) non-polar DB columns with a thin (0.1 μ m) stationary phase.

Despite the above mentioned, only 23% of the studies considered in this review that investigated PBDE concentrations, employ the recommended 15 m long column. Almost 50% use 30-60 m long columns and 6% employ column lengths of 20 and 55 m. Finally, 23% did not provide any information about column length.

A 15 m long column is also recommended by EPA method 1614A for the analysis of octa-, nona-, deca-PBDEs in water, soil, sediment and tissues. For lower brominated congeners a 30 m long column is recommended instead. The ICES suggests the use of 25-30 m long columns, except for the analysis of BDE209, for which a shorter column and/or a thinner film (0.1 μ m) is suggested, due to its long retention time and its susceptibility to degradation.

In general, PBDE analysis in marine fatty samples is focused on tri-, tetra-, penta- and hexa congeners, with the more bioaccumulative and toxic BDE-47 (tetra-BDE), -99 and -100 (penta-BDEs) most frequently detected (Nácher-Mestre et al., 2010). PBDEs with a higher number of bromine atoms (from seven to ten) tend to bioaccumulate in a lesser extent in the study

species (Alonso et al., 2014) and are more difficult to determine correctly.

It is worth mentioning that the use of GC-MS instruments equipped with two different injectors connected with two distinct capillary columns, permits switching between two different methods without having to manually change the column, and thus, avoiding all the inconveniences related to MS shut down. Having two different injectors and columns in the same oven allows, for instance, the fast analysis of organochlorine contaminants (PCBs and OCPs) and PBDEs using columns different in their phases and/or lengths, which increases the versatility and productivity of the chromatographic system. Despite the clear advantages of this simple approach, just two studies out of the 91 considered (Bartalini et al., 2019; Muñoz-Arnanz et al., 2019) opted for this rapid and relatively low-cost option.

5) Stationary phase

Another important variable affecting GC separation is the columns' stationary phase, and its impact on analytes' selectivity. The choice of the stationary phase type often depends on the polarity of the target components. There exist diverse types of stationary phases with different degrees of polarity, with polysiloxanes being the most commonly used since they are oxidation resistant, robust and show high chemical and thermal stability. Moreover, they exhibit a wide range of polarities (from non-polar to polar) by incorporating into their structure different functional groups. For instance, -phenyl, -trifluoropropyl or -cyanopropyl are usually chosen for replacement of methyl groups, increasing in that way the polarity of the phase and the nature of the forces established (e.g. π - π interactions). These types of columns are normally coated onto a support of Chromosorb W (diatomite) and packed with different percentages of methylsilicones (DC-200, SE-30) (3-5%) and trifluoropropyl silicones (QF-1) (5-7.5%).

From 1987 until 1995 the most frequently used phase was poly(dimethylsiloxane) (polysiloxane 100% methyl substituted) and in some cases 14% cyanopropylphenyl-methylpolysiloxane (commercial trade name: OV-1701). The poly(dimethylsiloxane) increased its popularity in analytical chemistry by the earlier 1980's, and it is today the most widely used stationary phase for GC columns (Thakur et al., 2021).

Since 1995, we can observe an important transition to a different phase, viz. 5% diphenyl-95% dimethylpolysiloxane and a phenyl-arylene polymer virtually equivalent to (5%-phenyl)-methylpolysiloxane (common trade names: DB-5, SPB-5 SE-54, OV-23, BP-5, HP-5, ULTRA 2, RTx-5, CPSil-8) become the most commonly used for the analysis of PCBs, DDTs, PBDEs and PCDD/Fs in samples of marine mammals.

More selective phases have been developed in these years, such as arylene modified polysiloxanes. These are similar to methyl polysiloxane, but slightly more selective due to the presence of phenyl groups in the polymer backbone, which also brings other advantages like lower column bleed and higher temperature limits than their polysiloxane counterparts (Blomberg et al., 2001). Yet, the most commonly used phase for analysis of PCBs, DDTs, PBDEs and PCDD/Fs remains today the 5% diphenyl, 95% dimethyl polysiloxane.

As shown in Figure 3, only the 15% of the investigated studies used the most selective and efficient arylene-modified polysiloxane columns; on the other hand, the majority (39%) kept using 5% diphenyl-95% dimethyl polysiloxane phases. The remaining used poly(dimethyl siloxane) 100% substituted (4%) or other polysiloxanes phases with different functional groups, such as 35% trifluoropropyl-methylpolysiloxane (5%), 14% cyanopropylphenyl-methylpolysiloxane (3%), dimethylsiloxane fluid (2%), 8% phenyl (equiv.)-polycarborene-siloxane (4%), 5% phenyl-95% methoxpolysiloxane (1%), 1,4-bis(dimethylsiloxy)phenylene-dimethyl-polysiloxane (2%), whereas Atkinson et al. (2019) employed a 2-(1-pyrenyl)-ethyl group bonded silica packing material for HPLC-DAD. Finally, almost the 24% of the investigated studies did not provide any information about the stationary phase.

6) Film thickness

Sometimes disregarded as a not critical parameter, the film thickness of the stationary phase in a GC column plays an important role in the chromatographic separation, directly affecting retention, resolution and separation of the eluate. Column bleed, robustness, inertness and loadability intensify when increasing film thickness.

The majority of the papers reviewed used columns with a film thickness of 0.25 μm (36%). This dimension represents a compromise between the high reso-

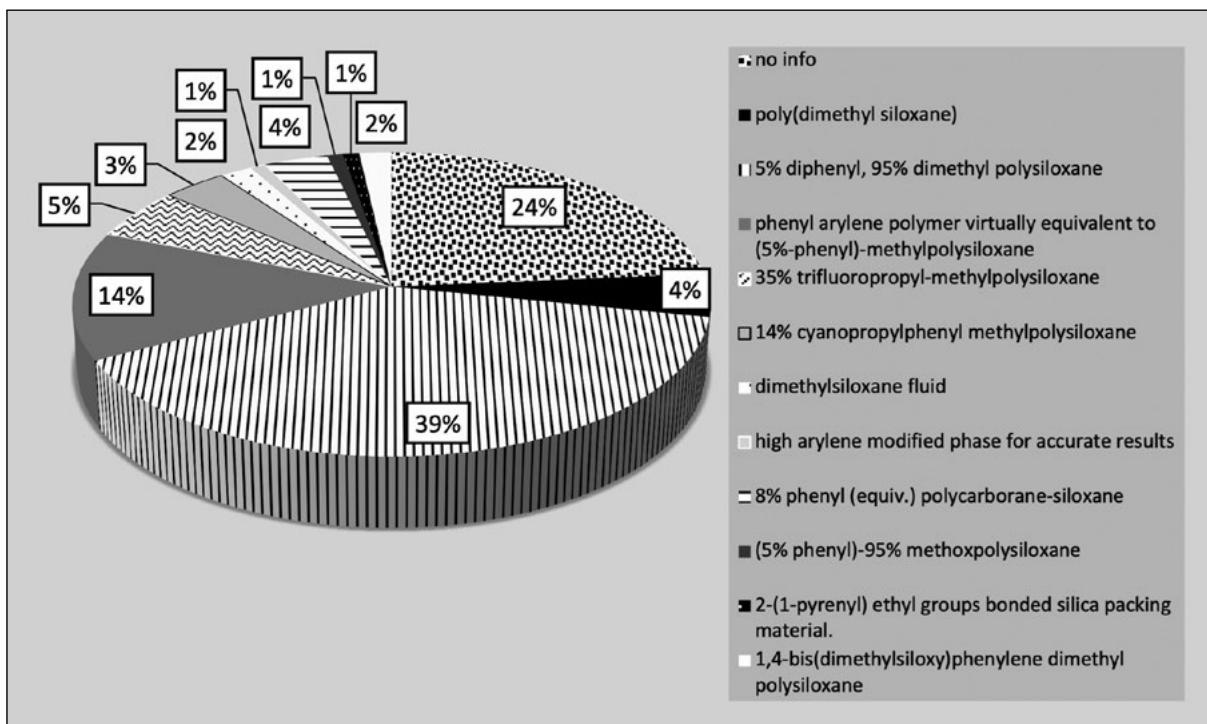


Figure 3. Different types of GC column stationary phases employed for POP analysis in marine mammal' samples.

lution attainable with thin films and the high capacity available with thicker films (McNair et al., 2009). Only a small proportion (9%) used columns with a lower film thickness of 0.10, 0.18 and 0.20 µm.

Jepson and Law (2016) and Praca et al. (2011), employed columns with larger film thickness for PCBs and DDTs analysis (0.33 and 0.52 µm, respectively).

The benefits of decreasing film thickness are obtaining sharper peaks (which may increase resolution), lower column bleed and increase of the column's maximum operating temperature. The drawbacks are the increased analyte interaction with the tubing wall, and above all, the decreased analyte capacity.

Interestingly, the EPA methods 8082A and 1614A recommend columns with film thickness of 0.83, 1.0 and 1.5 µm for PCBs and OCPs, and of 0.1 µm for PBDE analysis.

Thick films of 1.0 µm or greater, show increased retention of sample components, essential for volatile compounds. In addition, their high capacity allows injection of larger sample volumes, important when trace sample components have to be determined at very low concentration levels. The drawback is a de-

creased efficiency, which can be compensated with greater lengths of the column in order to increase the number of plates (McNair et al., 2009). Moreover, the high temperatures normally required in the elution of compounds are responsible for bleeding and noise production, which tend to intensify with thicker films (McNair et al., 2009).

CONCLUSIONS

The analysis of POPs in environmental matrices is essential to evaluate the effectiveness of global mitigation/elimination measures currently placed on these chemicals and to ascertain whether global efforts need to be reinforced and harmonized in order to reduce their contamination hazard. In this regard, a fundamental tool for pollution monitoring is the use of bioindicator species, such as marine mammals, whose analysis, due to the sample complexity, requires a high degree of specificity, sensitivity and resolving power to attain trustworthy results. GC has been and continues to be the analytical choice in this field; since the beginning with ECD to all the advantages that MS offers with different types of analyzers and grades of resolution, little variations and advances have been made to the chromatographic ap-

proaches. Basically, since the time when packed columns were replaced by capillary versions, column's variables such as internal diameter, length, stationary phase and film thickness have remained virtually the same. Although, GC column parameters employed to date probably represents a functional and well-established choice to achieve an optimal gas chromatographic separation, the limited number (or absence) of advances made during the last 40 years is a fact that does not go unnoticed, especially when different and suitable alternatives have been investigated and developed. Despite the high number of stationary phases commercially available and considering that more selective phases for POP analysis have been investigated (Odugbesi et al., 2019), most studies report the use of the same two (5% diphenyl-95% dimethyl polysiloxane and phenyl arylene polymer virtually equivalent to (5%-phenyl)-methyl-polysiloxane) for about 30 years. Instead, a notable evolution is undeniable on the detection technology. The ECD, the most common detector for the target analytes until the early 2000s was replaced by the most complex and selective MS; initially by single quadrupoles and then by triple quadrupole analyzers. A great leap was made when HRMS started to catch up and the magnetic sector became widely used thanks to its high resolution and sensitivity (Hernández et al., 2012). On the other hand, the most modern instruments developed in the last years, such as high resolution TOF and Orbitrap still have not reached a common presence in POP analysis, at least in the case of marine mammal samples, probably due to the high cost associated to these state of the art technologies.

BIBLIOGRAPHY

- 1) Aguilar, A., Borrell, A. and Reijnders, P. J. H. *Mar. Environ. Res.* 2002 (53), 425-452.
- 2) Aguilar, A. *Mar. Pollut. Bull.* 1983 14(9), 349-352.
- 3) Alonso, M. B., Azevedo, A., Torres, J. P. M., Dorneles, P. R., Eljarrat, E., Barceló, D., Lailson-Brito Jr, J. and Malm, O. *Sci Total Environ.* 2014 481, 619-634.
- 4) Alzieu, C. and Duguy, R. *Oceanol. Acta* 1979 2(1), 107-120.
- 5) Andvik, C., Jourdain, E., Lyche, J. L., Karoliussen, R. and Borgå, K. *Environ. Toxicol. Chem.* 2021 40(7), 1848-1858.
- 6) Atkinson, S., Branson, M., Burdin, A., Boyd, D. and Ylitalo, G. M. *Mar. Pollut. Bull.* 2019 149, 110593.
- 7) Aznar-Alemany, Ò., Sala, B., Jobst, K. J., Reiner, E. J., Borrell, A., Aguilar, À. and Eljarrat, E. *Sci. Total Environ.* 2021 753, 142205.
- 8) Bartalini, A., Muñoz-Arnanz, J., Marsili, L., Mazzariol, S., Fossi, M. C. and Jiménez, B. *Sci. Total Environ.* 2019 653, 1417-1425.
- 9) Blomberg, L. G. *LC/GC Europe* 2001 14, 106-112.
- 10) Björklund, J., Tollbäck, P. and Östman, C. *J. Mass Spectrom.* 2003 38(4), 394-400.
- 11) Bjurlid, F., Roos, A., Jogsten, I. E. and Hagberg, J. *Sci. Total Environ.* 2018 616, 1374-1383.
- 12) Commission Regulation (EU) No 589/2014 of 2 June 2014, (EU) No 252/2012, *Off. J. Eur. Commun.* L164 (3.6.2014) 18-40.
- 13) Commission Regulation (EU) No 709/2014 of 20 June 2014, amending Regulation (EC) No 152/2009 *Off. J. Eur. Commun.* (2014) 1-18.
- 14) Corsolini, S. and Sarà, G. *Chemosphere* 2017 177, 189-199.
- 15) Covaci, A., Voorspoels, S., Ramos, L., Neels, H. and Blust, R. *J. Chromatogr. A* 2007 1153, 145-171.
- 16) Darnerud, P. O., Eriksen, G. S., Jóhannesson, T., Larsen, P. B. and Viluksela, M. *Environ. Health Perspect.* 2001 109(suppl 1), 49-68.
- 17) Desforges, J. P., Hall, A., McConnell, B., Rosing-Asvid, A., Barber, J. L., Brownlow, A., De Guise, S., Eulaers, I., Jepson, P. D., Letcher, R. J. and Levin, M. *Science* 2018 361(6409), 1373-1376.
- 18) Desforges, J. P. W., Sonne, C., Levin, M., Siebert, U., De Guise, S. and Dietz, R. *Environ. Int.* 2016 86, 126-139.
- 19) Desty, D. H. *Chromatographia* 1975 8(9), 452-455.
- 20) De Zeeuw, J. *Sep. Sci.* 2014 6(1), 2-1.
- 21) Dorneles, P. R., Sanz, P., Eppe, G., Azevedo, A. F., Bertozzi, C. P., Martínez, M. A., Secchi, E. R., Barbosa, L. A., Cremer, M., Alonso, M. B. and Torres, J. P. *Sci. Total Environ.* 2013 463, 309-318.
- 22) EPA 8081 B. Organochlorine pesticides by gas chromatography. Revision 1:1-44. United States Environmental Protection Agency (2007).
- 23) EPA 8082 A. Polychlorinated biphenyls (PCBs) by gas chromatography. Revision 0:1-41. United States Environmental Protection Agency (2007).
- 24) EPA 1614. Brominated diphenyl ethers in water soil, sediment and tissue by HRGC/HRMS. United States Environmental Protection Agency (2010).
- 25) Frysinger, G. S., Gaines, R. B. and Reddy, C. M. *Environ. Forensics* 2002 3(1), 27-34.
- 26) George, J. L. and Frear, D. E. H. *J. Appl. Ecol.* 1966 1, 155-167.
- 27) Henry, J. and Best, P. B. *Mar. Pollut. Bull.* 1983 14(6), 223-227.
- 28) Hernández, F., Sancho, J. V., Ibáñez, M., Abad, E., Portolés, T. and Mattioli, L. *Anal. Bioanal. Chem.* 2012 403(5), 1251-1264.
- 29) IUCN 2021. The IUCN Red List of Threatened Species. Version 2021-1. <https://www.iucnredlist.org> (Accessed 30th September 2021).
- 30) Jepson, P. D. and Law, R. J. *Science* 2016 352(6292), 1388-1389.
- 31) Kannan, N., Tanabe, S., Ono, M. and Tatsukawa, R. *Arch. Environ. Contam. Toxicol.* 1989 18(6), 850-857.

- 32) Korytár, P., Leonards, P. E. G., De Boer, J. and Brinkman, U. T. *J. Chromatogr. A* 2002 958(1-2), 203-218.
- 33) Kunisue, T., Goto, A., Sunouchi, T., Egashira, K., Ochiai, M., Isobe, T., Tajima, Y., Yamada, T. K. and Tanabe, S. *Chemosphere* 2021 269, 129401.
- 34) Kunzelmann, M., Winter, M., Åberg, M., Hellenäs, K. E. and Rosén, J. *Anal. Bioanal. Chem.* 2018 410(22), 5593-5602.
- 35) Labadie, P., Alliot, F., Bourges, C., Desportes, A. and Chevreuil, M. *Anal. Chim. Acta* 2010 675, 97-105.
- 36) Lebeuf, M., Bernt, K. E., Trottier, S., Noël, M., Hammill, M. O. and Measures, L. *Environ. Pollut.* 2001 111(1), 29-43.
- 37) Leonards, P. E. G., Brinkman, U. T. and Cofino, W. P. *Chemosphere* 1996, 32(12), 2381-2387.
- 38) Mackintosh, S. A., Pérez-Fuentetaja, A., Zimmerman, L. R., Pacepavicius, G., Clapsadl, M., Alaee, M. and Aga, D. S. *Anal. Chim. Acta* 2012 747, 67-75.
- 39) Mametov, R., Ratiu, I. A., Monedeiro, F., Ligor, T. and Buszewski, B. *Crit. Rev. Anal. Chem.* 2021 51(2), 150-173.
- 40) McNair, H. M., Miller, J. M. and Snow, N. H. "Basic gas chromatography". John Wiley & Sons, Hoboken, NJ, USA (2009), p. 1-232.
- 41) Metcalfe, C., Koenig, B., Metcalfe, T., Paterson, G. and Sears, R. *Mar. Environ. Res.* 2004 57(4), 245-260.
- 42) Molander, P., Olsen, R., Lundanes, E. and Greibrokk, T. *Analyst* 2003 128(11), 1341-1345.
- 43) Muñoz-Arnanz, J., Chirife, A. D., Vernazzani, B. G., Cabrera, E., Sironi, M., Millán, J., Attard, C. R. M. and Jiménez, B. *Sci. Total Environ.* 2019 650, 1521-1528.
- 44) Nácher-Mestre, J., Serrano, R., Hernández, F., Benedito-Palos, L. and Pérez-Sánchez, J. *Anal. Chim. Acta* 2010 664(2), 190-198.
- 45) Odugbesi, G. A., Nan, H., Soltani, M., Davis Jr, J. H. and Anderson, J. L. *J. Chromatogr. A* 2019 1604, 460-466.
- 46) Pinzone, M., Budzinski, H., Tasciotti, A., Ody, D., Lepoint, G., Schnitzler, J., Scholl, G., Thomé, J. P., Tapie, N., Eppe, G. and Das, K. *Environ. Res.* 2015 142, 185-196.
- 47) Pitt, J. *J. Clin. Biochem. Rev.* 2009 30(1), 19.
- 48) Praca, E., Laran, S., Lepoint, G., Thomé, J. P., Quetglas, A., Belcari, P., Sartor, P., Dhermain, F., Ody, D., Tapie, N. and Budzinski, H. *Mar. Pollut. Bull.* 2011 62(5), 1058-1065.
- 49) Rahman, M. M., Abd El-Aty, A. M., Choi, J. H., Shin, H. C., Shin, S. C. and Shim, J. H. *Anal. Sep. Sci.* 2015, 823-834.
- 50) Richardson, S. D. *Chem. Rev.* 2001 101(2), 211-254.
- 51) Saschenbrecker, P. W. *Can. J. Comp. Med.* 1973 37(2), 203.
- 52) Stapleton, H. M. *Anal. Bioanal. Chem.* 2006 386(4), 807-817.
- 53) Stock, N. L. *J. Chem. Educ.* 2017 94(12), 1978-1982.
- 54) Stuart-Smith, S. J. and Jepson, P. D. *Mar. Policy* 2017 (84), 69-75.
- 55) Taniguchi, S., Colabuono, F. I., Dalla Rosa, L., Secchi, E. R., da Silva, J., Maia, D. A. and Montone, R. C. *Mar. Pollut. Bull.* 2019 145, 148-152.
- 56) Thakur, N., Aslani, S. and Armstrong, D. W. *Anal. Chim. Acta* 2021 1165, 338490.
- 57) Uhler, A. D., Hardentine, J. H., Edwards, D. A. and Lotufo, G. R. *Arch. Environ. Contam. Toxicol.* 2021 81(2), 324-334.
- 58) UNEP, 2001. Stockholm Convention on Persistent Organic Pollutants. United Nations Environment Programme Chemicals (UNEP).
- 59) Waugh, C. A., Nichols, P. D., Schlach, M., Noad, M. and Nash, S. B. *Mar. Environ. Res.* 2014 94, 24-31.
- 60) Wallace, M. A. G. and McCord, J. P., "Chapter 16 - High-resolution mass spectrometry" in *Breathborne Biomarkers and the Human Volatilome* (Second Edition) (Eds. Beauchamp J. and col.) Elsevier, (2020), pp. 253-270.
- 61) Webster, L., Roose, P., Bersuder, B., Kotterman, M., Haarich, M. and Vorkamp, K., "Determination of polychlorinated biphenyls (PCBs) in sediment and biota" in *ICES Techniques in Marine Environmental Sciences*. International Council for the Exploration of the Sea (ICES) Copenhagen, Denmark (2013) 53, p. 8.
- 62) Weijns, L., Tibax, D., Roach, A. C., Manning, T. M., Chapman, J. C., Edge, K., Blust, R. and Covaci, A. *Sci. Total Environ.* 2013 461, 117-125.
- 63) Wolman, A. A. and Wilson, A. J. *Pestic. Monit. J* 1970 4(1), 8-10.
- 64) Yordy, J. E., Wells, R. S., Balmer, B. C., Schwacke, L. H., Rowles, T. K. and Kucklick, J. R. *Environ. Sci. Technol.* 2010 44(12), 4789-4795.

NOTICIAS DE LA SECyTA

XX REUNIÓN CIENTÍFICA DE LA SECyTA (49^a REUNIÓN CIENTÍFICA DEL GCTA)

Durante los días 18 y 19 de noviembre de 2021 se celebró la XX Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA). En esta ocasión, y debido a las circunstancias derivadas de la pandemia de Covid-19, se llevó a cabo de manera virtual. La organización de la reunión recayó en la Junta de la Sociedad y contó con la colaboración de la Secretaría Técnica de Activa Congresos, empresa que realizó la página web y la transmisión en directo y la emisión de videos de las diferentes presentaciones.

En esta edición, la duración de la reunión fue inferior a lo habitual, de manera que se estructuró en un programa dividido en cuatro grandes bloques de sesiones: medio ambiente; análisis clínico y farmacéutico y técnicas ómicas; preparación de muestras, nuevos desarrollos en instrumentación, fundamentos y quimiometría; y análisis de alimentos.

El programa incluyó cuatro *keynotes* presentadas por investigadores españoles de gran prestigio y relevancia internacional. La conferencia inaugural corrió a cargo de **Barend van Droege**, del IDAEA-CSIC de Barcelona, que se centró en el análisis de trazas de compuestos orgánicos en materia particulada de la atmósfera mediante GC-MS. La segunda conferencia fue presentada por **Josep Rubert**, profesor de la Universidad de Wageningen en los Países Bajos, que abordó el papel de la dieta y la microbiota intestinal, en concreto, de los metabolitos microbianos, en la prevención de enfermedades gastrointestinales. La tercera conferencia plenaria fue impartida por **Juan Vicente Sancho**, de la Universidad Jaume I de Castellón, en la que se explicaron los beneficios del empleo de la sección transversal de colisión (CCS) en UPLC-ESI-IMS-QTOFMS y GC-APCI-IMS-QTOFMS para la identificación de pequeñas moléculas. La conferencia final fue impartida por **Verónica Pino**, profesora de la Universidad de La Laguna, de Tenerife, quien abordó el empleo de nuevos disolventes y materiales adsorbentes limpios en microextracción.

En esta reunión se presentaron 78 ponencias, tanto en la versión de comunicación oral como *web com-*

munication, formato este último elegido para mostrar los trabajos habitualmente presentados como pósters. En todos los casos, los autores enviaron previamente sus vídeos grabados a la secretaría técnica, de manera que fueron agrupados por sesiones y presentados de forma conjunta en cada una de ellas. A lo largo de estas exposiciones, los asistentes podían formular sus preguntas a través del chat, para ser posteriormente trasladadas a los autores por los moderadores de cada sesión.

En el primer día de la reunión, tras la sesión de tarde, se celebró la Asamblea General de la SECyTA, en la que la presidenta hizo un balance de los dos últimos años, debido a que la pandemia ha alterado el normal funcionamiento desde la última reunión de 2019 en Santiago de Compostela. Tras su intervención, la presidenta dio paso al secretario y al tesorero para exponer sus respectivos informes, así como a uno de los editores de la revista de la Sociedad, quien hizo una llamada a la participación de todos los socios mediante el envío de artículos, revisiones bibliográficas, resúmenes de las tesis presentadas en el último año, etc. Finalmente, la presidenta dio paso a la Dra. Ana Agüera para hacer una breve presentación de la sede de la próxima reunión de 2022 en Almería.

Esta edición virtual también contó con la XVI edición de los premios "José Antonio García Domínguez", patrocinados por Bruker, a las dos mejores comunicaciones orales y las dos mejores *web communications*, cuyos ganadores fueron revelados tras la conferencia final, antes de la ceremonia de despedida de la reunión.

Finalmente, hay que resaltar la calidad de las presentaciones, especialmente el esfuerzo de todos los participantes en la realización de los vídeos. También hay que destacar la organización, asumida por la propia Junta de la Sociedad y el gran trabajo de Activa Congresos en la coordinación que hizo que todo estuviera perfectamente sincronizado.

EL COMITÉ EDITORIAL DE CTA

XVI EDICIÓN PREMIOS "JOSÉ ANTONIO GARCÍA DOMÍNGUEZ"

Dos años después de la última Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA), celebrada de manera presencial en Santiago de Compostela en 2019, y dentro de la edición virtual XX SECyTA2021, se ha celebrado la "XVI Edición de los premios José Antonio García Domínguez". En esta ocasión se han concedido los premios a las mejores comunicaciones orales y a las mejores *web communication* (en sustitución de las presentadas habitualmente en formato de cartel), todas ellas presentadas en directo o mediante la grabación previa de los videos correspondientes. Como en años anteriores, Bruker ha patrocinado esta edición de los premios. Tras debatir los méritos científicos de las presentaciones, los jurados encargados de fallar los premios, tomaron por unanimidad los siguientes acuerdos:

1^{er} Premio a la mejor Comunicación Oral (500 €)

Comunicación: OY-ND2

Título: EXPLORING GC-APCI-IMS-HRMS POSSIBILITIES FOR THE SCREENING OF ORGANIC-MICROPOLLUTANTS

Autores: *David Izquierdo-Sandoval^{1*}, David Fabregat-Safont¹, Leticia Lacalle-Bergeron¹, Juan Vicente Sancho¹, Félix Hernández¹, Tania Portolés¹*.

¹ Environmental and Public Health Analytical Chemistry, Research Institute for Pesticides and Water (IUPA), University Jaume I, Castellón, Spain.

2º Premio a la mejor Comunicación Oral (400 €)

Comunicación OY-01

Título: THE ROLE OF OXIDIZED LIPIDS IN FUNGAL MEDIATED DISEASES USING ION MOBILITY-MASS SPECTROMETRY

Autores: *Maria Morán-Garrido^{1*}, Jorge Sáiz¹, Coral Barbas¹*.

¹ CEMBIO, Facultad de Farmacia, Universidad San Pablo-CEU.

1^{er} Premio a la mejor Web Communication (300 €)

Comunicación: WC-E11

Título: UHPLC-HRMS DETERMINATION OF AEROSOLIZED MARINE BIOTOXINS PRODUCED BY OSTREOPSIS cf. OVATA

Autores: *N. I. Medina-Pérez^{1*}, E. Moyano¹, M. Dall' Osto², E. Berdalet²*.

¹ Department of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, Faculty of Chemistry, University of Barcelona.

² Marine Biology and Oceanography, Institute of Marine Sciences (ICM-CSIC), Spain.

2º Premio a la mejor Web Communication (200 €)

Comunicación: WC-CF5

Título: IN-DEPTH COMPARISON OF THE METABOLIC AND PHARMACOKINETIC BEHAVIOUR OF THE STRUCTURALLY RELATED SYNTHETIC CANNABINOIDS AMB-FUBINACA AND AMB-CHMICA IN RATS

Autores: *Maria Mata-Pesquera¹, David Fabregat-Safont¹, Manuela Barneo-Muñoz², Ferrán Martínez-García², Marie Mardal³, Anders B. Davidsen³, Juan V. Sancho¹, Félix Hernández¹, María Ibáñez^{1*}*.

¹ Environmental and Public Health Analytical Chemistry, Research Institute for Pesticides and Water (IUPA), University Jaume I, Avda. Sos Baynat s/n, 12071, Castellón, Spain.

² Predepartmental Unit of Medicine, Unitat Mixta de Neuroanatomia Funcional NeuroFun-UVEG-UJI, University Jaume I, Castellón, Spain.

³ Section of Forensic Chemistry, Department of Forensic Medicine, University of Copenhagen, Copenhagen, Denmark.

JUAN VICENTE SANCHO

Secretario de la SECyTA

1^{er} Premio a la mejor Comunicación Oral

EXPLORING GC-APCI-IMS-HRMS POSSIBILITIES FOR THE SCREENING OF ORGANIC-MICROPOLLUTANTS

David Izquierdo-Sandoval, David Fabregat-Safont, Leticia Lacalle-Bergeron, Juan Vicente Sancho, Félix Hernández, Tania Portolés.

Ion mobility separation coupled to high resolution mass spectrometry (IMS-HRMS) provides extra valuable information in screening approaches of organic micropollutants in complex matrices. IMS allows to separate species of interest from co-eluting matrix in-

NOTICIAS DE LA SECyTA

terferences and/or resolve isomers based on their charge, shape and size being IMS-derived collision cross section (CCS) a robust parameter comparable between instruments [1].

Excellent separation power of gas chromatography (GC) combined with improved identification properties of HRMS is a powerful tool for identification and structure elucidation of unknown (semi)volatile compounds. Oppositely to electron ionization (EI), the soft ionization promoted by atmospheric pressure chemical ionization (APCI) source designed for GC allows a rapid and wide-scope non-target and suspect screening based on the investigation of the molecular ion and/or protonated molecule [2].

In the current study, the coupling between GC-APCI and IMS-HRMS has been used. A CCS library was built containing 264 relevant multi-class organic pollutants in environmental and food fields, comprising information regarding CCS for molecular ion and/or protonated molecules and some in-source fragments. Based on mobility data provided, the CCS values for both species were compared, and the possibility of separating isomers was explored, as well as the feasibility of employing CCS databases acquired by liquid chromatography-electrospray-IMS-HRMS. Moreover, the potential power of IMS was assessed in complex-matrix samples, such as feed fish extracts. The results reported in this work are of special interest for those researchers working on wide-scope screening of GC-amenable organic compounds.

Acknowledgements

David Izquierdo-Sandoval acknowledges the Ministry of Education and Vocational Training of Spain for funding his research through the FPU pre-doctoral program (FPU19/01839). Tania Portolés acknowledges Ramon y Cajal Program from the Ministry of Economy and Competitiveness of Spain (RYC-2017-22525) for funding her research. L Lacalle-Bergeron acknowledges the financial support of University Jaume I, Spain for his pre-doctoral grant (UJI 19I001/03).

References

- [1] A. Celma, J.V. Sancho, E. Schymanski, D. Fabregat-Safont, M. Ibáñez, J. Goshawk, G. Barkowitz, F. Hernández, L. Bijlsma, *Environ. Sci. Technol.* 54 (2020) 15120-15131.
- [2] Y. Niu, J. Liu, R. Yang, J. Zhang, B. Shao, *TAC - Trends Anal. Chem.* 132 (2020) 116053.

2º Premio a la mejor Comunicación Oral

THE ROLE OF OXIDIZED LIPIDS IN FUNGAL MEDIATED DISEASES USING ION MOBILITY-MASS SPECTROMETRY

María Morán-Garrido, Jorge Sáiz, Coral Barbas.

Oxylipins are biologically active lipid mediators that play important roles in physio-pathological processes, like infections, cancer, and obesity. Recent findings from our research group have shown that several oxylipins are extremely altered in patients suffering from mucormycosis. These oxidized fatty acids have multiple isomers because of the double bonds and oxidation positions, which can be species-specific [1]. Therefore, its identification could reveal reliable diagnostic markers for the diseases they are involved in. Ion mobility (IM), which allows the separation of molecules based on their spatial configuration, stands out as an excellent tool to study different isomeric oxylipins [2]. In this research, ion mobility-mass spectrometry (IM-MS) was used to identify oxylipins related to mucormycosis.

Oxylipin standards were used to identify those in plasma samples from patients with mucormycosis using an Agilent's 6560 ion mobility Q-TOF LC/MS. The identification was assisted by two features provided by the IM:

- The All-Ions working mode, which provides clean MS/MS spectra by filtering by the drift time (DT) of the precursor ion.
- The High Resolution demultiplexing (HRdm) tool, which improves the resolution in IM throughout a post-acquisition processing that allows the differentiation of unresolved compounds with very similar collision cross section (CCS).

Elevated oxylipins in infected plasma samples were finally identified based on the comparison of their retention time (RT), drift time (DT), collision cross section (CCS) and fragmentation patterns. These values were used for the creation of an internal database.

Given the wide variety of isomers that comprise oxylipins, IM-MS has shown a great potential for as a further step in their identification. Combining retention time, exact mass, CCS values, highly resolved IM (HRdm) and clean MS/MS fragmentation spectrum (All-Ions) provides unprecedented levels of identification of oxylipin isomers. Moreover, the database is intended to

be regularly updated with new oxylipin standards. Finally, applying this technique to samples such as mucormycosis patients allows for a higher identification level and provides new diagnostic approaches for a disease with limited diagnostic confidence.

Acknowledgements

This work was supported by the Ministry of Universities, with a Predoctoral Fellowship Grant FPU19/06206 and with a Fundación La Caixa Grant HR17-00634.

References

- [1] C. Hinz, S. Liggi, *Anal. Chem.* 91, (2019) 8025-8035.
- [2] J. Kyle, X. Zhang, *Analyst* 141 (2016) 1649-1659.

1^{er} Premio a la mejor Web Communication

UHPLC-HRMS DETERMINATION OF AEROSOLIZED MARINE BIOTOXINS PRODUCED BY *OSTREOPSIS* CF. OVATA

N. I. Medina-Pérez, E. Moyano, M. Dall’Osto, E. Berdalet

The proliferations of the benthic dinoflagellate *Ostreopsis* cf. *ovata* have been related to mild respiratory symptoms in people exposed to marine aerosols on some beaches in the Mediterranean Sea. These disorders have been attributed—but not yet fully demonstrated—to palytoxin analogues (PLTX) (ovatoxins—OVTX—and isobaric palytoxin—isopLTX)—produced by *Ostreopsis*. To evaluate the risk to human health that these events represent, it is necessary to better understand the mechanisms of production of these toxins and their transfer to the atmosphere. Accordingly, in this work we run different laboratory experiments using an aerosol generation tank with microbial communities that were obtained during an *Ostreopsis* bloom in the summers of 2019 [1], 2020 and 2021.

The experiments were run weekly incubating in the laboratory natural microplanktonic communities obtained during *Ostreopsis* cf. *ovata* blooms (June-August). The experiments were run at a controlled temperature ($24\pm1^{\circ}\text{C}$) using a high-quality stainless steel airtight cylindrical tank (75 L; internal dimensions: 50 cm high, 44 cm diameter) that allowed the generation and collection of aerosols. The

concentration of palytoxin analogues in both particulate phase of the seawater and air (aerosols) samples were analyzed. The chromatographic separation of palytoxins analogues was achieved using a Hypersil GOLD C18 column (100 mm × 2.1 mm id., 1.9 μm particle size) packed with totally porous silica particles (Hypersil, Thermo Fisher Scientific) and using gradient elution mode (acetonitrile-water, 0.1% formic acid; 300 $\mu\text{L min}^{-1}$). This chromatographic method was coupled to a high-resolution mass spectrometer (Orbitrap) using a heated-electrospray ionization source (UHPLC-HESI-HRMS).

During the experiments in 2019 the cells content was $10^3\text{-}10^4$ *Ostreopsis* cells· $\text{L}_{\text{water}}^{-1}$ and the toxins concentration in the particulate phase was in the range of 1.1×10^5 – 3.1×10^6 $\text{pg}_{\text{tox}} \cdot \text{L}_{\text{water}}^{-1}$, while the toxin concentration in the aerosol was estimated at $12\text{-}54 \text{ pg}_{\text{tox}} \cdot \text{L}_{\text{air}}^{-1}$. Then, when it was bubbled after enriching the seawater with a higher abundance of *Ostreopsis* cells (10^5 cells· $\text{L}_{\text{water}}^{-1}$) and a higher concentration of toxins in the particulate phase of the water (9.3×10^5 – 7.9×10^6 $\text{pg}_{\text{tox}} \cdot \text{L}_{\text{water}}^{-1}$) the toxin concentration in the aerosol remained in the same range ($11\text{-}54 \text{ pg}_{\text{tox}} \cdot \text{L}_{\text{air}}^{-1}$). Therefore, no direct relationship was observed between the concentration of *Ostreopsis* cells in the water and the toxin in the aerosol.

Acknowledgements

The authors thank the different financing agencies that supported the study. N.I.M-P was granted by the fellowship FI-SDUR2021 (Government of Catalonia, University of Barcelona). Financial support: MICIU (Spain, project PGC2018-095013-B-I00), AGAUR (Generalitat de Catalunya, project 2017SGR-310) and IdRA (University of Barcelona). Support was provided also by the CoCliME project, an ERA4CS network (ERA-NET) initiated by JPI Climate and co-financed by FORMAS (SE) and the European Union (Grant n° 690462), by PI-ICE project (CTM2017-89117-R) with financing from the AEI and FEDER. M.D.A. received a Ramón y Cajal contract (RYC-2012-11922, MICIU, Spain).

References

- [1] N.I. Medina-Pérez, M. Dall’Osto, S. Decesari, M. Paglione, E. Moyano, E. Berdalet, *Environ. Sci. Technol.* 55 (2021) 468-477.

NOTICIAS DE LA SECyTA

2º Premio a la mejor Web Communication

IN-DEPTH COMPARISON OF THE METABOLIC AND PHARMACOKINETIC BEHAVIOUR OF THE STRUCTURALLY RELATED SYNTHETIC CANNABINOID AMB-FUBINACA AND AMB-CHMICA IN RATS

María Mata-Pesquera, David Fabregat-Safont, Manuela Barneo-Muñoz, Ferrán Martínez-García, Marie Mardal, Anders B. Davidsen, Juan V. Sancho, Félix Hernández, María Ibáñez.

The use of new psychoactive substances (NPS) has dramatically increased in the last years. Among the most consumed families are synthetic cannabinoid receptor agonists (SCRA). As these compounds are, in most cases, completely metabolised, the elucidation of their potential consumption biomarkers in biological samples is required for the detection of drugs intoxications. In this sense, *in vivo* metabolism studies using mice or rats, in combination with high resolution mass spectrometry (HRMS), has proven to be useful for the study and evaluation of the metabolic behaviour of NPS.

In this study, the *in vivo* metabolism and pharmacokinetics of two structurally related SCRAs, AMB-FUBINACA and AMB-CHMICA, were evaluated using male Sprague-Dawley rats. Brain, liver, kidney, blood (serum) and urine samples were collected at different

times for assessing the differences in metabolism, metabolic reactions, tissue distribution and excretion. Both compounds experimented *O*-demethyl reaction, which occurred more rapidly for AMB-FUBINACA. The parent compounds and the *O*-demethyl metabolites were highly bioaccumulated in liver and they were still found in this tissue 48 h after injection. Due to the different *N*-functionalisation (indazole/indole), different urinary metabolites were formed, some of them being detected even 24h after the injection. Out of the two compounds, AMB-FUBINACA seemed to easily cross the blood-brain barrier, presenting higher brain/serum concentrations ratio than AMB-CHMICA.

Acknowledgements

D. Fabregat-Safont, J.V. Sancho, F. Hernández and M. Ibáñez acknowledge financial support from the Generalitat Valenciana (PROMETEO/2019/040) and the University Jaume I (UJI-B2018-19). D. Fabregat-Safont acknowledges Ministerio de Educación, Cultura y Deporte in Spain for his predoctoral grant (FPU15/02033). M. Mata-Pesquera acknowledges Ministerio de Educación y Formación Profesional in Spain for her undergraduate research grant (998142). F. Martínez-García and M. Barneo-Muñoz acknowledge financial support from Ministerio de Economía y Competitividad-FEDER (BFU2016-77691-C2-1-P) and the Generalitat Valenciana (PROMETEO/2016/076).

21^a ASAMBLEA GENERAL DE LA SECyTA

La 21^a Asamblea General de la SECyTA, que contó con la asistencia de 46 socios, se celebró el día 18 de noviembre de 2021, a las 17:30 h, de manera virtual a través de la plataforma Zoom en la siguiente Sala: <https://abalingua.zoom.us/j/82526943574> y con el siguiente orden del día:

1. Lectura y aprobación, si procede, del acta de la reunión anterior.
2. Informe de la presidenta.
3. Informe del secretario.
4. Informe del tesorero.
5. Informe del editor del boletín.
6. Presentación SECyTA2022 en Almería.
7. Ruegos y preguntas.

DESARROLLO DE LA SESIÓN Y ACUERDOS ADOP-TADOS

En primer lugar, la presidenta, Dra. Ana M. García Campaña, da la bienvenida a todos los asistentes a la 21^a Asamblea General de la SECyTA y expresa su más sincero agradecimiento por su participación en la XX Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines SECyTA2021, primera edición on-line, por las restricciones sanitarias impuestas por los efectos de la pandemia de la COVID-19.

1. Lectura y aprobación del acta de la reunión anterior

La Presidenta indica a los asistentes que el borrador del acta de la 20^a Asamblea General de la SECyTA celebrada el año pasado de manera virtual se envió por email a todos los socios para que pudiera ser consultada previamente a la actual asamblea. En este momento la Presidenta pregunta si alguno de los asistentes quiere hacer alguna modificación al acta o si algún socio quiere que se lea el acta en su totalidad. Algunos socios comentan que han notificado al Secretario errores tipográficos o de duplicidades en la lista de asistentes. La Presidenta indica que se procede a aprobar el acta de la 20^a Asamblea General de la SECyTA, supeditada a la introducción de los pequeños cambios que señalen los socios.

2. Informe de la Presidenta

La Presidenta, en primer lugar, reitera su agradecimiento a los socios y no socios que han participado

en esta Reunión Científica virtual, a pesar de las circunstancias en las que se ha llevado a cabo. Desde la Junta de Gobierno se cuestionó la oportunidad de realizar la reunión en modalidad on-line, pero, finalmente, se decidió seguir adelante, sobre todo por nuestros socios jóvenes, para que tuvieran la oportunidad de presentar sus trabajos, optar a los premios José Antonio García Domínguez (JAGD), etc. El resultado ha sido una respuesta muy satisfactoria por parte de los socios, a pesar del formato no tan atractivo, lo que agradece nuevamente.

En su informe, la Presidenta trató los siguientes temas.

2.1. Celebración de la XX Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines SECyTA2021 Virtual Edition

La Presidenta da las gracias a la Junta de Gobierno (JG) de la Sociedad, así como a todos los integrantes del Comité Organizador y Científico de esta primera reunión científica virtual de la SECyTA por el excelente trabajo realizado para poder ofrecer un programa científico de calidad a la altura de las expectativas de los socios, así como la respuesta de los mismos a su participación en esta edición.

En esta edición, se han recibido un total de 78 comunicaciones, distribuidas en 14 orales ordinarias, 18 orales de jóvenes investigadores, las cuales optan al premio JAGD, y 46 comunicaciones en formato web, de las cuales 21 optan al premio JAGD, además de 4 conferencias invitadas. El número total de inscritos en esta edición (alrededor de 122 congresistas) es ligeramente inferior al alcanzado en reuniones anteriores (Granada 2018, 190 inscritos; Sevilla 2016, 180 inscritos; reunión conjunta SECyTA-SEEM, celebrada en Castellón en 2015, 185 inscritos). En este sentido, la Presidenta indica que el nivel de participación ha sido muy digno, a pesar de la modalidad on-line de esta edición.

Respecto a las becas de inscripción concedidas para facilitar la asistencia de los jóvenes investigadores a esta edición virtual de la SECyTA2021, se han concedido un total de 24 becas de inscripción.

NOTICIAS DE LA SECyTA

La Presidenta, también agradece el patrocinio por parte de las siete casas comerciales que han participado con sus stands virtuales: Agilent, Bruker, Frontiers Lab, Jasco, Leco, Perkin Elmer y Waters. Además, hace mención especial a Miguel Ángel Pérez, de la casa comercial Bruker, por el compromiso con la Sociedad en el patrocinio de los Premios José Antonio García Domínguez, en su decimosexta edición.

Como en años anteriores, se ha gestionado con la revista *Journal of Chromatography A* la creación de un volumen especial virtual dedicado a recoger los trabajos presentados en este congreso denominado como "SECyTA2021", para dar la posibilidad a los socios de la presentación de sus comunicaciones en formato de artículo. Los trabajos presentados deberán seguir el proceso habitual de revisión por pares para su aceptación. La Presidenta recuerda que la fecha límite para el envío de trabajos es el 28 de febrero de 2022. Todos los asistentes a este congreso han recibido por email las instrucciones para el envío de los trabajos y estas instrucciones están también disponibles en la web de la reunión. Si hubiese alguna extensión de la fecha límite para el envío de los artículos se comunicaría a los socios y se actualizaría también en la web de la reunión.

2.2. Organización de la próxima XXI Reunión Científica SECyTA2022 en Almería

La Presidenta comenta que, para la organización de la vigesimoprimera (XXI) reunión de la SECyTA (SECyTA2022), se mantiene el compromiso de la Presidenta del Comité Organizador, Ana Agüera, y su equipo para celebrarla en Almería, en principio, en el mes de octubre de 2022. La Presidenta indica que, posteriormente, se le cederá la palabra a la Dra. Ana Agüera para que presente brevemente la próxima Reunión en Almería.

2.3. Premio SECyTA a la mejor Tesis Doctoral

La Presidenta recuerda que es un tema tratado en la anterior Asamblea y que, debido al año atípico por la Covid-19, no se ha podido abordar con tranquilidad. La Presidenta comenta que un premio de estas características también lo tienen otras sociedades y que permitiría premiar el esfuerzo de los socios jóvenes e incentivarlos a que participen en nuestro Boletín y en nuestra Sociedad. La Presidenta comenta que es una acción que, personalmente, le gustaría que se materializara, y se compromete en nombre de la Junta de Gobierno a que se pueda anunciar el estableci-

miento de este Premio para la próxima Reunión en Almería en 2022.

2.4. Colaboración de la SECyTA en otros congresos

La Presidenta informa que, en este año, la SECyTA ha participado como sociedad colaboradora en Ex-Tech2021, que se realizó finalmente en modo on-line, becando la inscripción de cinco socios jóvenes. Sin embargo, la Presidenta espera en este próximo año 2022 se reactiven nuevamente los formatos presenciales y que podamos mantener la política de colaboración y becas para apoyar a los jóvenes y ayudar a la formación en Cromatografía de los futuros profesionales e investigadores.

2.5. Renovación parcial de la Junta de Gobierno de la SECyTA

La Presidenta informa que la renovación de diversos cargos de la Junta de Gobierno de SECyTA se debería realizar durante esta Asamblea. En concreto, el cargo de Tesorero, que ostenta actualmente el Dr. Jordi Díaz Ferrero, y tres vocales de la Junta.

La Presidenta indica que, a diferencia de otras sociedades, que han suspendido la Reunión pero han mantenido las elecciones en modo virtual, desde la Junta de Gobierno de SECyTA se ha decidido lo opuesto, en su reunión del pasado 22 de julio. Así, se prefirió no dejar pasar un año más sin Reunión Científica, aunque la Junta se ha tomado la libertad de solicitar a los socios posponer las elecciones para realizarlas en una Asamblea presencial el próximo año. De acuerdo con los Estatutos, la JG preparará un calendario donde se establecerán las fechas para la presentación de candidaturas, comunicación de candidatos y procedimiento de votación.

Finalmente, la Presidenta anima a todos los socios a participar en la gestión y gobernanza de la Sociedad

3. Informe del Secretario

En su informe, la Secretaría trató los siguientes temas.

3.1. Socios de la SECyTA

El Secretario de la SECyTA, Dr. Juan V. Sancho, informa que, desde la última Asamblea General celebrada el 18 de diciembre de 2020 en modalidad virtual, hasta hoy, 18 de noviembre de 2021, se han recibido un

total de 31 altas y 36 bajas. Tras el balance neto de -29 socios en el año pasado, en este 2021 se ha revertido parcialmente la situación con un balance todavía negativo, pero de sólo 5 socios. En el listado actual de Secretaría el número de socios a día de la celebración de esta Asamblea es de 493 socios. El Secretario exhorta a los socios a que se animen a promocionar la Sociedad entre sus colegas, amigos, compañeros de departamento, estudiantes, etc., para hacer más grande, aún si cabe, la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines.

El número de altas se ha recuperado a la media de los últimos años, básicamente por haber realizado la Reunión Científica durante este año 2021, aunque haya sido en modo virtual, mientras que de las 36 bajas, 10 han correspondido a bajas estatutarias (debido a que el socio en cuestión lleva tres impagos consecutivos). El resto de bajas engloban las bajas anuales habituales, típicamente por cambios profesionales donde las técnicas cromatográficas ya no son tan importantes.

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

3.2. Ayudas concedidas por la SECyTA

Se han concedido dos ayudas para la asistencia a Congresos Internacionales en Atenas (Grecia) y Erding (Alemania) que se celebraron presencialmente en septiembre y octubre, respectivamente.

Respecto a ayudas para asistencia a Congresos patrocinados, se han concedido cinco ayudas de inscripción para ExTech2021, que se iba a celebrar en Alicante pero que, finalmente, pasó a modalidad on-line.

Por lo tanto, en este año 2021 la inversión en ayudas para que nuestros socios jóvenes puedan asistir a eventos internacionales ya ha vuelto a ser posible a pesar de la pandemia y esperemos que el próximo año 2022 se pueda volver a niveles de 2016-2017.

3.3. Comunicación electrónica con los socios

El Secretario informa que, a lo largo del 2021, se han anunciado a través de la lista de correo de la SECyTA

cuatro cursos, dos másteres, seis congresos y cuatro ofertas de trabajo.

3.4. Volumen especial *Journal of Chromatography A* and *Journal of Chromatography Open*

El Secretario recuerda que, como en años anteriores, se ha gestionado con la revista *Journal of Chromatography A* la creación de un volumen especial virtual dedicado a recoger los trabajos presentados en este congreso denominado como "SECyTA2021", para dar la posibilidad a los socios de la presentación de sus comunicaciones en formato de artículo. Además, desde Elsevier, se ha ofrecido la posibilidad de que también se puedan enviar en formato "open-access" a través de la revista *Journal of Chromatography Open*, para aquellos socios interesados en publicar en este formato. En ambos casos, los trabajos presentados deberán seguir el proceso habitual de revisión por pares para su aceptación. El Secretario recuerda que la fecha límite para el envío de los trabajos es, en ambos casos, el 28 de febrero de 2022. Todos los asistentes a este congreso han recibido por email las instrucciones para el envío de los trabajos y estas instrucciones están también disponibles en la web de la reunión. Si hubiese alguna extensión de la fecha límite para el envío de los artículos se comunicaría a los socios y se actualizaría también en la web de la reunión.

4. Informe del Tesorero

En el informe del Tesorero se trataron los siguientes asuntos:

El Tesorero de la SECyTA, Dr. Jordi Díaz Ferrero, presenta el estado de cuentas y el balance de ingresos y gastos desde la pasada Asamblea General celebrada en modalidad on-line el 18 de diciembre de 2020, pero del período del 01-07-2020 al 30-06-2021, ya que como se comentó en la pasada Asamblea, 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. Así mismo, se debe presentar un balance de situación comparando el patrimonio neto y el pasivo corriente frente al activo corriente. Sin embargo, este año, de nuevo, el Tesorero también presenta un balance de entradas y salidas de caja como el que ha venido presentando en las últimas asambleas. El balance total del saldo de la cuenta en ambas fechas es positivo, siendo el saldo a 18 de no-

NOTICIAS DE LA SECyTA

viembre de 2021 ligeramente superior al que se presentó hace un año.

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

- Como se puede observar, para el Boletín este ha sido un ejercicio especial, por la pandemia. No se ha autofinanciado completamente ya que los ingresos por publicidad no superan a los costes de edición, reparto y gratificación de colaboraciones, ya que en este año las empresas han invertido menos en publicidad.
- Respecto a las cuotas de empresas, el Tesorero agradece a las mismas su aportación al balance anual, a pesar de este año y medio de situación complicada por la pandemia. Comenta que, aparentemente, son más altas que otros años, pero es una cuestión de temporalidad, ya que, del ejercicio anterior, y debido a la COVID-19, algunas cuotas quedaron pendientes y los pagos se han efectuado dentro de este ejercicio.
- Respecto a las cuotas de socios, tenemos unos ingresos más o menos estables al mantener el número de los mismos, lo que el Tesorero agradece, a pesar del año duro de pandemia. Los gastos serían de emitir los recibos, devoluciones, etc.
- Este año los gastos de Junta siguen siendo más elevados de lo habitual, no por realizar más reuniones de la Junta de Gobierno, ya que no se han llevado a cabo en año de pandemia y restricciones, sino por incorporar en este capítulo dos nuevos conceptos que ya incorporamos el ejercicio pasado, como son los gastos derivados de la empresa contratada para gestionar la Ley de protección de Datos, así como la Asesoría Fiscal, que también se ha contratado.
- Los gastos respecto a la web han sido bajos, sólo mantenimiento de dominio.
- Respecto a los impuestos, básicamente la declaración del IVA e IRPF.
- Como se puede observar, los intereses son irrisorios, y no compensan los gastos bancarios, básicamente de comisiones por realizar transferencias, etc.
- En el apartado de Congresos tenemos un balance positivo, a pesar de no haber realizado la Reunión Científica el año pasado. Este ingreso corresponde a la transferencia por parte de las organizadoras de la reunión de 2019 en Santiago de Compostela de los beneficios económicos acordados con SECyTA, que se demoró y ha en-

trado dentro de este ejercicio económico. El Tesorero agradece públicamente a las Dras. Marta Lores y Carmen García Jares el éxito tanto científico como económico de la Reunión de Santiago en 2019.

- El apartado de Becas de ayuda a asistencia congresos internacionales y patrocinados, como ya ha comentado anteriormente el Secretario, no coincide con el importe indicado, ya que las ayudas se pagan en dos plazos y el segundo plazo de muchas de ellas todavía no se ha realizado, y queda para el siguiente ejercicio económico. En este ejercicio, el importe corresponde casi en su totalidad al patrocinio de la Escuela Internacional de Espectrometría de Massas que se celebró en Sitges en septiembre de 2019, pero que la factura llegó dentro de este ejercicio económico.
- Por lo tanto, tenemos en este año atípico de pandemia, un balance positivo y unas cuentas de la Sociedad saneadas, lo que nos permite afrontar los gastos que sean necesarios en la vida de la Sociedad.

A continuación, el Tesorero presenta el balance económico de situación del ejercicio económico 2020/2021 que ha preparado el asesor fiscal, presentando el Patrimonio Neto, así como los Activos y Pasivos corrientes de la Sociedad.

Aunque los conceptos varían ligeramente sobre el balance de caja presentado anteriormente, se muestra un balance cuadrado y con saldo positivo, mayor al de caja, ya que hay facturas que no se han emitido antes del cierre del ejercicio, y que por lo tanto no se han cobrado. En cualquier caso, confirma la misma tendencia que el anterior ejercicio.

Al final de su intervención, el Tesorero aborda algunos temas generales, y en primer lugar comenta el tema de los Bancos. Por una parte, respecto al depósito que tenía la Sociedad, han decidido cancelar la renovación del mismo unilateralmente y han transferido los fondos a la cuenta corriente. Respecto a la negociación de las comisiones, el tesorero comenta que, aunque hay que renegociarlas asiduamente, se mantienen dentro de un orden a lo largo de los ejercicios. En relación a los impagos, este año sólo ha habido unos 11, un dato bastante contenido, gracias al punteo entre la base de datos de Secretaría y Tesorería.

Por último, el Tesorero comenta que está en funciones, debido a la extensión de la ostentación del

cargo debido a la Covid-19, pero recuerda que, desde la responsabilidad extra asumida desde hace un año (Decano de la Facultat de Química), quizás responda a los temas de Tesorería con un poco menos de celebridad. En cualquier caso, comenta que, tras diez años en el cargo y tres Presidentes, ya es hora de renovar al Tesorero, ya que quizás tampoco es procedente que una misma persona gestione la economía de la Sociedad durante tanto tiempo.

5. Informe del Editor del Boletín

El Dr. Mario Fernández, en nombre de los editores del Boletín, recuerda a los socios lo especial que fue este año pasado respecto al Boletín, ya que se publicó un único número.

El Dr. Mario Fernández anima a la participación de los socios en el Boletín, a través de artículos científicos, revisiones bibliográficas, envío de resúmenes de Tesis presentadas el último año, etc. Recuerda que hay secciones que no se incluyen en algunos números porque no hay aportaciones de los socios, como la sección de reseñas de libros o artículos científicos, premios concedidos a socios, jubilaciones, etc.

Al finalizar su intervención, la Presidenta agradece al Dr. Mario Fernández y al resto de editoras del Boletín (Mariluz Sanz, Ana Cristina Soria y Ana Isabel Ruiz) el esfuerzo que realizan de manera generosa y desinteresada para mantener activo el Boletín de la Sociedad y anima a los socios que aporten ese contenido que lo mantiene vivo.

6. Presentación SECyTA2022 en Almería

La Presidenta cede la palabra a la Dra. Ana Agüera para que informe sobre la próxima Reunión Científica de la SECyTA en Almería en 2022.

La Dra. Agüera comenta que la presentación no será muy distinta de la que ya realizó en 2019 y 2020, para las ediciones suspendidas de 2020 y 2021, y que espera que esta versión remasterizada ya sea la definitiva, y que podamos reunirnos todos en Almería en 2022 de modo presencial.

La sede será el palacio de Congresos del Parque Natural del Cabo de Gata, donde ya se ha trabajado en cómo cumplir las posibles restricciones por la Covid-19, respecto a aforos, espacios, ventilación, etc. El Hotel recomendado, donde ya se han reservado habitaciones, es el Hotel Barceló Cabo de Gata, que se

encuentra justo enfrente del Palacio de Congresos, aunque existen más hoteles cercanos de similar categoría. La semana propuesta es la última de octubre de 2022 (del martes 25 al jueves 27) donde el Hotel espera menor actividad y los precios se mantienen incluso respecto al presupuesto de 2020.

Las comidas de trabajo se podrán realizar tanto en el propio Palacio de Congresos como en el Hotel Barceló Cabo de Gata, garantizando el cumplimiento de las restricciones a día de hoy. El Cocktail de Bienvenida, también está previsto en los jardines del Hotel, mientras que la Cena de Gala tendría lugar en el restaurante La Jábega de Almería.

La Dra. Agüera comenta que la página web está operativa y que, en breve, se hará pública, y anima a los socios que no conozcan Almería, y a los que ya la conozcan también, a asistir a esta Reunión Científica de la Sociedad, para disfrutar tanto científica como turísticamente de la Ciudad de Almería.

La Presidenta da las gracias a la Dra. Agüera, y recuerda que en el transcurso de la Reunión se entregará la medalla de la Sociedad a nuestro socio y ex-Presidente, José Carlos Díez-Masa.

7. Ruegos y preguntas

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

El Dr. Díez-Masa comenta que si debido a la pandemia, las reuniones de la Junta de Gobierno se han estado realizando de manera virtual, propone se sigan realizando de este modo, para abaratizar costes a la Sociedad. La Presidenta responde que es una buena idea, que las reuniones virtuales son rápidas y eficaces, pero que alguna reunión presencial de la Junta de Gobierno se realizará en Granada, ya que la última se tuvo que cancelar *in extremis* por la incertidumbre durante la segunda semana de marzo de 2020.

La Dra. Mercedes de Frutos pide la palabra para agradecer públicamente al Secretario y al Webmaster la celeridad con la que cuelgan y envían a los socios la información que se les remite sobre cursos de formación y otras informaciones de interés para los socios. Así mismo, pregunta al Tesorero si las cantidades en cuenta de un valor considerable están protegidas. El Tesorero responde que, efectivamente, las entidades sólo deben responder si hay un fallo de la misma por las cuentas con un valor determinado de saldo que superamos. Pero el Tesorero presupone que la en-

NOTICIAS DE LA SECyTA

tidad donde tenemos la cuenta, BBVA, disfruta de una solidez suficiente para confiar en su estabilidad, y dividir el saldo en dos cuentas de entidades diferentes, nos saldría el doble de gasto de mantenimiento.

La Dra. Mercedes de Frutos también solicita que, en la normativa de becas de ayudas a asistencia a Congresos para socios jóvenes de la SECyTA, no sólo puedan participar estudiantes de Máster o Doctorado, sino también otros tipos de estudiantes que estén realizando investigación, como por ejemplo los contratados de Garantía Juvenil, y que sea responsabilidad del director del grupo determinar quién ha participado en el trabajo que se presenta al Congreso. La Presidenta contesta que no ve problema en que este investigador socio joven, con recursos limitados, no pueda acceder a este tipo de ayudas de la Sociedad. El Tesorero comenta que, mientras sea una persona joven socia y en formación, tampoco ve problema en que pueda optar a las ayudas. El Secretario indica que en las bases actuales de las ayudas ya se pide "Trabajo Final de Máster o equivalente", y que quizás ese equivalente cubriría estos casos.

El Dr. Díez-Masa da las gracias por la concesión de la medalla de la Sociedad, y que de momento se mantienen en pie.

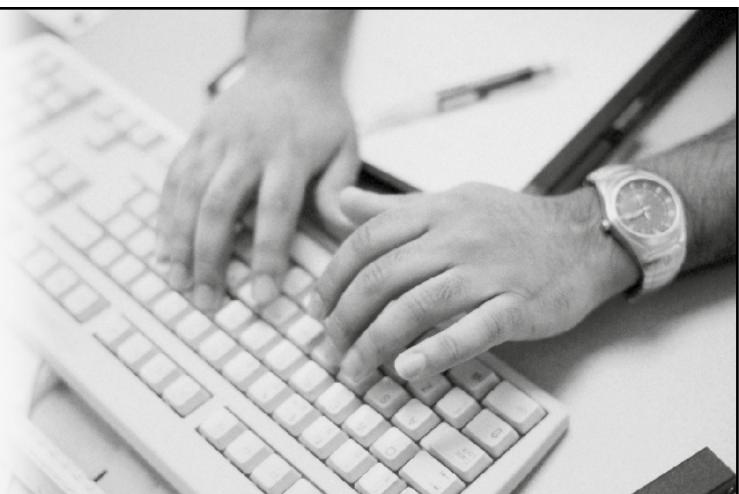
Finalmente, la Presidenta da las gracias a la Junta de Gobierno por su compromiso con la organización de esta primera edición virtual del Congreso, que preocupaba por su formato y la respuesta de participación de los socios, pero con la ayuda de la Secretaría Técnica pensamos que ha tenido éxito.

En este punto del orden del día y a la vista de que no hay más ruegos ni preguntas ni más asuntos que tratar, la Presidenta da por finalizada la 21^a Asamblea General de la SECyTA a las 18:52 h. del citado día, de todo lo cual doy fe como Secretario y firmo la presente con el VºBº de la Presidenta.

JUAN VICENTE SANCHO LLOPIS
Secretario de la SECyTA
Castellón de la Plana, 18 de noviembre de 2021

NOTA DE REDACCIÓN

*Desde el Comité Editorial
os animamos a que nos enviéis
toda aquella información que
consideréis de interés
(premios, jubilaciones, etc.)
para su difusión entre
los lectores del boletín.*



NUEVOS SOCIOS DE LA SECyTA

1964	Pont Villanueva, Laura Dpto. de Ingeniería Química y Química Analítica (Sección Química Analítica), Facultad de Química Universidad de Barcelona Martí i Franquès, 1-11 08028 Barcelona
1965	Oró Nolla, Bernat IDAEA-CSIC Jordi Girona, 18-26 08034 Barcelona
1966	Galante Causanilles, Ferrán Pintor Soler Blasco, 30 7 ^a A 12003 Castellón de la Plana
1968	Izquierdo Sandoval, David Polo de Bernabé, 13 3 ^o 9 12540 Vila-real (Castellón)
1969	Gracia Marín, Elisa Doctor Fleming, 72 puerta 7 12560 Benicàssim (Castellón)
1970	Jaén Flo, Clara Plaza Rosers 17 08940 Cornellà de Llobregat (Barcelona)
1972	Simarro Gimeno, Claudia Virgen de la Paciencia, 6 12594 Oropesa del Mar (Castellón)
1973	Moral Ruiz, Alberto Dpto. de Química Orgánica y Analítica Universitat Rovira i Virgili Campus Sescelades Marcel.Í Domingo, s/n 43007 Tarragona
1975	Conde Díaz, Adrián Universidad de La Laguna Avda. Francisco Sánchez, s/n 38206 San Cristóbal de la Laguna (Santa Cruz de Tenerife)
1977	Bintanel Cenis, Jorge Turmalina, 9 Bajo A 28045 Madrid
1979	Castejón Musulén, Óscar Julián Sanz Ibáñez. 37 2°C 50017 Zaragoza
1980	Mata Pesquera, María Balmes, 10 1°D 12200 Onda (Castellón)
1981	Tejedor Matellanes, Paula Paseo de Extremadura, 65 3°B izquierda 28011 Madrid
1982	Albert Tortosa, Francesc Dos de Maig, 261 2 ^o 2 ^a 08013 Barcelona
1983	Barrial Luján, Abel Isaías Joaquín Jarauta, 42 31001 Pamplona (Navarra)
1984	Luco Colilles, Arnau Sant Antoni, 130 08370 Calella (Barcelona)
1985	Bartalini, Alice IQOG-CSIC Juan de la Cierva, 3 28006 Madrid

NOTICIAS DE LA SECyTA

HOMENAJE A SOCIOS

LA REVISTA THE ANALYTICAL SCIENTIST DISTINGUE A DOS SOCIOS DE LA SECyTA

Un año más, la revista *The Analytical Scientist* (<https://theanalyticalscientist.com/power-list/2021>) ha hecho pública su *Power List* correspondiente a la edición de 2021 en la que distingue a los 100 científicos más influyentes en la química analítica seleccionados por su capacidad de liderazgo y de servir de inspiración a otros investigadores.

En esta 9^a edición, repiten distinción dos investigadores españoles, ya que también fueron seleccionados en la edición de 2019. Se trata de la doctora **Coral Barbas**, directora del Centro de Metabolómica



Coral Barbas es Catedrática de Química Analítica del Departamento de Química y Bioquímica y Directora del Centro de Metabolómica y Bioanálisis (CEMBIO) de la Facultad de Farmacia de la Universidad CEU San Pablo de Madrid.

y Bioanálisis (CEMBIO, Universidad CEU San Pablo) y el doctor **Alejandro Cifuentes**, del Laboratorio de Foodomics (CIAL-CSIC), ambos miembros sobresalientes de nuestra Sociedad.

Conviene recordar que en ediciones anteriores de esta lista ya destacaron investigadores españoles miembros de la SECyTA: *CTA* **37**(2): 77 (2016); *CTA* **38**(2): 77 (2017) y *CTA* **40**(2): 74 (2019). Además, la Dra. Coral Barbas fue elegida por primera vez en esta lista en la edición de 2016.

Desde el boletín queremos dar nuestra enhorabuena a ambos miembros de la SECyTA, sin duda dignos merecedores de su elección dentro de esta lista.



Alejandro Cifuentes es Profesor de Investigación del Laboratorio de Foodomics del Departamento de Bioactividad y Análisis de Alimentos del Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CIAL-CSIC) de Madrid.



CONGRESOS CELEBRADOS

17th International Conference on Environmental Science and Technology (CEST2021 – Athens)

The International Conference on Environmental Science and Technology (CEST) was established in 1989 and it is usually celebrated every two years in either Rhodes or Athens (Greece). It is organized by Global Nest, the University of the Aegean and the National Kapodistrian University of Athens and has the support of different Universities and organizations all over Europe. In this conference, top scientists and experts present state-of-the-art research on current and emerging environmental issues.

The CEST 17th edition was celebrated on 1-4 September 2021 in Athens and the National Kapodistrian University of Athens hosted the event. Due to the COVID global pandemic it was organized as a hybrid event for the very first time. This enabled the physical attendance of many experts and, at the same time, the knowledge exchange with virtual participants from all over the world. On the other hand, the conference physical event was scheduled as usual, including different speeches, plenary and poster sessions, round tables and coffee breaks. Strict COVID measures, including daily mandatory COVID tests with negative result or vaccination certificate, were always followed. In general, the conference included a high number of sessions addressing diverse environment related fields, such as analytical chemistry, pollution, climate change, waste management, SARS-CoV-2 impact or water and resources management, among others.

On September the 1st, the welcome ceremony was celebrated with the participation of different experts, politicians and sponsors such as the Major of Athens, Dr. Demetris Francis Lekkas, Dr. Nikolaos Thomaidis and the Prince Sultan Bin Abdulaziz (International Prize for Water), main sponsor of the event. All of them highlighted the importance of this conference where knowledge exchange and interconnections between researchers are built up in pursuit of environmental protection and restoration.

On September the 2nd, the event was split into three rooms, including both physical and online speeches and plenary sessions, where attendants

were able to make questions and interact with the speakers in real time. The sessions were focused on water resources, water and wastewater treatment and reuse, solid waste management, advance oxidation processes, climate change mitigation and adaptation, emerging pollutants and microplastics. This last topic was highlighted with speeches focused on the fate of microplastics, their detection and their interactions with other pollutants. It is worth noting the plenary lecture of Damià Barceló, which versed on the emerging concern about microplastics after the SARS-CoV-2 pandemic; due to the plastic wastes associated with masks, gloves, PCRs, etc. There were also pre-recorded flash presentations of posters, which were also exposed both physically and online. Furthermore, 4 different virtual sessions were available which included more speeches about the previous topics, but also sessions versed on heavy metals in the environment and energy technologies and sustainability.

On September the 3rd, the event included a total of 21 physical and virtual sessions focused on spatial environmental planning, biomonitoring of emerging pollutants, environmental biotechnology and bioenergy, air pollution, life cycle analysis, food waste, ecology environmental change and management, forest and agricultural sustainability, food waste, hydrology and water resources, among other topics. It is worth highlighting the plenary lecture by Dr. Adrian Covaci, which versed on the human biomonitoring of emerging pollutants as a promising tool for human health risk assessment and the CLIMPACT network plenary lecture and session, which focused on the climate change impact due to the worldwide anthropogenic pressure, and the future perspectives and challenges facing climate changes for the area of Greece (in particular) and the Mediterranean (in general). Furthermore, a virtual workshop on contaminated soil management was also imparted.

On September the 4th, the last day of the conference, physical sessions were versed on many interesting topics, such as environmental health, innovative environmental solutions, circular economy, industrial symbiosis or wastewater-based epidemiology for COVID-19 monitoring, etc. The plenary lecture by Su-

INFORMACIONES

san Richardson on the regulation of toxic disinfection by-products, and the sessions exploring the possibilities of waste water epidemiology for the COVID-19 detection and future research, among others, were very interesting.

In the evening, a closing session was celebrated, including a lovely conference dinner with nice Greek food and a farewell speech from Dr. Lekkas. The celebration of the CEST2021 Awards was not possible due to the COVID measures and the winners were communicated via email.

The CEST2021 conference included a program covering a wide range of topics related to the environ-

mental science. Furthermore, it explored the possibility of organization of hybrid international conferences, which make easier the attendance to these events and reduce the greenhouse gas emissions due to travelling (such as virtual conferences do already), but at the same time enable the possibility of physical attendance. I would like to acknowledge SECyTA for the financial support and the opportunity to attend the CEST2021 conference.

RODRIGO ÁLVAREZ RUIZ

PhD Student

Centro de Investigaciones

sobre Desertificación (CIDE)

University of Valencia

International Conference on Non-Target Screening (ICNTS 2021-Erding (Germany)

From 4th to 7th of October 2021, in Erding (a city close to Munich), Germany, the 1st International Conference on Non-Target Screening was held as a hybrid conference (face to face and online in parallel). Even though it was celebrated two and five years ago under a different name (SWEMSA), this year was the first with this title, comprising many different and new topics not present in the previous versions. The combination of face to face meeting and online attendance allowed to have 180 participants in these pandemic times, with 46 lectures and 34 scientific posters.

The overall aim of this meeting was to condense, standardize and harmonize various common aspects of non-target screening (NTS), to extend the use and understanding of software and workflow strategies and to learn about the potential of NTS applied in various disciplines. To do so, different main topics were selected and covered during the conference.

The congress started on Monday 4th with the welcome session, led by Prof. Thomas Letzel and Jochen Türk, organizers of the conference, who explained the entire path run from their first small project to the current conference project. Then, the first session about computational mass spectrometry was led by Prof. Emma Schymanski as chair and consisted of seven talks given by E. Bolton, Prof. S. Sama-

nipour, X. Feng, A. Junior, R. Cariou, N. Meekel and R. Helmus. A panel discussion was held with all participants at the end of the session. Some of the speakers talked about software developed as PubChem (and all the possibilities that it offers to NTS), HaloSeeker (halogenated compounds detection) or patRoon (NTS workflows and transformation products (TPs) findings), but others focused on crucial ways to improve NTS from a computational way (as peak detection, peak picking, use of profile mode, alternatives in data treatment or prioritization of selected compounds for fragmentation). The second session in the afternoon was about metabolomics, with Michael Witting as chair. Speakers were Prof. W. Dunn, G. Tinnevelt, A. Lommen and R. Poulsen. Different matters were explained and discussed as features optimization and grouping, acquisition ways and modes, data storage and optimization of the space of this data or chemometric approaches in metabolomics.

Tuesday 5th started with the very interesting Environmental analysis session, with Leon Barron as chairman. He was the first speaker, followed by I. Fettig, M. Astudillo-Pascual, M. J. Farre, J. Sanchis and R. Gil-Solsona. Very different aspects in diverse sample types were discussed, as to what extent data has to be public and shared to everyone (or not) in the scientific community, but also to the rest of the commu-

nity. Besides, biggest challenges of NTS in environmental samples, the importance of target-analysis or blank subtraction steps in specific cases were also discussed. In the afternoon, the next session about GC-MS and NTs in doping took place with Prof. Herbert Oberacher as chair. Prof. K. Jobst, A. Rebryk, V. Reinstadler, H. Oberacher and A. Thomas were the speakers and, initially, the discussion focused on the applicability of gas chromatography and how to adapt it to have more possibilities in NTS. Then, the discussion pointed out the difficulties that doping laboratories face and how NTS can help to identify new compounds and TPs of banned compounds, but also to retrospectively detect positives in old samples thanks to newly developed techniques.

After finishing the presentations, we had a guided tour around the city of Erding and the gala dinner afterwards.

Wednesday 6th started with Special chromatography meets NTS session with Jochen Tück as chair and the speakers were Prof. J. Quintana, K. Kochale, R. Romero-González and myself. We discussed among other things, different approaches of chromatography and which ones were ideal in special cases with NTS applicability, but also which were the best combinations to have an efficient separation of the wider range of compounds possible. After this session, the Ion mobility meets NTS session started, with Lubertus Bijlsma as chair and the first speaker followed by T. Causon, L. Belova and F. Menger. The presentations noted many advantages about ion mobility and especially its applicability in NTS, and the discussion focused on matrix-independence in ion mobility, how to use CSS values for common use and if somehow a standard methodology can be used to report these values. Afterwards, the foodomics session started with Elke Richling as chair and speaker, followed by A. Knolhoff and R. Nijssen. The session focused on how NTS can be applied for food safety applications, looking for food contaminants with both liquid and

gas chromatography, but also how workflows can be optimized for this purpose.

Thursday 7th was the last day of the conference, starting with Water analysis in NTS session, with Prof. Torsten Schmidt as chair and the first speaker, followed by Prof. C. Zwiener, R. Cunha, T. Köppe, G. Renner and M. Petri. This session was about some specific groups of compounds found in water, as PFAS or nitrosamines, but also to assess the big datasets in water analysis and how to standardize NTS processes. Afterwards, there was another very interesting session about NTS quality and tox transfer, with Herbert Oberacher as chair, and Prof. A. Kruve, S. Merel, S. Tisler, A. Sanchez Brotons, M. Sasse and C. Fisher as speakers. Many things were discussed in this long session, as quantification and toxicity prediction without standards, prioritization, toxicological examination, correction of matrix effects, and quality control strategies in NTS. To finish with the conference, it was said that it would happen again in 2023 and it would be held in Erding.

In summary, the conference time was very intense, with a big program condensed into three and a half days with plenty of high-quality sessions. Special mention about the quality of the posters in the congress that showed the big advances happening in NTS nowadays. I am so grateful for the opportunity to assist and present in this amazing congress, and I would like to encourage PhD students in the NTS field to assist in the next one in 2023. This opportunity would not have been possible without the travel support given by SECyTA, whom I would like to acknowledge and encourage to continue doing this great labor for its PhD students.

ADRIÀ SUNYER CALDÚ
Water, Environmental and Food
Chemistry (ENFOCHEM)
Environmental Chemistry Department
IDAEA (CSIC)

INFORMACIONES

EXTECH 2021 XXIII International Symposium on Advances in Extraction Technologies

The International Symposium on Advances in Extraction Technologies (ExTech) represents the major conference emphasizing new developments in sample preparation, analytical extraction, and sample cleanup techniques. This was the 23rd edition of a conference which started back in 1999 by Prof. Janusz Pawliszyn (University of Waterloo, Canada). Along this time, the congress has been annually held around the world. ExTech has become a unique and vital medium for the exchange of information and ideas in the growing field of sample preparation. This year it took place from 29th of June to 2nd of July in Alicante (Spain). The conference was extraordinarily co-organized by the University of Alicante and the University of Islas Baleares (both in Spain). Due to the COVID-19 pandemic situation worldwide, the conference was sadly held in a virtual format.

The schedule was organized in a three-day meeting, and it was divided into 14 talk sessions containing two plenary lectures, 16 keynote lectures, and 57 oral presentations. Concerning the poster sessions, there were 200 poster communications presented in 4 sessions. Furthermore, out of the total number of contributions, 19 talks and 129 poster communications were presented by young researchers. Additionally, there was an exhibition of the recent developments in analytical instrumentation. Indeed, 11 talks were given by specialists from companies sponsoring the event.

The communications presented in this conference dealt with different aspects of extraction topics (fundamental and trends in SPE/SPME, new extraction phases, new technologies, sample preparation, micro-extraction approaches) and a wide variety of applications (in material science, environmental, food control and analysis, biological, pharmaceutical, etc.). Therein, researchers had the opportunity to present, share and discuss their latest results with the rest of the participants. Several international renowned scientists composed the scientific committee, and the meeting was chaired by Dr. Lorena Vidal (University of Alicante, Spain) and Dr. Manuel Miró (University of Islas Baleares, Spain).

The ExTech 2021 started on Wednesday morning with an opening ceremony followed by three interesting keynotes focused on the fundamentals and trends in SPE/SPME conducted by specialists in the field: Stig

Pedersen-Bjergaard, Elia Psillakis, and Gangfeng Ouyang. In addition, two more sessions were carried out in the morning. Session II was mainly focused on extraction phases. It included a keynote on the application of zeolites in sample preparation by Antonio Canals and three oral communications on silica fiber fabrication, bisphenol evaluation, and silica polymer assays. Regarding Session III, it included eight oral communications by young researchers dealing with materials science, environmental, and food applications. The talks covered several topics such as organic pollutant extraction by LPME, cyanotoxin analysis by SPE-HILIC-MS/MS, new extraction methods in microalgae, application of eutectic solvents for the extraction of beverage active compounds, or pharmaceutical screening in sewage sludge, among others.

Then, in the afternoon, Session IV started with communications conducted by young researchers focused on sample preparation. Throughout these five short communications, several studies were presented, mainly based on microextraction techniques for environmental, food, clinical, or cosmetic analysis, including new materials for its application. Afterwards, Session V consisted of oral communications by specialists on extraction techniques, embracing a wide range of interesting topics related to biological and food analysis. In this presentation, the advantages of many extraction techniques were presented, not only the common solid-phase or micro solid-phase extraction but also many innovations and alternative procedures to improve the sample treatment step. Finally, the day ended with two plenary communications by Janusz Pawliszyn and Fabio Augusto. With them, the audience could learn about the fundamentals of microextraction techniques and their applications from two recognized specialists in this field. Poster sessions I and II were carried out at midday and the end of the day.

On Thursday, the day started with Session VII, which was focused on microextraction methodologies. This first session included a total of seven interventions, where the presence of Spanish speakers was truly remarkable. During the first three keynotes carried out, sustainability was one of the main topics. Then, three interesting communications of 15 minutes of duration each one and the last presentation by Bruker's Development Laboratory could be enjoyed

by attendees. After a short pause starting with a slight delay, six communications on sample preparation (EuChemS-DAC) belonging to session VIII were carried out. The first one also talked about green chemistry and was, therefore, more focused on sustainability. Some of the communications in this session were rearranged concerning the initially planned timetable. It is important to mention that the main sample type in which the sample preparation techniques exposed were focused on was environmental samples, while other applications such as biological samples were also mentioned. The poster session III took place at the end of the morning.

The afternoon continued with four fascinating communications that closed session IX. The talks covered topics as diverse as *in-situ* extraction, multi cumulative trapping HS-SPME, and the application of 3D printed structures or the polyamide-coated paper-based sorptive phase for sample treatment. Then, session X dedicated to clinical and biological analysis began. Here, Jared L. Anderson held a keynote on the high throughput nucleic acid sample preparation and analysis. Later, Anna Roszkowska presented SPME-based sample preparation strategies in the area, while Marcela A. Segundo highlighted the bead injection lab-on-valve automation for affinity separations. Two talks about the extraction of active compounds with toxicological interest in medicine closed the session. The session young researchers (session XI) dedicated to pharmaceutical and biological applications and included interesting presentations about diverse analytical methodologies to determine bioactive compounds, extract pharmaceuticals or asses contamination by cytotoxic, among other topics. The day concluded with the general session of posters III and IV.

The last day, Friday 2nd July, began with session XII focused on extraction technologies for organics. Two keynotes were devoted to microextraction techniques and four oral communications to show the potential of different strategies for the extraction of these compounds from various samples such as food, footwear

material and cigarettes samples. After a pause, session XIII dedicated to extraction phases (II) started mainly focused on the application of novel materials and polymers for the sample preparation of complex matrices. Then, poster sessions I, II, III and IV took place during one hour. The afternoon started with session XIV about environmental analysis. After a keynote about the analysis of microplastics in waters, different oral communications related to the extraction and analysis of environmental contaminants varying in their nature were presented. All of them emphasized the importance of controlling contaminants in order to protect the environment.

The Extech 2021 concluded with the closing lecture presented by Pablo Richter about Eco-efficient analytical methodologies using rotating-disk sorptive extraction. Afterwards, during the closing ceremony the Royal Society of Chemistry-Separation Science Group (RSC-SSG), EuChemS-DAC Sample Preparation Study Group and Network, Analytical and Bioanalytical Chemistry Journal (ABC)-Springer, Bruker and Gerstel awarded the best talk and five best poster communications presented by young researchers. Finally, all the participants were invited to the next Ex-Tech 2022 that will be held in Chile.

CAROLINA BELENGUER SAPIÑA

ENRIC PELLICER CASTELL

Department of Analytical Chemistry,
University of Valencia

LAURA MARTIN POZO

LAURA CARBONELL ROZAS

Department of Analytical Chemistry,
University of Granada

LAURA RUBIO LAREU

Department of Analytical Chemistry,
Nutrition and Food Science,
University of Santiago de Compostela



SCIEX 7500 System

Powered by SCIEX OS Software



GO **BEYOND**

GO BEYOND the current limits of sensitivity, productivity targets, ruggedness and robustness challenges. **GO BEYOND** with the SCIEX Triple Quad™ 7500 LC-MS/MS System – QTRAP® Ready.

SCIEX
The Power of Precision

CALENDARIO DE ACTIVIDADES

1. **HTC-17: 17th International Symposium on Hyphenated Techniques in Chromatography and Separation Technology**
26-28 de enero de 2022. Gante (Bélgica)
Co-chairs: **D. Cabooter, F. Lynen y S. Eeltink**
<https://htc-17.com/>
Edición presencial
2. **ILSEPT 2022: 5th International Conference on Ionic Liquids in Separation and Purification Technology**
27 de febrero-2 de marzo de 2022. Scottsdale (Arizona, EE.UU.)
Chairs: **J. Hallett y M. B. Shiflett**
<https://www.elsevier.com/events/conferences/international-conference-on-ionic-liquids-in-separation-and-purification-technology/about>
3. **2nd European Sample Preparation e-Conference (EuSP2022) and 1st Green and Sustainable Analytical Chemistry e-Conference (GSAC2022)**
14-16 de marzo de 2022
Co-chairs EnSP2022: **E. Psillakis y S. Pedersen-Bjergaard**
Co-Chairs GSAC2022: **C. Cordero, L. Mondello, J. Pawliszyn y E. Psillakis**
<https://www.sampleprep.tuc.gr/en/activities/eusp2022-gsac2022-e-conferences>
Edición online
4. **I Jornadas de Jóvenes Investigadores SEEM (I JJII-SEEM)**
24-25 de marzo de 2022. Miraflores de la Sierra (Madrid)
Secretaría técnica: **David Fabregat**
<http://www.e-seem.org/Reunion-Jovenes-SEEM/fabregad@uji.es>
5. **MSB 2022: 38th International Symposium on Microscale Separations and Bioanalysis**
3-6 de abril de 2022. Lieja (Bélgica)
Chairs: **M. Fillet y H. Ottevaere**
<https://www.msb2022-conference.org/>
6. **PREP 2022: 35th International Symposium on Preparative and Process Chromatography**
15-18 de mayo de 2022. Baltimore (Maryland, EE.UU.)
<http://www.prepsymposium.org/>
7. **SETAC Europe: 32nd Annual Meeting**
15-19 de mayo de 2022. Copenhague (Dinamarca)
Chair: **N. Cederegreen**
<https://europe2022.setac.org/>
Presencial + online
8. **HPLC 2022: 52nd International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques**
18-23 de junio de 2022. San Diego (California, EE.UU.)
Chair: **F. Svec**
<https://hplc2022.org/>
9. **IMSC 2022: International Mass Spectrometry Conference**
27 de agosto-2 de septiembre. Maastrich (Países Bajos)
Chairs: **A. Heck, R. Heeren y M. Wührer**
<https://www.imsc2022.com/>
10. **ISC 2022: 33rd International Symposium on Chromatography**
18-22 de septiembre de 2022. Budapest (Hungria)
Chair: **A. Felinger**
<http://isc2022.hu/>
11. **DIOXIN 2022: 42nd edition of the International Symposium on Halogenated Persistent Organic Pollutants**
9-14 de octubre de 2022. Nueva Orleans (Louisiana, EE.UU.)
Chair: **L. Lomniki y B. Gullett**
www.dioxin2022.org
12. **Metabolomics 2022: 18th International Conference of the Metabolomics Society**
19-23 de junio de 2022. Valencia (España)
Chairs: **A. Granell y N. Giaolourou**
<https://www.metabolomics2022.org/>

NUEVAS TESIS DOCTORALES



Enantiodeterminación de catinonas en orina mediante electroforesis capilar

Autor: **Albert Pérez Alcaraz**

Directoras: Prof. Carme Aguilar Anguera y Prof. Marta Calull Blanch

Grupo de investigación "Cromatografía. Aplicaciones Medioambientales (CROMA)", Departamento de Química Analítica i Química Orgánica, Facultad de Química
Universitat Rovira i Virgili, 16 de julio del 2021.

Resumen:

En los últimos años ha aumentado el consumo de derivados sintéticos de la catinona, un alcaloide que se encuentra de forma natural en las hojas del *khat*, ya que representan una alternativa más asequible y accesible respecto a otras drogas ilícitas más conocidas como por ejemplo las anfetaminas. Despues de ser consumidos, estos compuestos se pueden encontrar en el organismo, ya sea metabolizados o en su forma pura, a bajas concentraciones. Por lo tanto, suelen ser necesarios métodos analíticos altamente sensibles para determinar estas sustancias en diferentes muestras biológicas como: sangre, cabello, saliva o, más comúnmente, orina.

Cabe remarcar, que las catinonas presentan un centro quiral y, por tanto, se pueden encontrar en dos formas enantioméricas (*R* y *S*). Cada enantiómero puede presentar un comportamiento farmacocinético y farmacodinámico diferente y, por tanto, tener diferentes efectos en el organismo. Además, conocer la proporción de cada enantiómero puede aportar información útil sobre la ruta sintética seguida para la obtención de las catinonas analizadas, ayudando de este modo a rastrear su producción. Por estas razones, la enantiodeterminación de las catinonas sintéticas puede ser de gran utilidad. En este sentido, la electroforesis capilar es una técnica muy adecuada para este propósito, ya que la separación enantiomérica se puede lograr simplemente agregando un selector quiral en el electrolito de separación. Sin embargo, a pesar de esta y otras conocidas ventajas de esta técnica analítica, una de sus principales limitaciones es su baja sensibilidad, especialmente cuando se combina con la detección ultravioleta-visible. Para superar esta problemática, en la bibliografía podemos encontrar referencias al uso de diferentes estrategias de preconcentración en línea las cuales permiten la obtención de factores de preconcentración elevados.

Ante lo expuesto anteriormente, en esta Tesis Doctoral se han desarrollado metodologías basadas en la técnica de electroforesis capilar para la enantiodeterminación de catinonas en muestras de orina. Además, con la finalidad de alcanzar los bajos niveles de concentración a los que generalmente se pueden encontrar estas sustancias en esta matriz, del orden de ng/mL, se han evaluado diferentes estrategias de preconcentración en línea. En concreto, se han evaluado tanto técnicas de preconcentración basadas en principios cromatográficos como el acoplamiento en línea entre la extracción en fase sólida y la electroforesis capilar (*in-line SPE-CE*), ya sea en combinación con un detector de ultravioleta-visible o con un espectrómetro de masas, como técnicas de preconcentración basadas en principios electroforéticos. De estas últimas se han estudiado dos técnicas que involucran la inyección electrocinética de la muestra, concretamente la técnica de *field-amplified sample injection* (FASI) y la técnica de *electrokinetic supercharging* (EKS). Todas estas metodologías han sido validadas con éxito, demostrando así su potencial para aplicaciones toxicológicas y forenses.



"Nuevas estrategias analíticas para la determinación de residuos de insecticidas y alcaloides ergóticos en muestras ambientales y alimentarias"

Autora: **Laura Carbonell Rozas**

Directores: Dra. Ana M.ª García Campaña y Dr. Francisco J. Lara Vargas.

Grupo FQM 302-“Calidad en Química Analítica Alimentaria, Ambiental y Clínica”, Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias

Universidad de Granada-22 de noviembre de 2021

Resumen:

En esta Tesis se han propuesto nuevas estrategias analíticas como alternativas eficientes para la determinación de compuestos considerados como agentes de riesgo químico de gran importancia en seguridad alimentaria y medioambiental. Por un lado, se han considerado insecticidas como los neonicotinoides (NNIs), el fipronil (FPN) y sus metabolitos (FPN-sulfuro, FPN-sulfona), así como el fungicida boscalid (BCL), los cuales han sido relacionados con el trastorno de colapso de colonias apícolas (CCD). Igualmente, se han considerado los alcaloides ergóticos del cornezuelo del centeno (EAs) que son micotoxinas producidas principalmente por hongos del género *Claviceps* que parasitan y contaminan los cereales. La Unión Europea ha establecido nuevas limitaciones en cuanto al uso de estos insecticidas revisando los límites máximos de residuo (LMRs) en un gran número de productos alimenticios, así como ha modificado recientemente la ingesta diaria tolerable de esclerocios del cornezuelo de centeno, estableciendo por primera vez en este año contenidos máximos de EAs en cereales.

Considerando esta problemática y la legislación vigente, en esta Tesis se han evaluado diferentes plataformas analíticas para la determinación de estos compuestos en muestras de interés. Para ello se han usado técnicas de separación miniaturizadas y eficaces como la electroforesis capilar (CE), la cromatografía líquida capilar (CLC) y UHPLC, que proporcionan un menor consumo de disolventes y tiempo de análisis en comparación con los métodos LC tradicionales. Además de la detección UV-Vis, se ha considerado la espectrometría de masas (MS) acoplada a CE y a UHPLC y se ha evaluado la incorporación de la espectrometría de movilidad iónica (IMS) en su modalidad de onda progresiva (TWIMS) a un flujo de trabajo basado en LC-MS-TOF para proporcionar información complementaria a los espectros de masas y el tiempo de retención mediante la denominada “sección transversal de colisión” (CCS). Es importante destacar que en esta Tesis se presenta por primera vez la aplicación de CLC y el uso de la cromatografía capilar electrocinética micelar (MEKC) acoplada a MS/MS para la determinación de NNIs. Además, es la primera vez que los principales EAs se han caracterizado en términos de su CCS. Igualmente, se han propuesto novedosos tratamientos de muestra que involucran diferentes metodologías de preconcentración *on-line* y *off-line* y técnicas de extracción miniaturizadas, las cuales han permitido mejorar la sensibilidad y la eficiencia de la extracción en matrices complejas.

NUEVAS TESIS DOCTORALES



"Analytical Strategies for sample preparation using novel materials"

Autora: **María Idaira Pacheco Fernández**

Directores: Dra. Verónica Pino Estévez y Dr. Juan H. Ayala Díaz

Grupo de investigación Materials for Chemical Analysis (MAT4LL)

Universidad de La Laguna, 19 de marzo de 2021

Resumen:

En esta Tesis Doctoral, se evaluó la utilización de líquidos iónicos (ILs), sus polímeros (PILs) y redes metal-orgánicas (MOFs) como materiales de extracción en una gran variedad de aplicaciones al análisis de muestras complejas y utilizando técnicas de microextracción. De entre todas las técnicas que existen, se utilizó la microextracción líquido-líquido dispersiva (DLLME) y la microextracción en fase sólida (SPME) debido a la simplicidad, rapidez y alta capacidad de preconcentración que presentan.

Con respecto a las estrategias de la DLLME, se hizo uso de diferentes ILs hidrofílicos sintetizados con el catión monoalquilguanidinio y el anión cloruro. Se comprobó su baja citotoxicidad, así como las propiedades tensioactivas de los ILs con los sustituyentes alquílicos más largos. El uso de ILs hidrofílicos, como disolventes de extracción, mejora la dispersión y la eficacia de extracción en la DLLME. En las primeras aplicaciones, se utilizó una reacción de metátesis para intercambiar el anión del IL y obtener una microgota de IL hidrofóbico donde quedan retenidos y preconcentrados los analitos de interés. Con el objetivo de mejorar la sostenibilidad del método, se utilizó asimismo NaClO_4 como agente de intercambio, logrando así incrementar la sostenibilidad del método. Además, también se desarrolló un método de microextracción basado en un sistema bifásico acuoso formado por agua, el IL y K_3PO_4 , y en el que la insolubilización del IL se lleva a cabo por el efecto salino que induce la sal. El conjunto de aplicaciones de la DLLME desarrolladas en esta Tesis Doctoral muestra un incremento creciente de los aspectos sostenibles, aplicándose con éxito en la determinación de productos de cuidado personal en cosméticos, biomarcadores en orina, y metales pesados e hidrocarburos aromáticos policíclicos en aguas de interés medioambiental.

Con respecto a la SPME, se utilizaron diferentes materiales como recubrimientos. En las primeras aplicaciones, se emplearon PILs entrecruzados para la preparación de fibras y capilares. La funcionalización de los ILs utilizados como monómeros permitió la obtención de recubrimientos selectivos para una gran variedad de compuestos. Así, las fibras recubiertas con PILs, que contenían grupos aromáticos y aniones con una elevada basicidad por enlaces de hidrógeno, presentaron mayor capacidad de extracción para los analitos más polares. Por su parte, las fibras preparadas con ILs zwiteriónicos presentaron menor efecto matriz en comparación con los recubrimientos comerciales de SPME para la determinación de ácidos grasos de cadena corta. Además, los capilares de SPME recubiertos con PILs funcionalizados con grupos carboxílicos presentaron resultados prometedores para la extracción de ADN. Por último, se utilizó el MOF CIM-80(Al) para preparar una fibra de SPME sin ningún componente adicional y mediante un proceso sostenible y simple. Considerando la alta estabilidad del MOF, la fibra se utilizó para el análisis de muestras acuosas complejas, tales como orina y café, y la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos en este tipo de muestras proporcionó resultados comparables a los obtenidos con fibras comerciales.

Todos los métodos de microextracción desarrollados se optimizaron y validaron en combinación con técnicas cromatográficas y espectroscópicas. Asimismo, demostraron ser herramientas útiles para el análisis de muestras medioambientales, agroalimentarias y biológicas, proporcionando resultados analíticos satisfactorios, lo que permitió la determinación de los analitos de interés a bajos niveles de concentración.

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

ARTÍCULOS DE INTERÉS

Química Analítica Verde (II). Nuevas técnicas avanzadas de extracción de compuestos bioactivos basadas en el uso de disolventes eutécticos profundos

Ya se han comentado en el volumen 42 número 1 de esta revista las ventajas del empleo de los disolventes eutécticos profundos (NADES) frente a los disolventes orgánicos volátiles para el desarrollo de metodologías de preparación de muestra más seguras y respetuosas con el medio ambiente. Su combinación con técnicas de extracción miniaturizadas ha despertado un gran interés para la extracción de contaminantes de diferente naturaleza de matrices ambientales y alimentarias. En este mismo sentido, otro gran campo de aplicación de estos nuevos disolventes es el de la extracción de compuestos bioactivos a partir de alimentos o plantas, tanto previo a su análisis como para su posible uso como ingredientes funcionales.

En los últimos años han surgido numerosas aplicaciones de estos disolventes alternativos, sobre todo en su versión más ecológica y sostenible, como son los NADES, disolventes eutécticos profundos naturales, fabricados exclusivamente con metabolitos primarios de origen natural como aminoácidos, ácidos orgánicos, azúcares, derivados de colina, etc. Por otra parte, son numerosos los antecedentes científicos que avalan las ventajas de las técnicas de extracción avanzadas, como la extracción asistida por microondas (MAE) o por ultrasonidos (UAE) y la extracción con líquidos presurizados (PLE), en comparación con procedimientos convencionales para la extracción de compuestos bioactivos a partir de matrices vegetales. Por tanto, en los últimos años han surgido múltiples aplicaciones que consideran la combinación de estas técnicas de extracción junto con el empleo de NADES para la obtención de compuestos bioactivos. El hecho de que los NADES tengan nula o baja toxicidad, su gran biodegradabilidad y su económico precio hacen augurar un futuro prometedor para estos disolventes, pudiendo ser ampliamente utilizados no solo en la industria alimentaria, sino también en otros ámbitos como pueden ser la industria cosmética.

A continuación, se resumen tres artículos que emplean NADES en combinación con técnicas avanzadas de extracción para la obtención de compuestos bioactivos de distinta naturaleza.

Natural deep eutectic solvents and ultrasound-assisted extraction: Green approaches for extraction of wine lees anthocyanins

T. Bosiljkov, F. Dujmić, Marina Cvjetko Bubalo, J. Hribar, R. Vidrih, M. Brnčić, E. Zlatić, I. R. Redovniković, S. Jokić. Food and Bioproducts Processing, 2017, 102, 195-203.

En este trabajo los autores llevan a cabo un estudio para la extracción de antocianinas a partir de las lías del vino (subproducto de su elaboración), mediante UAE empleando NADES.

Los autores prepararon distintos NADES mediante calentamiento a 80 °C y agitación entre 2 y 6 h, utilizando como acceptor de puentes de hidrógeno (HBA) cloruro de colina (ClCh) y diferentes donadores (HBD) como ácido cítrico (Cit), ácido málico (Ma), ácido oxálico (Oa), glucosa (Glc), fructosa (Fru), xilosa (Xyl) y glicerol (Gly). Los resultados se compararon con los obtenidos mediante una disolución de etanol-agua ligeramente acidificada. La extracción por ultrasonidos se llevó a cabo en un baño a 37 kHz de frecuencia y 35 °C y las antocianinas extraídas se analizaron mediante HPLC-DAD a una longitud de onda de 520 nm, mientras que la identificación se confirmó mediante HPLC-MS.

Los resultados obtenidos mostraron que los NADES compuestos por ácidos orgánicos como HBD presentaron los mejores rendimientos en la extracción de antocianinas, mientras que los basados en azúcares y alcoholes presentaron rendimientos similares a la extracción realizada con la disolución acidificada de etanol-agua. El NADES ClChMa fue el más eficaz para la extracción de antocianinas de las lías del vino seguido por ClChOa y ClChCit.

Para seleccionar las condiciones óptimas de extracción se llevó a cabo un diseño de experimentos en el que se modificó el contenido en agua de los NADES, el tiempo de extracción y la potencia de los ultrasonidos. Las condiciones óptimas que maximizaban la extracción de antocianinas totales y glicosiladas (an-

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

tocianin-3-O-monoglucósidos y antocianin-3-(6-O-p-cumaroil)monoglucósidos) fueron: tiempo de extracción 30,6 min, potencia ultrasonidos 341,5 w y contenido de agua del NADES 35,4% (v/v).

Esta metodología permitió mejorar el rendimiento del proceso de extracción respecto al conseguido con disolventes convencionales (6,42 mg g⁻¹ frente a 4,5 mg g⁻¹ peso seco de antocianinas), reduciendo el impacto ambiental del mismo. Los autores destacan la importancia de la optimización del contenido en agua de los NADES como parámetro clave en el proceso.

Microwave-assisted extraction of soluble sugars from banana puree with natural deep eutectic solvents (NADES)

Analia Veronica Gomez, Carmen Cecilia Tadini, Atanu Biswas, Megan Buttrum, Sanghoon Kim, Veera M. Boddu, H. N. Cheng. *LWT - Food Science and Technology*, 2019, 107, 79-88.

Las bananas maduras son una fuente rica en polisacáridos distintos del almidón que pueden utilizarse como ingredientes funcionales. Sin embargo, uno de los problemas para su empleo es conseguir una separación selectiva entre estos carbohidratos y otros azúcares solubles que se encuentran en gran cantidad en estos productos. Por tanto, el objetivo de este trabajo fue conseguir una extracción selectiva de los azúcares solubles a partir de puré de banana madura con el fin de obtener polisacáridos purificados empleando MAE como técnica de extracción y NADES como disolvente. Los resultados se compararon con los obtenidos mediante el empleo de disolventes alcohólicos como método de extracción de referencia.

Los autores diferencian dos etapas en su trabajo: una consistente en la identificación del NADES más adecuado para la extracción y otra en la optimización de la extracción por MAE empleando el disolvente elegido.

Las muestras, adquiridas a proveedor local, fueron tratadas con una solución de ácido cítrico y trituradas hasta conseguir un puré. Se evaluaron 30 NADES compuestos por ClCh, Glc, Fru y b-alanina (b-Ala) como aceptores de puentes de hidrógeno y Cit, Ma, tartárico (Tar), Oa, glutámico (Glut) y láctico (Lac), Glc y Fru como donadores en diferentes proporciones, porcentajes de agua, tiempos y temperaturas de preparación. Entre ellos, se seleccionaron 4 (los compuestos por ácido Cit: b-Ala, Cit: ChCl, Mal: b-Ala y Ma:

ChCl) como disolventes más apropiados para la extracción de los azúcares solubles de puré de banana. Los NADES que contenían glucosa y fructosa fueron directamente descartados debido a la dificultad que supondría la determinación de los azúcares de interés.

Las muestras de puré de banana (3 g) se sometieron a un proceso de extracción por MAE empleando los NADES seleccionados (30 g) a diferentes temperaturas (25, 50, 70 °C), tiempos (5, 15, 30 min), y cantidades de agua (30, 40, 50 g 100 g⁻¹). Los azúcares totales fueron determinados por el método del fenol-sulfúrico.

Los efectos de la temperatura y el tiempo de extracción, así como la cantidad de agua añadida a los NADES durante la extracción por microondas fueron evaluados mediante diseño experimental. De los cuatro NADES seleccionados previamente, el NADES compuesto por ácido Mal: b-Ala (1:1) con 30 g 100 g⁻¹ de agua fue el que resultó ser más eficaz para la extracción selectiva de azúcares solubles empleando MAE a 25 °C durante 30 min. Además, los 4 NADES seleccionados permitieron obtener rendimientos de extracción más altos que mediante un disolvente convencional basado en etanol-agua.

Este trabajo muestra el potencial de los NADES como disolventes medioambientalmente limpios para la extracción de azúcares solubles.

Three-stage microwave extraction of cumin (*Cuminum cyminum* L.) seed essential oil with natural deep eutectic solvents

Yiping Zhao, Peng Wang, Wei Zheng, Guowei Yu, Zuguang Li, Yuanbin She, Mawrong Lee. *Industrial Crops & Products*, 2019, 140, 111660.

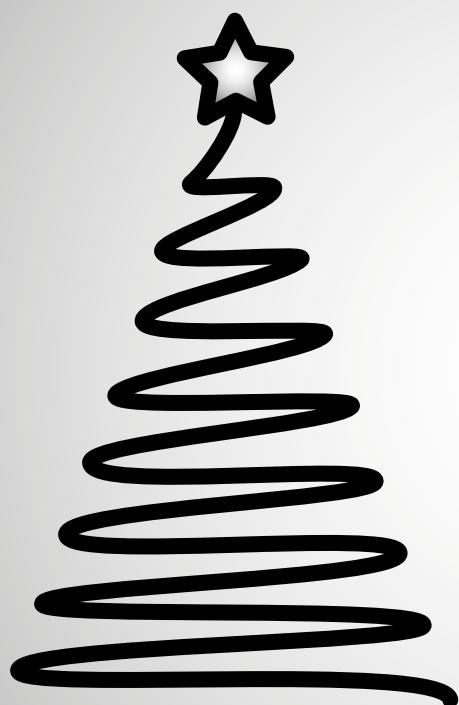
El objetivo de los autores en este trabajo es desarrollar un método para la extracción de aceites esenciales de la semilla de comino mediante un pretratamiento por microondas (MA) empleando NADES como disolvente acoplado a hidrodestilación por microondas (MA-NADES-MHD). Con el uso de los NADES como disolventes se pretende alcanzar un mayor rendimiento de extracción de los aceites esenciales, ya que estos disolventes poseen una mayor capacidad de absorción de las microondas comparado con el agua y además permiten disolver la celulosa de la pared celular de las plantas y así liberar sus componentes de una forma más eficaz. Los resultados obtenidos mediante esta técnica se compararon con los alcanzados mediante

hidrodestilación por microondas (MHD) y extracción asistida por ultrasonidos empleando NADES como pretratamiento combinado con MHD.

Las muestras de semillas de comino previamente secadas, fueron pulverizadas y tamizadas. Se emplearon un total de 15 NADES compuestos por ChCl, prolína (Pr) y sacarosa (Sac) como aceptores de puentes de hidrógeno y Fru, Glc, Lac y Pr como donadores, en diferentes proporciones. El método por MA-NADES-MHD se llevó a cabo en tres etapas, optimizándose cada una de ellas y seleccionándose como óptimas las siguientes condiciones: (i) en la etapa de pretratamiento, la mezcla de polvo de comino y el NADES mezclados en una proporción líquido-sólido 6:1 (g/g), se trataron con microondas (600 W) a 90 °C durante 4 min; (ii) la segunda etapa consistió en un calentamiento rápido añadiendo agua desionizada y empleando la misma potencia de microondas a 110 °C durante 5 min; (iii) finalmente, se llevó a cabo la hidrodestilación (300 W, 110 °C, 30 min), separándose así la fase acuosa de los aceites esenciales que fueron analizados por GC-MS.

Entre todos los NADES evaluados, el constituido por ChCl:Lac en relación molar 1:3 con 40% H₂O (g/g) fue el que mostró un mayor rendimiento de extracción de los aceites esenciales. Una vez seleccionado el NADES más adecuado las muestras de semillas de comino se sometieron a las tres técnicas de extracción a comparar. En los aceites esenciales obtenidos se identificaron un total de 87 compuestos, de los cuales 45, 48 y 58 fueron identificados usando MHD, UA-NADES-MHD y MA-NADES-MHD, respectivamente. Además, en general, la técnica MA-NADES-MHD permitió obtener un mayor rendimiento de extracción de aceites esenciales (2,2% frente a 1,13% de NADES-MHD and 1,57% de UA-NADES-MHD). En conclusión, el empleo de las microondas con NADES presenta un impacto significativo en la extracción de aceites esenciales a partir de semillas de comino, pudiéndose utilizar con fines similares para otras matrices vegetales.

SERGIO RIVAS BLAS
Dpto. Análisis Instrumental y Química Ambiental,
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)



*El Comité Editorial del Boletín
os desea un Feliz 2022, lleno
de venturas y aventuras
cromatográficas (y afines),
y en el que la contribución
de todos los socios haga del Boletín
un foro de encuentro
y participación cada vez más
interesante.*



EMPRESAS colaboradoras

PROTECTORAS

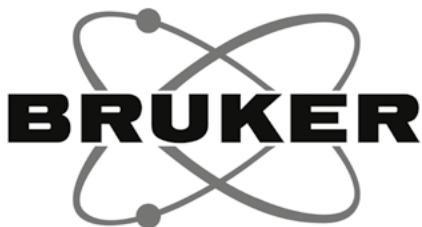
- AGILENT TECHNOLOGIES SPAIN, S.L.
Parque Empresarial Alvia
José Echegaray, 8. Edif. 3, Planta 1.^a
28232 LAS ROZAS (Madrid)
- BRUKER ESPAÑOLA, S.A.
Avda. Marie Curie, 5
Edificio Alfa – Pta. Baja
(Parque Empresarial Rivas Futura)
28529 RIVAS-VACIAMADRID
(Madrid)
- PERKIN ELMER ESPAÑA, S.L.
Avda. de los Encuartes, 19
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- SCIEX SPAIN, S.L.
Valgrande, 8
Edificio Thanworth II, Nave B1A
28108 ALCOBENDAS (Madrid)
- TEKNOKROMA ANALÍTICA, S.A.
Camí de Can Calders, 14
08173 SANT CUGAT DEL VALLES (Barcelona)
- THERMO FISHER SCIENTIFIC
Avda. de la Vega, n.^o 1. Edif. 1 Planta 4
28108 ALCOBENDAS (Madrid)
- WATERS CROMATOGRAFÍA, S.A.
Ronda Can Fatjó, 7-A
Parc Tecnologic del Vallès
08290 CERDANYOLA DEL VALLÈS (Barcelona)

ASOCIADAS

- INGENIERÍA ANALÍTICA, S.L.
Avda. Cerdanyola, 73
08172 SANT CUGAT DEL VALLÈS (Barcelona)
- IZASA SCIENTIFIC, S.L.U.
Plaza de Europa, 21-23
08908 L'HOSPITALET DE LLOBREGAT (Barcelona)
- LECO INSTRUMENTOS, S.L.
Avda. de la Industria, 43
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- SCION INSTRUMENTS IBÉRICA
Forjadores, 16
28660 BOADILLA DEL MONTE (Madrid)
- SYMTA, S.L.L.
San Máximo, 31
28041 MADRID
- SCHARLAB, S.L.
Gato Pérez, 33
Polígono Industrial Mas D'en Cisa
08181 SENTMENAT (Barcelona)
- SUGELABOR
Sicilia, 36
28038 MADRID



NOTAS TÉCNICAS



En la actualidad, en todos los campos de aplicación se están considerando y utilizando sistemas de alta resolución QTOF en aplicaciones analíticas que requieren alta sensibilidad. Pero, también, sabemos todos que todavía faltaba un poco para conseguir tener las prestaciones que muchas de las aplicaciones actuales demandan, como en análisis medioambientales, alimentación, metabolómica y toxicología, donde necesitamos tener un plus de sensibilidad.

A pesar de las mejoras que se han incorporado en los sistemas QTOF, como el diseño de un solo reflector para el trabajo en "Full Sensitivity Resolution" (FSR), o más recientemente la trampa de movilidad iónica "tims", que han supuesto un avance importante en sensibilidad manteniendo las prestaciones de alta resolución, todavía quedaba un paso más para llegar a satisfacer los requerimientos de algunas aplicaciones.

Hasta ahora en esos casos solíamos recurrir a la combinación de varias tecnologías, especialmente sistemas de Triple Cuadrupolo que, hasta ahora, todavía ofrecían alguna ventaja en términos de límites de cuantificación y detección. En la mayoría de esos casos con ese planteamiento nos veíamos obligados a renunciar a la mayor parte de la información, a los flujos de trabajo no dirigidos, teniéndonos que concentrar exclusivamente en los análisis "target", con

BRUKER DA EL SALTO DEFINITIVO EN SENSIBILIDAD PARA QTOF

¡Por fin un QTOF con sensibilidad similar a un Triple Cuadrupolo!

cierta pérdida de eficacia y un indudable coste adicional en tiempo, operatividad e información.

El avance en sensibilidad que todos estábamos esperando

Recientemente, Bruker ha presentado un nuevo sistema que va a revolucionar las prestaciones en sensibilidad de los nuevos QTOF, e incluso de los existentes, dando lugar a la siguiente generación de sistemas QTOF en cuanto a sensibilidad. La nueva fuente **VIP-HESI** es una evolución del excelente y contrastado diseño que se ha venido utilizando en el sistema EVOQ y aporta una serie de ventajas importantes para múltiples aplicaciones, donde la sensibilidad es clave.

Su diseño innovador no solo proporciona una máxima eficacia de ionización, con una máxima sensibilidad, sino que también garantiza la ausencia de degradación térmica en moléculas lábiles, gracias a su diseño de aislamiento a vacío, que únicamente transfiere la temperatura a la parte final del nebulizador. Proporciona también una excelente robustez en cualquier matriz real, contrastada en los sistemas EVOQ. Todo ello, con un mínimo mantenimiento gracias a su extracción activa.

Por si fuera poco, además, en su diseño se integra la posibilidad del trabajo en HESI y APCI, cambiando de forma muy sencilla la configuración de la fuente, aportando un plus de versatilidad realmente destacable.

Con la incorporación de esta fuente, se consigue una mejora de sensibilidad entre 5 y 15 veces para prácticamente cualquier flujo de trabajo y para la mayoría de los compuestos analizados. Especialmente, cuando la determinación se realiza en matrices complejas, se multiplican los beneficios para conseguir una señal óptima, con la máxima selectividad que ofrecen los sistemas de alta resolución de Bruker, tanto QTOF como timsTOF.

El acoplamiento de esta fuente de máxima eficacia convierte a cualquier sistema QTOF o timsTOF Bruker en el sistema de alta resolución de mejores prestaciones en sensibilidad disponible hoy día.

NOTAS TÉCNICAS

Para cualquier aplicación

Esa mejora de sensibilidad es interesante prácticamente en cualquier aplicación, porque incluso aunque no sea un requisito, poder trabajar con menos cantidad de muestra y matriz, siempre es una ventaja incluso a la hora de evitar suciedad. Pero, evidentemente, hay algunas aplicaciones que se beneficiarán especialmente, destacándose algunas de las mostradas a continuación:

Drogas de abuso en pelo

El análisis de drogas de abuso o veterinarias en pelo tiene un gran interés toxicológico, pero siempre se ha visto dificultado por sus requerimientos en cuanto a sensibilidad. Las ventajas respecto al muestreo y el seguimiento temporal de la ingesta, entre otras, son claras. Si además añadimos ahora las ventajas inherentes al trabajo en alta resolución como el barrido completo de sustancias, la selectividad, la capacidad de identificación y el análisis retrospectivo, se convierte en una herramienta realmente imbatible. En la Figura 1 se puede ver el ejemplo del análisis y cuantificación de 0,3 pg/mL de cocaína en pelo, aplicación disponible para su puesta en marcha en cualquier laboratorio de forma eficaz y con extraordinaria sensibilidad.

Drogas en orina

La ganancia en sensibilidad permite por primera vez combinar un barrido completo de drogas y otros compuestos de interés biológico, aprovechando todas las

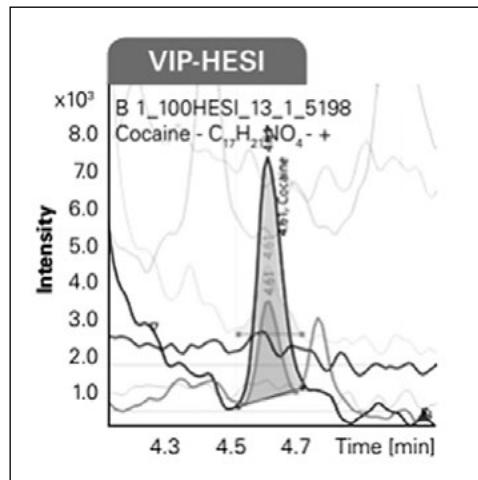


Figura 1. Cuantificación de 0,3 pg/mL de cocaína en pelo mediante cualificadores, con una mejora en sensibilidad de más de 15 veces respecto a otros sistemas.

ventajas del **QTOF Impact II**, por ejemplo, pudiendo incorporar un número de compuestos virtualmente ilimitado —no con las limitaciones actuales de cualquier triple cuadrupolo—, sin sacrificar sensibilidad en ningún momento (Fig. 2). La mejora en sensibilidad nos permite también facilitar la preparación de muestra, disminuir el volumen inyectado y, por tanto, el residuo que puede quedar dentro del sistema. El diseño de la fuente VIP-HESI, especialmente concebido para matrices complejas, ofrece una robustez extraordinaria manteniendo una excelente estabilidad para más de 1000 inyecciones de orinas.

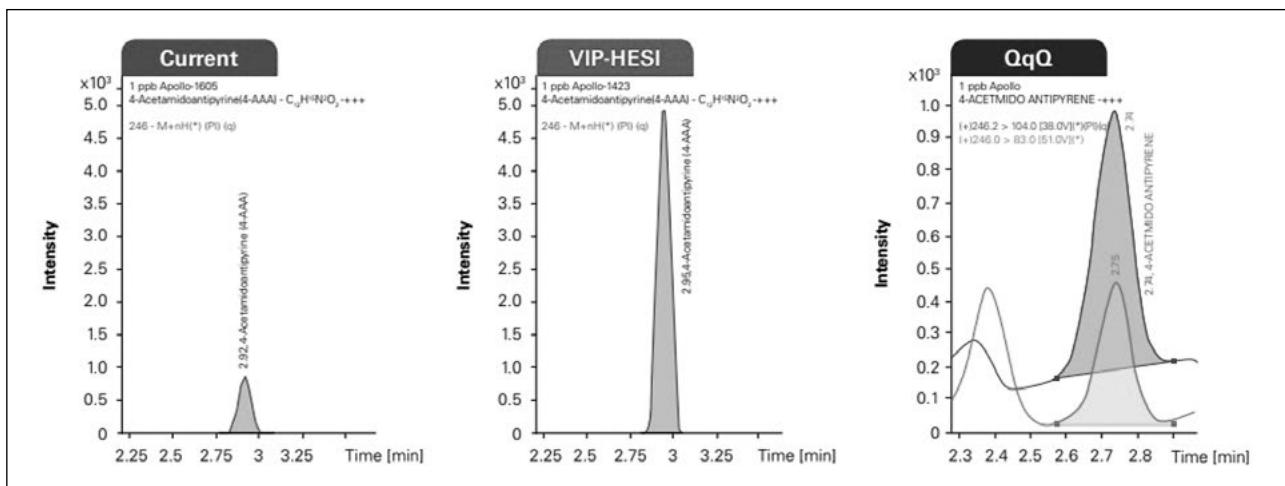


Figura 2. Comparación de señales cromatográficas para 1 ppb de 4-Acetamidoantipyrine (4-AA), entre las distintas fuentes. En la comparación entre el triple Cuadrupolo (QqQ), y la VIP-HESI en QTOF Impact II, destaca el aumento de señal pero, especialmente, la ausencia de ruido, lo que todavía potencia más la relación señal/ruido y la sensibilidad efectiva. Ofrece una ganancia media típica de unas 5 veces en cuanto a sensibilidad.

Barridos ultrarrápidos de residuos y plaguicidas en vegetales

Por distintas razones, los barridos masivos de residuos, especialmente de plaguicidas, en cualquier matriz son cada vez más exigentes. Su determinación en matrices vegetales lleva asociados retos importantes de preparación y limpieza de la matriz, unidos al requerimiento de cada vez menores límites de cuantificación.

La nueva VIP-HESI ofrece una nueva perspectiva y solución a estos retos. En el caso de matrices vegetales, como se puede ver en la Fig. 3, podemos combinar la excelente eficacia de la fuente para mejorar la

señal y la selectividad, en este caso no sólo del QTOF, sino de la trampa de movilidad iónica timsTOF, para rediseñar un método de “screening” rápido en menos de cinco minutos, para cientos/miles de compuestos (en estos QTOF no existe limitación de número de compuestos), incluso en matrices tan complejas como la cebolla. En este caso aprovechamos también la selectividad única que nos ofrece el sistema **timsTOF** para acumular y analizar en tiempo real la movilidad iónica de múltiples iones, obteniendo simultáneamente el cromatograma, movilograma, espectro de MS y MS/MS, con una selectividad y sensibilidad inigualables. Los análisis completos de residuos a alta sensibilidad, en 5 minutos y con miles de compuestos ya son realidad con este sistema (Fig. 4).

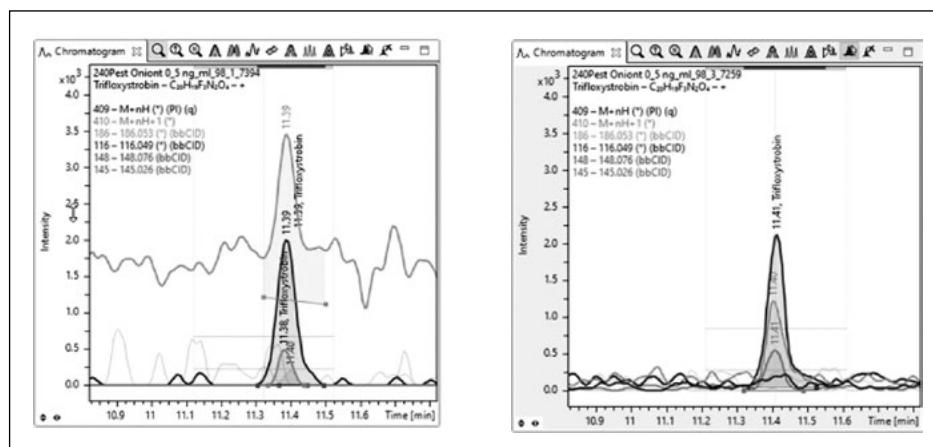


Figura 3. Análisis de Trifloxystrobin en matriz de cebolla, a nivel de 0,5 ng/mL Comparación de la señal obtenida sin utilizar la trampa de movilidad iónica tims OFF, a la izquierda, con la señal obtenida, con la trampa de movilidad tims ON. Se puede apreciar claramente la ganancia en selectividad con la eliminación de ruido de fondo, determinando con mejor precisión los distintos fragmentos de confirmación, y mejorando los niveles de relación señal/ruido.

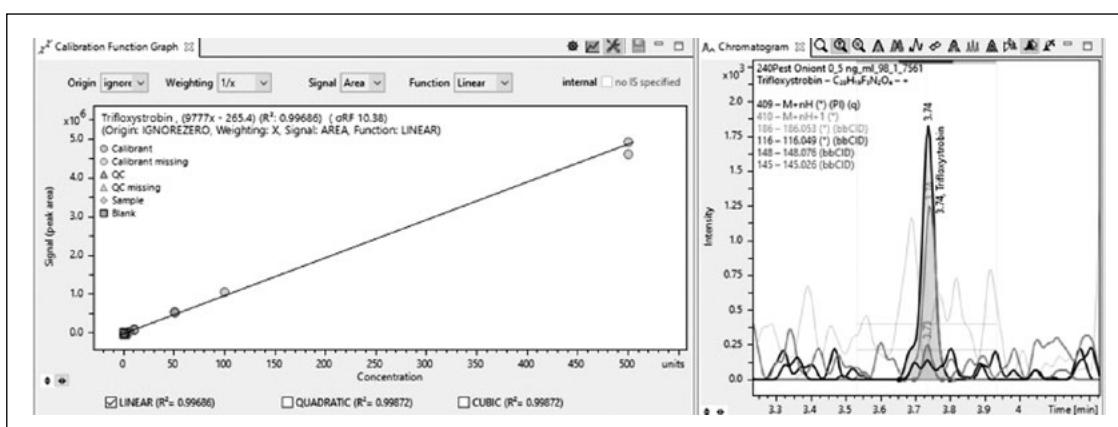


Figura 4. Análisis de Trifloxystrobin en matriz de cebolla a nivel de 0,5 ng/mL. Método optimizado a 5 minutos totales de análisis, con timsTOF, donde se aprecia claramente la ganancia en velocidad/productividad, junto con la excelente sensibilidad y selectividad obtenidas en matrices complejas.

NOTAS TÉCNICAS

Contaminantes en aguas

Los barridos de contaminantes, plaguicidas y otros compuestos en aguas, son claramente uno de los campos de aplicación que más se van a beneficiar de este nuevo avance, ya que en todos los casos necesitamos ofrecer una máxima sensibilidad, porque la legislación nos obliga a ello. Aunque hasta ahora hemos estado utilizando distintas estrategias para evitar ese problema —inyección de grandes volúmenes, pre-concentración online, etc.— todas ellas tienen algunas limitaciones y no siempre son aplicables cuando las matrices no son estrictamente limpias. Por fin tenemos una solución para hacer barridos y análisis cuantitativos de múltiples compuestos con máxima sensibilidad, alcanzando los límites requeridos por la legislación de forma directa con los sistemas QTOF como Impact II, con análisis retrospectivos, seguimiento de marcadores, análisis “dirigido” y “no dirigido”, todo ello integrado en el mismo equipamiento y con similar metodología (Fig. 5).

Análisis de PFAS, combinando VIP-HESI y TIMS

Es conocido por todos que en los análisis de PFAS, el gran número de isómeros presentes complica mucho la identificación de cada uno de los componentes y su cuantificación. El uso de la tecnología de trampa de movilidad iónica en el timsTOF de Bruker para este tipo de análisis ya ha sido descrito en estas mismas páginas [Ver última edición 2020]. La combinación con la VIP-HESI ofrece una mejora excepcional, al sumar a la ya excelente selectividad del sistema timsTOF

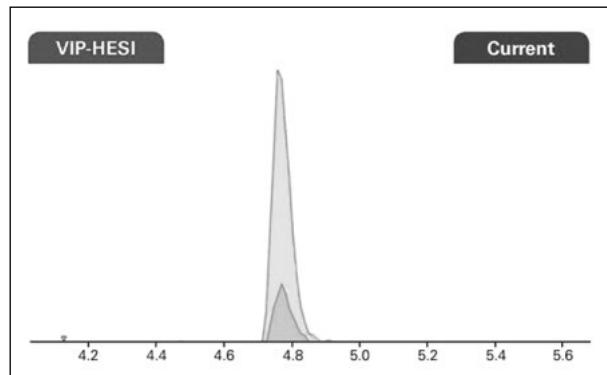


Figura 5. Superposición de la señal de la nueva VIP-HESI respecto a la fuente tradicional del QTOF. Supone una mejora media de unas 8 veces mayor sensibilidad en análisis de aguas.

unas prestaciones inigualables en sensibilidad. Éste es un área donde estamos trabajando intensamente porque lo consideramos de máximo interés y que supondrá un avance muy significativo en el análisis medioambiental.

Lipidómica en plasma

En la identificación de lípidos en matrices complejas como plasma o tejidos, la sensibilidad adicional nos va a permitir una mejor anotación de los distintos lípidos. La combinación con el sistema tims y su conocida lipidómica 4D, incorporando los valores de CCS en la anotación, mejora la confianza en las identificaciones y la calidad de los espectros MS/MS, con una mejora aproximada del orden de 5 veces (Fig. 6).

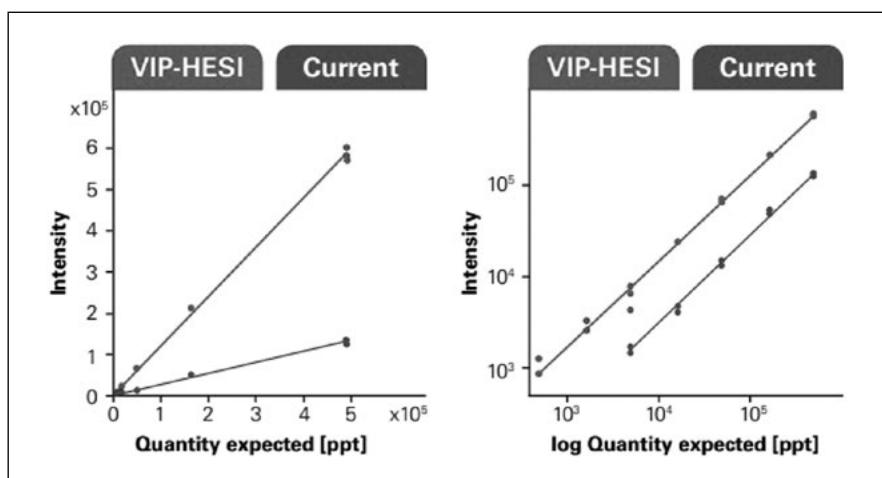


Figura 6. Mejora en sensibilidad con la nueva VIP-HESI, manteniendo el rango lineal para mejorar las identificaciones en el rango bajo, manteniendo los mayoritarios.

Conclusiones

- La nueva **VIP-HESI** ofrece una mejora de sensibilidad notable en los sistemas Bruker QTOF.
- Niveles de detección similares a cualquier sistema LCMS triple cuadrupolo de altas prestaciones.
- Manteniendo todas las ventajas de los sistemas de alta resolución QTOF de Bruker.
- Análisis de máxima sensibilidad con número prácticamente ilimitado de compuestos.
- Reducción de tiempos de análisis en barridos multi-residuos.
- Análisis dirigido y no dirigido a alta sensibilidad.
- Máximas prestaciones de identificación para lípidos y pequeña molécula en matrices biológicas.
- Excelente robustez y reproducibilidad en matrices complejas.
- Integración de análisis HESI y APCI.
- Combinación única de selectividad y sensibilidad con el sistema timsTOF para mezclas de isómeros y matrices complejas.
- Creemos que es la respuesta definitiva a sus dudas entre triple cuadrupolo y QTOF.

Bruker Española, S.A.

Parque Empresarial Rivas Futura
C/ Marie Curie, 5. Edificio Alfa
28521 Rivas-Vaciamadrid
Madrid – Spain
Tel.: 91 499 46 34 / 4080
Fax: 91 656 62 37
Info-bcad-spain@bruker.com

Para obtener más información de Bruker, póngase en contacto con Bruker Daltonics en:

bdal.es@bruker.com

o en la web

www.bruker.com



The Power of Precision

HIGHLY SENSITIVE QUANTIFICATION OF 12 DRUGS OF ABUSE IN WASTEWATER USING A SIMPLE DILUTION APPROACH

Using the SCIEX Triple Quad 7500 system, powered by SCIEX OS software

Sun Xiaojie¹, Liu Bingjie¹, Li Lijun¹, and Guo Lihai¹

¹ SCIEX, Shanghai

Wastewater analysis is an alternative method of monitoring population drug consumption by measuring excreted drug residues in raw wastewater. Unlike toxicology analysis, the study of drugs of abuse and their metabolites in wastewater provides a non-invasive measure of geographical drug consumption while protecting individual's anonymity. In addition, waste-



water analysis provides a robust method of monitoring drug consumption trends across a specific community or location which could be subsequently relevant to identify new substance use and emerging hot spots of drug abuse. For these reasons, analysis of wastewater provides a robust drug market surveillance system comparable to traditional epidemiological approaches.

Generally, the residual concentration of drugs and their metabolites is relatively high and easily detectable in human excrement. However, following ingestion, the concentration of drugs and their metabolites

NOTAS TÉCNICAS

in human excrement is diluted significantly in wastewater. As a result, the analytical sensitivity needed for the analysis of drugs and their metabolites in sewage water is much higher than the requirements for general biological materials commonly screened by conventional toxicology approaches. By the time water

sampling occurs at the wastewater treatment plan, drugs and their residuals are found in extremely low (sub ppm to ppt) levels. As a result, there is a need for rapid and robust drug screening methods capable of accurately quantifying drugs of abuse and their metabolites with a high level of selectivity and sensitivity.

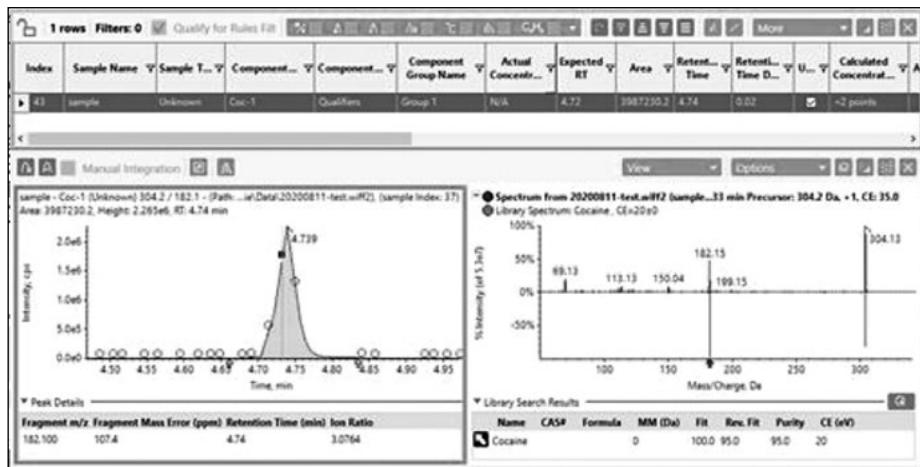


Figure 1. Accurate identification of cocaine using the QTRAP system functionality of the SCIEX 7500 system. Extracted ion chromatogram (XIC) and MS/MS spectrum showing confident identification of cocaine in one of the wastewater samples. MRM XIC provides quantitative data and the full scan MS/MS is matched to the library spectrum for confident confirmation.

In this technical note, the sensitivity of the SCIEX 7500 system¹ was investigated for the detection of 12 drugs of abuse in wastewater. To this end, sub-pg/mL levels of drugs and metabolites were accurately detected with high quantitative metrics (accuracy, precision, linear response) even with a simple dilution approach.

Key advantages of the SCIEX 7500 system for wastewater drug monitoring

- Hardware improvements on the SCIEX 7500 system provide significant gains in sensitivity and quantitative performance¹.
- Instrument sensitivity is leveraged to streamline and simplify sample preparation, negating the need for laborious, costly and time-consuming sample cleanup techniques such as online or offline solid-phase extraction (SPE).
- Improved ion generation and sampling on the SCI-EX 7500 system enables accurate and sensitive quantification of all 12 drugs of abuse down to sub-pg/mL levels.

- The QTRAP system functionality of the SCIEX 7500 system was leveraged to perform simultaneous identification and confirmation of drugs using the full scan MS/MS data and automated MS/MS library searching.
- The results highlight the impressive levels of sensitivity, robustness and accuracy provided by the SCI-EX 7500 system for wastewater drug monitoring.

Experimental details

Target analytes and solutions: A total of 12 drugs of abuse were targeted for this workflow: amphetamine, benzoylecgonine, ketamine, methamphetamine, MDA, MDMA, norketamine, morphine, methadone, codeine, morphine and cocaine. Two solutions were prepared in water: a 10 ng/mL standard mixture containing the 12 target analytes and a 1 ng/mL internal standard mixture containing the 12 deuterated internal standards.

Calibrator preparation: The 10 ng/mL standard mixture containing the 12 target analytes was used to fortify 10 mL of blank wastewater. This freshly spiked

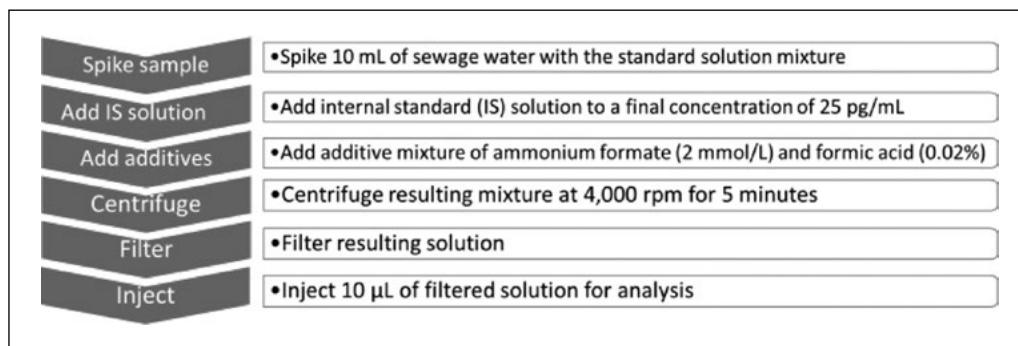


Figure 2. Simplified wastewater sample preparation procedure. A 6-step direct injection method consisting of a dilution, centrifugation and filtration steps was used to prepare the wastewater samples for analysis on the SCIEX 7500 System.

mixture was used to prepare a series of 8 calibrator solutions covering concentrations ranging from 1 to 500 pg/mL. The final IS mixture concentration in the wastewater samples was 25 pg/mL.

Sample preparation: A simplified and fast dilution approach was used for this analysis. Wastewater samples spiked with various concentrations of the drugs of abuse were prepared using the preparation procedure summarized in Figure 2.

Liquid chromatography: HPLC separation was performed on an ExionLC system using a Phenomenex Kinetex Biphenyl column (100 × 3.0 mm, 2.6 µm, 0OD-4622-Y0). The flow rate was 0.45 mL/min. The injection volume was 10 µL and the total LC runtime was 12 minutes. Table 1 summarizes the LC gradient used for the separation.

Mass spectrometry: A SCIEX 7500 system equipped with an OptiFlow Pro ion source with an analytical probe and E Lens probe was used. The ionization source was operated with electrospray ionization (ESI) in positive mode using generic settings (Table 2). For each transition, voltages were optimized per analyte for compound-specific parameters such as collision energy (CE). A single acquisition method con-

sisting of 48 MRM transitions (24 for the drugs of abuse and 24 for the internal standards) was created using the Scheduled MRM algorithm in SCIEX OS software 2.0. Two MRM transitions were monitored for each of the targeted analytes.

Data analysis: Data processing was performed using SCIEX OS software. Detection and integration of the peaks from the background was accomplished within the viewing window using the MQ4 algorithm. Quantitative analysis was performed in the Analytics module of the software. Here calibration curves, concentration calculations, assay precision and accuracy statistics were automatically generated.

Method development and optimization

A diluted, 500 ng/mL neat standard mixture containing the 12 drugs of abuse and internal standards was used for initial method development. Retention times for each of the 12 analytes were determined, then a final optimization method was built using the Scheduled MRM algorithm in SCIEX OS software to optimize data sampling across each peak while maintaining optimal dwell times for each MRM transition. Figure 3 shows the elution profile for the 12 targeted drugs

Table 1. LC gradient.

Time (min)	B (%)
0	5
0.5	5
7.5	90
9.0	90
9.1	5
12	End

Table 2. OptiFlow Pro Ion Source parameters

Parameter	Value
Collision Gas (CAD)	9 psi
Curtain Gas (CUR)	32 psi
Ion Source Gas (GS1)	40 psi
Ion Source Gas (GS2)	70 psi
IonSpray Voltage (IS)	1500 V
(Temperature) TEM	500°C

NOVEDADES TÉCNICAS

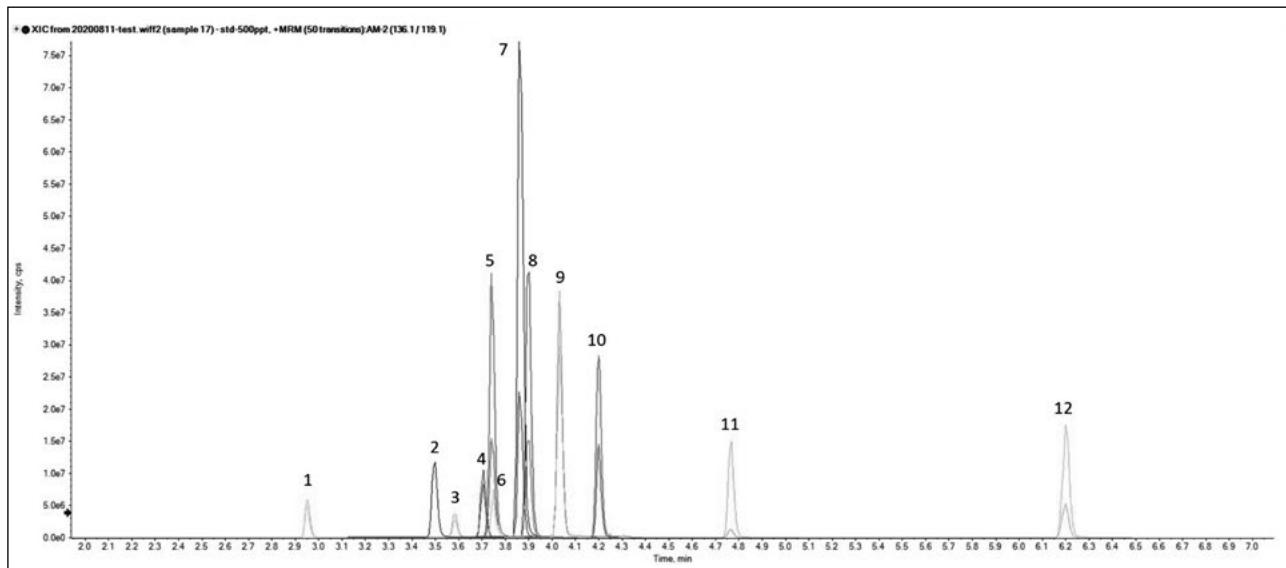


Figure 3. Chromatographic profile of the 12 drugs of abuse targeted in this study. Shown is an extracted ion chromatogram (XIC) resulting from the optimized LC conditions and data acquisition method using a 500 ng/mL neat standard mixture containing the 12 drugs of abuse included in the panel. The numbered peaks are assigned as follows: 1. morphine, 2. amphetamine, 3. codeine, 4. MDA, 5. methamphetamine, 6. oxycodone, 7. benzoylecgonine, 8. MDMA, 9. norketamine, 10. ketamine, 11. cocaine, 12. methadone.

resulting from the optimized data acquisition method. The optimized LC conditions and MS acquisition method ensured reliable integration, quantification and confirmation of the peak for each target analyte.

Optimized data collection using the Scheduled MRM algorithm enables robust drug quantification

The ability to accurately detect low levels of drugs of abuse from wastewater is critical to inform the extent of drug consumption in the geographic location in which the sample was collected. The series of calibrator solutions ranging from 1 to 500 pg/mL was injected to evaluate the quantitative performance of the system and its ability to accurately measure low levels of drugs of abuse from wastewater with a high level of precision and accuracy.

Figure 4 shows representative extracted ion chromatograms (XIC) for the two MRM transitions monitored for ketamine and MDA. The series of XIC overlays display both the quantifier and qualifier ions for a blank injection (left) and for concentrations ranging from 1 pg/mL (LLOQ) to 500 pg/mL. The majority of the targeted drugs showed detectable signal below the LLOQ and down to sub pg/mL levels. In addition, the robustness and quantification performance of the

SCIEX 7500 System were demonstrated with calculated concentration accuracy within 20% of 100%, precision (%bias) below 20% across the calibration range for all 12 analytes targeted in this panel.

Calibration curves were generated for each of the analytes. Figure 5 shows the resulting calibration curves plotted across the eight calibrator levels. The calibration curves demonstrated excellent linearity with R² greater than 0.99 for all the drugs of abuse targeted in the panel. Overall, the assay showed excellent reproducibility, precision, accuracy and linearity, proving the robustness of the method and the quantitative performance of the SCIEX 7500 system.

Fast and robust sample preparation procedure leads to high drug recovery

One of the challenges associated with wastewater analysis is the presence of many matrix components that can potentially affect the detection performance of the assay. As a result, a reliable and efficient sample preparation procedure is key to extract the analytes of interest from the matrix interferences and achieve the desired reproducibility of the assay. Here, the sensitivity of the SCIEX 7500 system allows use of a large dilution of sample, reducing the matrix components

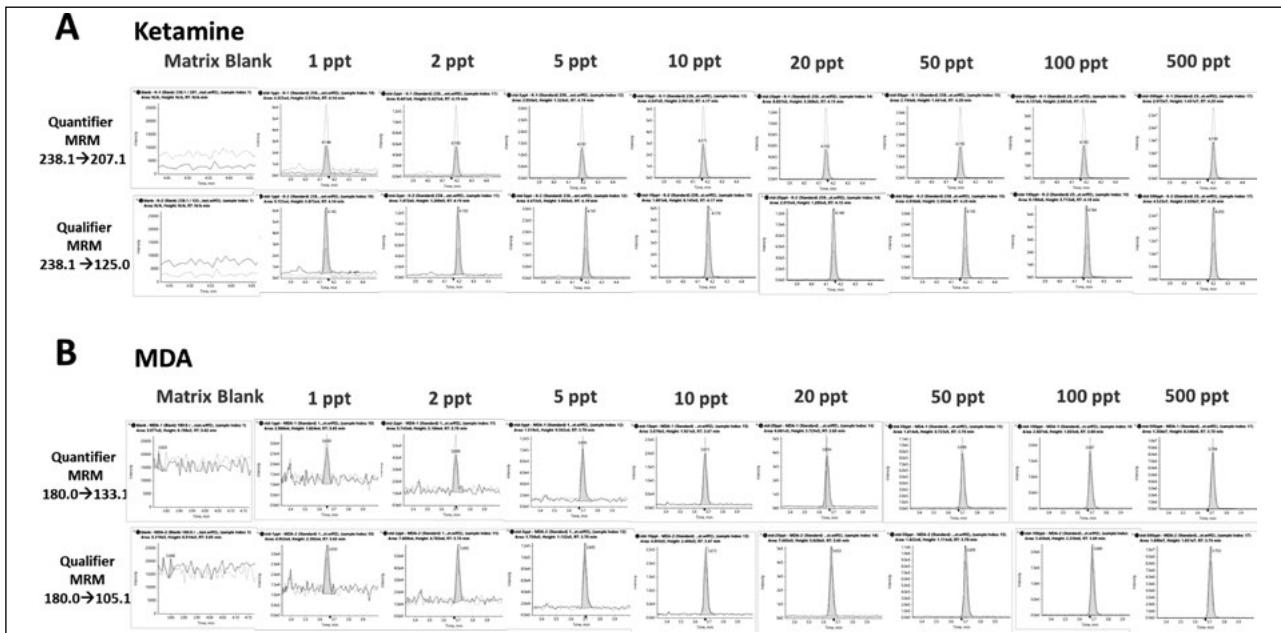


Figure 4. Accurate quantification of two drugs of abuse from wastewater samples using the SCIEX 7500 system.

Extracted ion chromatogram (XIC) overlays of the quantifier and qualifier ions for a blank injection (left) and for concentrations ranging from 1 (LLOQ) to 500 pg/mL for A) ketamine and B) MDA. The use of the Scheduled MRM algorithm in SCIEX OS software enabled collection of optimal data quality to ensure accurate quantification of the 12 drugs.

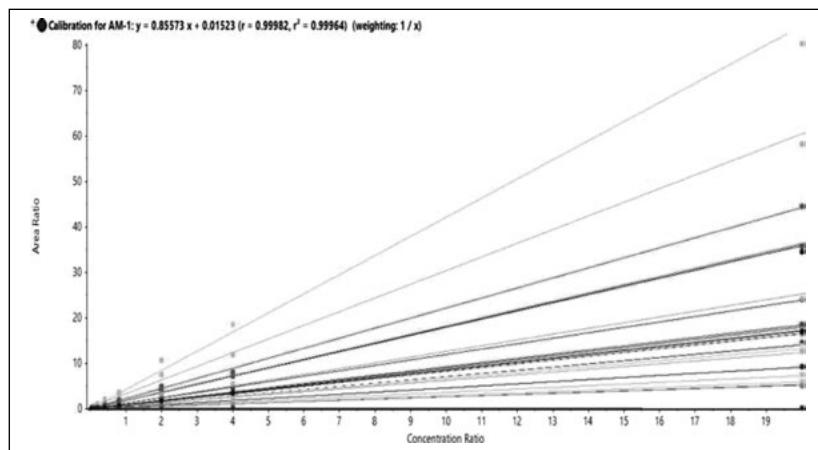


Figure 5. Excellent linearity for the 12 drugs of abuse in wastewater samples. Linear regression curves resulting from the calibration series from 1 to 500 pg/mL for the 12 drugs targeted in this study. R^2 values greater than 0.99 were observed for all the drugs of abuse in the panel.

while achieving robust detection and quantification of low levels of drugs of abuse.

To assess the efficiency of the direct injection method used in this experiment, the recovery was calculated by spiking a blank wastewater sample with the standard mixture at three concentration levels (1, 10 and 100 pg/mL) before and after the sample preparation procedure. Three replicate injections were

performed for each of the three concentrations. The direct injection method used in this experiment demonstrated averaged recovery values ranging between 80.1 and 110.7% for the 12 targeted drugs of abuse (data not shown).

In addition, the assay showed excellent reproducibility across the three injections for the three concentration levels with RSD values between 2.2% and

NOVEDADES TÉCNICAS

5.78% for all the drugs targeted used in this study (data not shown). The excellent recovery and RSD values demonstrate both the overall robustness and reproducibility of the direct injection method as well as the quantitative performance of the SCIEX 7500 system.

Highly sensitive detection of drugs of abuse from wastewater

The robustness of the method was further investigated by analyzing two wastewater samples: a domestic sewage and a mixed sewage. The two samples were subjected to the direct injection method and screening using the developed method. Morphine, methamphetamine and cocaine were detected in the two wastewater samples analyzed. The concentration of each of the three drugs detected in the two wastewater samples are summarized in Table 3. The concentration of morphine in these two wastewater samples is higher than the other drugs detected, suggesting that morphine is the most prevalent drug in the two areas where the wastewater was sampled.

Table 3. Results table from the analysis of two sewage samples.

Wastewater Source	Morphine (pg/mL)	Methamphetamine (pg/mL)	Cocaine (pg/mL)
Domestic sewage	4.39	0.48	0.84
Mixed sewage	8.97	0.11	0.77

Compound identification using full scan MS/MS and spectral library searching

The QTRAP system functionality of the SCIEX 7500 system was used for the analysis of the sewage water samples to increase analyte identification confidence. Figure 1 shows the extracted ion chromatogram (XIC) and the MS/MS spectrum with MS/MS matched library spectrum for cocaine, one of the drugs detected in the two wastewater samples analyzed. The ac-

quisition of the MS/MS spectrum enabled positive identification of cocaine through spectral library matching. A fit score of 100% and a purity score of 95% were calculated in SCIEX OS software which provided excellent measures of the confident identification of cocaine in the sewage water samples.

Conclusions

The combination of a simplified sample preparation with a direct injection method on the SCIEX 7500 system enabled accurate identification and sensitive quantification of drugs of abuse in wastewater. The developed workflow enabled confident identification and accurate quantification of drugs in real wastewater samples, demonstrating the applicability of the method for drug market surveillance comparable to traditional epidemiological approaches.

- A direct injection method consisting of a dilution, centrifugation and filtration steps was used to prepare the wastewater samples, reducing sample preparation time, cost and labor while greatly improving laboratory efficiency and throughput.
- The high sensitivity of the SCIEX 7500 system enabled accurate and sensitive quantification of 12 common drugs of abuse from wastewater, with an LLOQ of 1 pg/mL with sub- pg/mL detection limits for the drugs in the panel.
- Drug recoveries were found to be between 80.1% and 110.7%.
- Excellent reproducibility was observed across the three concentration levels with RSD values between 2.2% and 5.78% (data not shown).
- The MRM-triggered MS/MS capability of the QTRAP system enabled confident accurate identification of the analytes using spectral library searching.

References

- [1] Enabling new levels of quantification. *SCIEX technical note, RUO-MKT-02-11886-A.*

The SCIEX clinical diagnostic portfolio is For In Vitro Diagnostic Use. Rx Only. Product(s) not available in all countries. For information on availability, please contact your local sales representative or refer to <https://sciex.com/diagnostics>. All other products are For Research Use Only. Not for use in Diagnostic Procedures.

Trademarks and/or registered trademarks mentioned herein, including associated logos, are the property of AB Sciex Pte. Ltd. or their respective owners in the United States and/or certain other countries.

© 2021 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-13333-A



Headquarters

500 Old Connecticut Path | Framingham, MA 01701 USA
Phone 508-383-7700
Sciex.com

International Sales

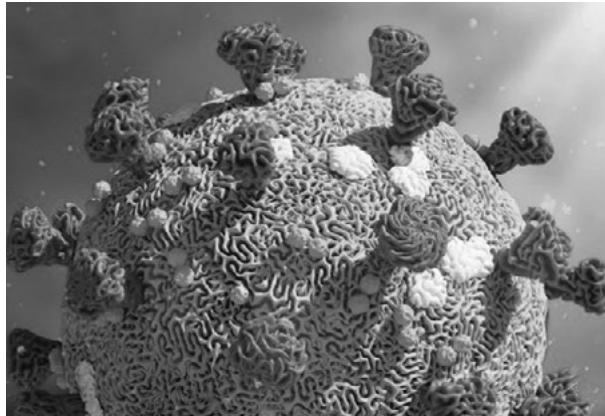
For our office locations please call the division headquarters or refer to our website at sciex.com/offices



COMPREHENDING COVID-19: STRUCTURAL CHARACTERIZATION OF THE GLYCAN ASSEMBLIES OF O-LINKED GLYCOPEPTIDES USING CYCLIC ION MOBILITY

Lindsay Morrison, Miloslav Sanda

Waters Corporation, Georgetown University Medical Center, Lombardi Comprehensive Cancer Center



For research use only. Not for use in diagnostic procedures

Abstract

The heavily glycosylated SARS-CoV-2 spike protein is implicated in COVID-19 infectivity and consequently numerous efforts to characterize the glycosylation patterns of the capsid spike protein are being pursued in an effort to guide vaccine and immunotherapy development. Here, the unique configuration of the novel Waters SELECT SERIES Cyclic IMS instrument is exploited for characterization of the glycan structures and linkages of *O*-linked glycopeptides found near the furin protease cleavage site of the spike protein; furin cleavage exposes the fusion sequence of the spike protein that results in separation of the S1 and S2 subunits is thought to be needed for cell entry. Additionally, extended core 1 and core 2 type structures with both α 2-3 and α 2-6 sialic acid linkages are identified; glycosylation has been shown to alter substrate recognition and the ratios of the core 2 and extended core 1 structures may impact the virulence of the novel coronavirus.

Benefits

The unique design of the Cyclic IMS system enables site-specific, linkage-specific characterization of the glycan structures of low-level *O*-linked glycopeptides from the SARS-CoV-2 spike protein. Trap fragmentation is used to release oxonium ion fragments from the *O*-glycan moiety and high-resolution ion mobility is used to separate and analyze the fragment ions.

Introduction

The outbreak of the recent COVID-19 pandemic, caused by the SARS-CoV-2 coronavirus, has resulted in the sickening of millions and the deaths, to date, of over 2 million people globally.¹ Because of its relative novelty, the scientific community has been engaged in rapid characterization and compilation of the biophysical characteristics of the virus, in hopes of aiding the development of effective vaccine and immunotherapies. The SARS-CoV-2 virion enters the cell by binding to the host cell ACE2 (angiotensin-converting enzyme 2) receptor with a protrusive transmembrane spike protein.² The SARS-CoV-2 coronavirus spike protein is a homotrimeric class I fusion protein consisting of two heavily glycosylated subunits, S1 and S2.^{3, 4} Previous studies of known viral pathogens, including influenza, have revealed that the glycan composition of the outer envelope plays a key role in immuno-evasion, notably through steric hindrance of immunorecognition sites.⁵⁻⁷

The characterization effort of the SARS-CoV-2 pathogen has included several comprehensive studies of the glycosylation of the coronavirus spike protein. To date, these studies have indicated consensus occupancy of 14 of the 22 available N-linked glycosylation sites and conflicting occupancy of the remaining seven sites.⁸⁻¹⁶ In addition, Shahajan *et. al* showed evidence for three *O*-linked glycosylation sites on the S1 domain, one of which was confirmed by Sanda *et. al*.^{10, 11} In a sequence analysis of the SARS-CoV-spike protein, Andersen and co-workers predicted a furin cleavage site, a site critical to protein activation, in the linker region flanking the S1 and S2 subunits.² This region containing the furin cleavage site was further predicted to contain up to three additional *O*-linked

NOVEDADES TÉCNICAS

glycosylation sites, the function of which was speculated to be related to infectivity and transmissibility.² Characterization of O-linked glycans is notoriously difficult for several reasons: the lack of a consensus sequence, high heterogeneity among the glycoforms, and low relative abundance. Consequently, characterization of these types of analytes requires high performance chromatography and high resolution, high sensitivity mass spectrometry. Previous studies using the Waters SYNAPT platform have shown the capacity to resolve branched and linear glycan structures of isomeric glycans and separate α 2-3 and α 2-6 linkage isomers from glycan standards.¹²⁻¹⁶ MS/MS fragmentation with the Waters SELECT SERIES Cyclic IMS provides clear evidence of O-linked glycosylation along the linker region preceding the polybasic furin cleavage site and cyclic ion mobility is used to site-specifically separate and characterize the O-linked glycan structures. The scalable resolution afforded by this unique experiment provides evidence for a mixture of core 1, extended core 1, and core 2 structures, with resolution of NeuAc α 2-3Gal β 1-3GalNAc and Neu-Ac α 2-6Gal β 1-4GlcNAc, isomers that feature highly similar collisional cross sections.

Experimental

Sample Description

Recombinant SARS-CoV-2 spike protein was expressed in HEK 293 cells and obtained from Acrobiostystems. The disulfide linkages in the spike protein were reduced with DTT and treated with iodoacetamide to alkylate cysteine residues prior to digestion with PNGaseF and trypsin.

Method Conditions

General conditions for the chromatography and mass spectrometry are listed in Tables 1, 2, and 3. Cyclic IMS methods using five passes of the cyclic device were optimized previously for tri- and disaccharide fragments using O-linked glycopeptides from hemopexin. O-glycopeptides from the SARS-CoV-2 spike protein were isolated in the quadrupole prior to collisional activation in the trap region of the Cyclic IMS system (shown in Figure 1). Fragments of the glycopeptides were separated using the cyclic ion mobility cell. Methods were optimized such that trisaccharide fragments passed through the device five times before ejection and detection.

LC Conditions

LC system:	ACQUITY UPLC M-Class
Detection:	SELECT SERIES Cyclic IMS Mass Spectrometer
Vials:	QuanRecovery
Column(s):	nanoEase M/Z HSS T3 100 Å, 1.8 µm (75 µm x 15 cm) p/n: 186008816 nanoEase M/Z Symmetry C ₁₈ 100 Å, 5 µm (180 µm x 20 mm) trap, p/n: 186008821
Column temp.:	60 °C
Sample temp.:	8 °C
Injection volume:	1-5 µL
Flow rate:	500 nL/min
Mobile phase A:	H ₂ O, 0.1% FA, 1 ppm citric acid
Mobile phase B:	ACN, 0.1% FA, 1 ppm citric acid

Gradient

Time (min)	Flow (µL/min)	%A	%B	Curve
Trapping: 0.0	15	99	1	6
Trapping: 5.0	15	99	1	6
0.0	0.5	99	1	6
3.0	0.5	90	10	6
63.0	0.5	65	35	6
66.0	0.5	15	85	6
69.0	0.5	15	85	6
69.5	0.5	99	1	6
80.0	0.5	99	1	6

MS Conditions

Cyclic IMS	
Ionization mode:	ESI+
Acquisition range:	m/z 50-2000
Capillary voltage:	2.8 kV
Collision energy:	30 V-70 V
Cone voltage:	20 V
Number of passes:	5
Racetrack TW height:	22 V
Racetrack TW velocity:	375 m/s
IMS sequence:	Inject, Separate, Eject, and Acquire
IMS cycle time:	100 ms

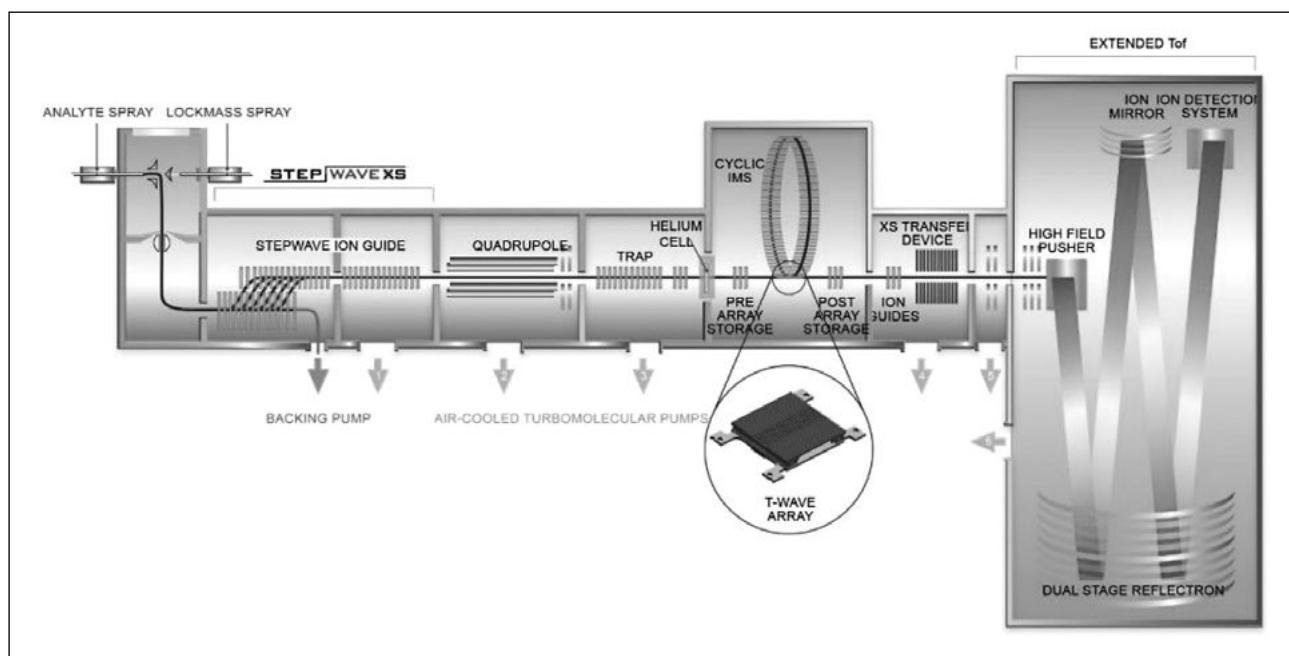


Figure 1. Instrument schematic of the SELECT SERIES Cyclic IMS.

Data Management

Chromatography software:	MassLynx SCN1016 Release 3
MS software:	Waters Embedded Analyzer Platform for Cyclic IMS Release 4
Informatics:	DriftScope 2.9, modified for Cyclic IMS

Results and Discussion

Targeted ion mobility MS/MS experiments were performed on the observed O-linked glycoforms of tryptic peptide AGC(carbamidomethyl)LIGAEHVDSYE-C(carbamidomethyl)DIPIGAGIC(carbamidomethyl)ASYQTQTNNSPR, denoted T56, using fragmentation in the trap region to generate peptidic and oxonium ion fragments prior to the ion mobility cell. The scalable resolution of the cyclic ion mobility (cIM) instrument was leveraged to separate isomeric glycan structures following release by collisional activation. Two methods were developed previously for 1 and 5 passes of the cyclic device for trisaccharide fragments and were used to separate isomeric forms of the HexNAc-Hex and HexNAc-Hex-NeuAc oxonium ion fragments of T56-HexNAc(1)-Hex(1)-NeuAc(1), T56-HexNAc(1)-Hex(1)-NeuAc(2), T56-HexNAc(2)-

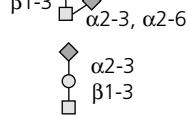
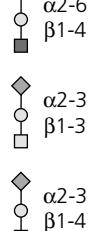
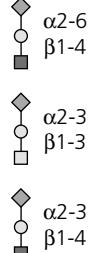
Hex(1)-NeuAc(1), T56-HexNAc(2)-Hex(2)-NeuAc(1), and T56-HexNAc(2)-Hex(2)-NeuAc(2). These peptides are listed in Table 1 as glycopeptides A-D.

Chromatographic peaks yielding a triply charged unmodified T56 peptide as a fragment were integrated in DriftScope 2.9 and the mobility information was extracted. In general, 2-4 chromatographic peaks were observed for each glycoform, indicating that some isomeric heterogeneity can be separated by reverse phase chromatography. Collision induced fragmentation of the T56 glycopeptides generally yielded a mixture of peptidic, oxonium, and peptide + glycan fragments. Figure 2 shows MS/MS spectra for A) glycopeptide A and B) glycopeptide C, demonstrating a high yield of large oxonium ion fragments, particularly for glycopeptide C. Observation of the HexNAc(2)-Hex(2)-NeuAc(1) oxonium ion fragment at m/z 1022 confirms the presence of a single pentasaccharide glycoform rather than separate tri- and disaccharide components localized at two different sites. Oxonium ions at m/z 528 and 819 confirm the presence of extended core 1 structures.

Single pass and multi pass (5 cycles) ion mobility experiments were undertaken for the HexNAc-Hex-NeuAc oxonium ion. The resulting arrival time distributions are shown in Figure (3B-D) for glycopeptide C using variable collision energies. Using a single cyclic

NOVEDADES TÉCNICAS

Table 1. O-glycopeptides studied by LC-MS-IM-MS and the observed drift times of the observed arrival time distributions of the *m/z* 657 Neu-Ac-Hex-HexNAc oxonium ion.

Precursor name	Glycopeptide ID	Observed drift time of NeuAc-HexNAc (ms)	Assigned oxonium ion structures
T56-HexNac(1)-Hex(1)-NeuAc(1)	A	73.8	
T56-HexNac(1)-Hex(1)-NeuAc(2)	B	68.7 70.4 73.8	
T56-HexNac(2)-Hex-NeuAc(1)	C	73.2 73.8 80.2	
T56-HexNac(2)-Hex(2)-NeuAc(2)	D	73.2 73.8 80.2	

- N-Acetylgalactosamine (GalNAc)
- N-Acetylglucosamine (GlcNAc)
- HexNAc (either GalNAc or GlcNAc)
- Galactose (Gal)
- ◆ N-Acetylneurameric acid (NeuAc)

IM pass, two mobility populations are evident; using five passes, the more compact species further separates into two partially resolved isomers. Collisional cross sections were calculated for the 1 pass using the Major Mix IMS calibration standard as a reference. The two arrival time distributions observed with 1 pass have calculated collisional cross sections of 234.1 and 245.4 Å², respectively. Guttman *et. al.* previously measured CCS values for NeuAc α 2-6Gal β 1-4GlcNAc and NeuAc α 2-3Gal β 1-4GlcNAc as 236.9 Å² and 247.2 Å², respectively.¹² The most elongated measured HexNAc-Hex-NeuAc isomer is in good agreement with a NeuAc α 2-3Gal β 1-4GlcNAc. Using 5 passes of the cyclic mobility device, the single mobility peak observed at 234.1 Å² was resolved into two substructures. Previous studies have shown alpha 2-6 sialic acid linkages to be more stable than alpha 2-3

linkages; thus, experiments in which the collision energy was varied are shown in Figure 3 (B-D).¹⁷ Higher collision energy yields an increase in the relative abundance of the most compact of the three isomers resolvable with 5 passes. Core 1 type structures (NeuAc α 2-3Gal β 1-3GalNAc) are the most commonly observed for O-linked glycopeptides; thus, the more elongated and less stable of the compact isomers in the 5-pass separation is consistent with a NeuAc α 2-3Gal β 1-3GalNAc, type 1 core structure. The more compact and less stable is assigned to a NeuAc α 2-6Gal β 1-4GlcNAc, which would be expected from fragmentation of a core 2 structure.

Five pass cyclic ion mobility was applied to the *m/z* 657 (HexNAc-Hex-NeuAc) oxonium ion from the remaining glycopeptides and is shown in Figure 4. The

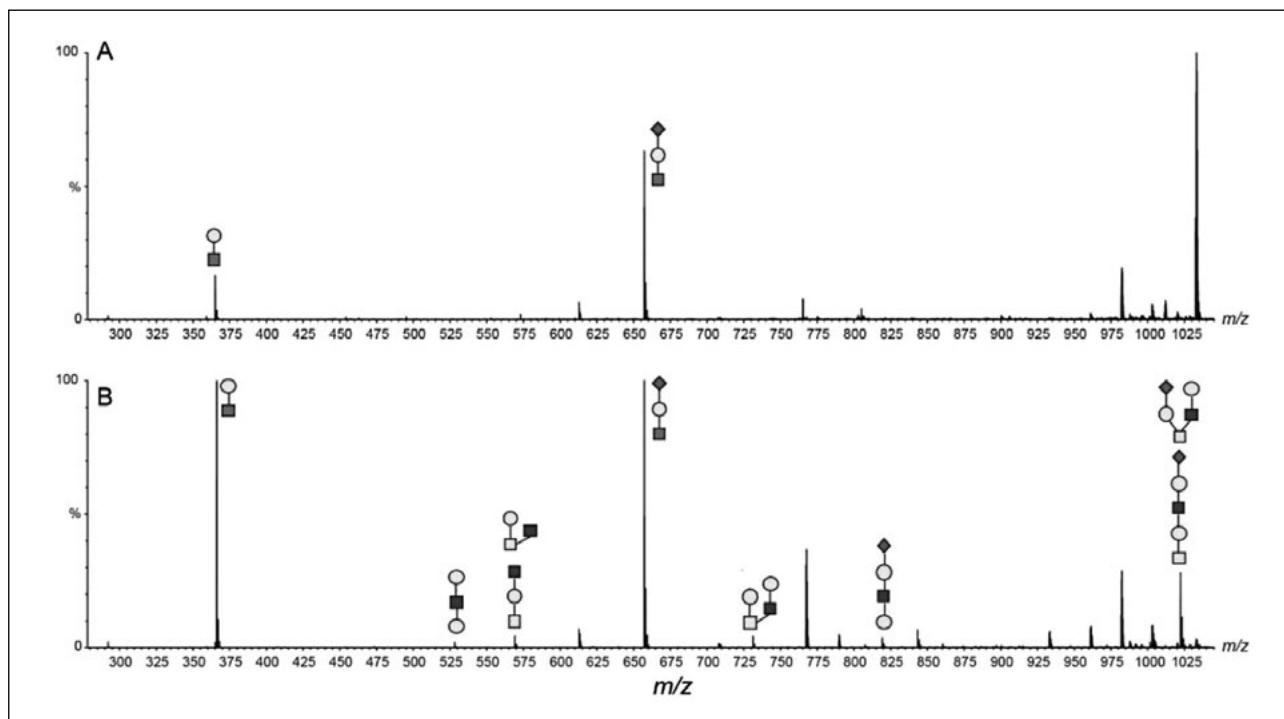


Figure 2. Zoomed MS/MS spectra of A) T56-HexNAc(1)-Hex(1)-NeuAc(2) (glycopeptide A) and B) T56-HexNAc(2)-Hex(2)-NeuAc(1) (glycopeptide C) between m/z 250 and 1050, highlighting several observed oxonium ion fragments that confirm both extended core 1 and core 2 structures are present for glycopeptide C. HexNAc residues are shaded in a gray square if the sugar is ambiguous (GalNAc or GlcNAc); all other colors correspond to SNFG nomenclature (symbol nomenclature for glycans).

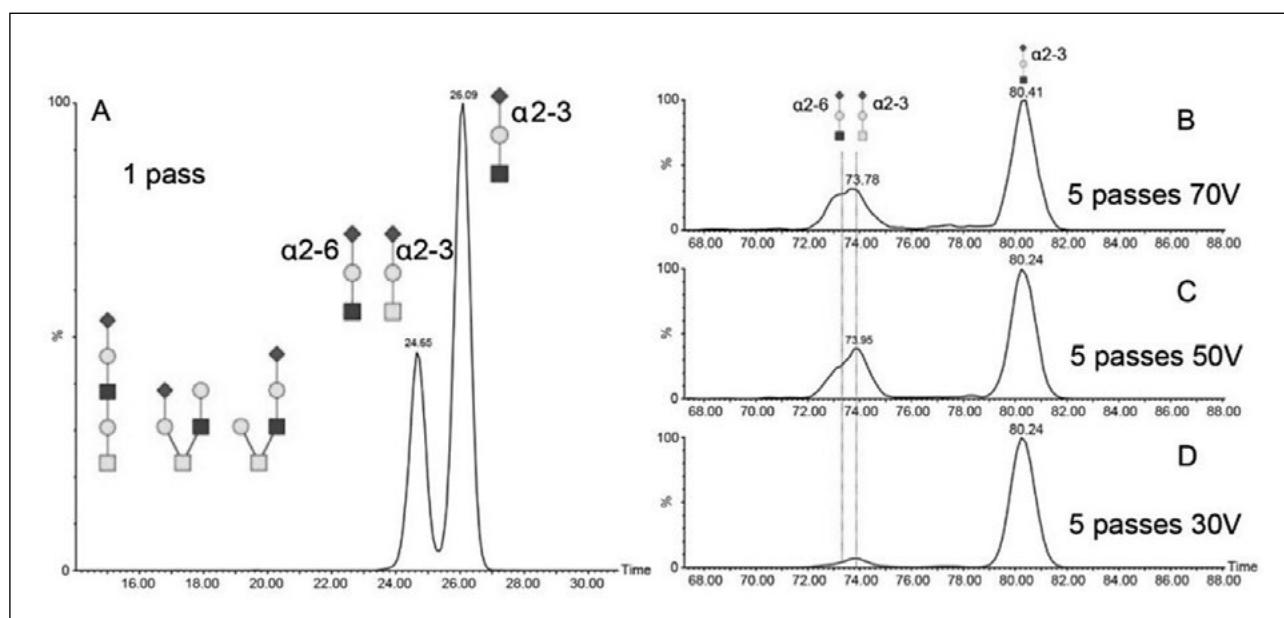


Figure 3. Arrival time distributions for the m/z 657 oxonium ion from glycopeptide C using A) 1 pass of the cyclic device and B-D) 5 passes of the cyclic device with 70, 50, and 30 V activation in the trap to generate the oxonium ion fragments. The additional four passes are necessary for discrimination of the NeuAc α 2-6Gal β 1-4GlcNAc and NeuAc α 2-3Gal β 1-3GalNAc isomeric fragments.

NOVEDADES TÉCNICAS

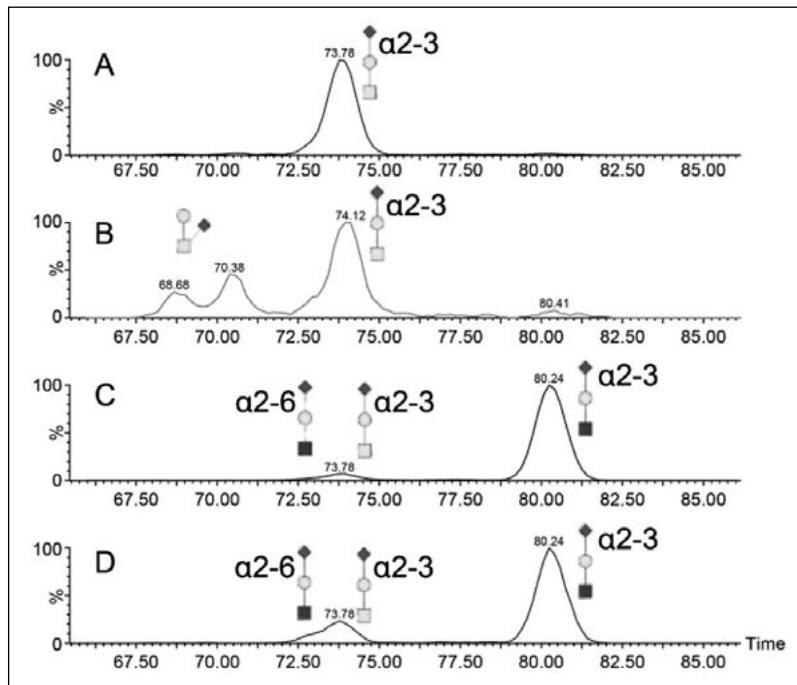


Figure 4. Arrival time distributions of the m/z 657 oxonium ion from A) glycopeptide A, B) glycopeptide B, C) glycopeptide C, and D) glycopeptide D.

glycopeptides having two HexNAc residues (C and D) yielded similar ion mobility arrival time distributions (ATDs), suggesting a mixture of extended core 1 and core 2 structures, as shown in Figure 3. The simplest of the glycopeptides, having a single HexNAc, Hex, and NeuAc residue (A), formed a single mobility distribution at 73.8 ms, which was assigned to Neu-Ac α 2-3Gal β 1-3GalNAc for the T56-HexNA

(2)-Hex(2)-NeuAc(1) glycopeptide and is consistent with known glycobiology. In contrast, separation of the m/z 657 oxonium ion from the T56-Hex-NAc(1)-Hex(1)-NeuAc(2) glycopeptide resulted in two additional mobility peaks at 68.7 and 70.4 ms. These are likely branched structures in which the NeuAc residue is linked to the GalNAc by either 2-3 or 2-6 linkages. These peaks were not observed for glycopeptide D, suggesting sialylation of the core GalNAc residue (Figure 4B) is rare for the T56 glycopeptide and occurs only on the simple core 1 structure.

Conclusion

The SELECT SERIES Cyclic IMS is demonstrated to show separation of the oxonium ion fragments of SARS-CoV-2 spike protein O-glycopeptides, providing

site-specific and linkage specific information about the glycopeptide sugar structures. The high sensitivity, scalable ion mobility resolution, and unique geometry of the Cyclic IMS instrument allows for targeted CID-cIM-MS experiments of low-level O-glycopeptides, affording site-specific structural characterization of highly heterogeneous proteins. This strategy provides improved detail for the ongoing, global effort to characterize, understand, and ultimately target the SARS-CoV-2 virus.

References

1. Johns Hopkins Resource Center. COVID-19 Case Tracker. <https://gisanddata.maps.arcgis.com/apps/opsdashboard/index.html#/bda7594740fd40299423467b48e9ecf6>.
2. Andersen, K. G., Rambaut, A., Lipkin, W. I. et al. The proximal origin of SARS-CoV-2. *Nat Med* 2020; 26: 450-452.
3. Tortorici, A. M., Veesler, D. Chapter Four-Structural insights into coronavirus entry, Editor(s): Félix A. Rey, Advances in Virus Research, Academic Press, 2019, 105: 93-116, ISSN 0065-3527, ISBN 9780128184561.
4. Walls, A. C., Park, Y. J., Tortorici, A., Wall, A., McGuire, A. T., Veesler, D., Structure, Function, and Antigenicity of the SARS-CoV-2 Spike Glycoprotein, *Cell*, 2020; 181(2): 281-292.e6, ISSN 0092-8674.

5. Clark, G. F. The Role of Glycans in Immune Evasion: The Human Fetoembryonic Defence System Hypothesis revisited. *Molecular Human Reproduction*. 2014; 20(3): 185-199.
6. Chang, D. y Zaia, J. Why Glycosylation Matters in Building a Better Flu Vaccine. *Molecular & Cellular Proteomics* 2019; 18(12):2348-2358.
7. Khatri, K., Klein, J. A., White, M. R., Grant, O. C., Leymarie, N., Woods, R. J., Hartshorn, K. L., Zaia J. Integrated Omics and Computational Glycobiology Reveal Structural Basis for Influenza A Virus Glycan Microheterogeneity and Host Interactions. *Molecular & Cellular Proteomics*. 2016; 15(6): 1895-1912.
8. Kumar, S., Maurya, V. K., Prasad, A. K., Bhatt, M. L. B., Saxena, S. K. Structural, Glycosylation and Antigenic Variation between 2019 Novel Coronavirus (2019-nCoV) and SARS Coronavirus (SARS-CoV). *Virusdiseases*. 2020; 31(1): 13-21.
9. Watanabe, Y., Allen, J. D., Wrapp, D., McLellan, J. S. y Crispin, M. Site-Specific Glycan Analysis of the SARS-CoV-2 Spike. *Science*. 2020; eabb9983.
10. Shahjahan, A., Supekar, N. T., Gleinich, A. S. y Azadi, P. Deducing the N- and O- Glycosylation Profile of the Spike Protein of Novel Coronavirus SARS-CoV-2. *Glycobiology*. 2020; cwaa042. <https://doi.org/10.1093/glycob/cwaa042>.
11. Sanda, M., Morrison, L. and Goldman, R. N- and O-Glycosylation of the SARS-CoV-2 Spike Protein. *Anal. Chem.* 2021; 93(4): 2003-2009.
12. Guttman M and Lee KK. Site-Specific Mapping of Sialic Acid Linkage Isomers by Ion Mobility Spectrometry. *Anal. Chem.* 2016; 88(10): 5212-5217.
13. Jin, C., Harvey, D. J., Struwe, W. B., and Karlsson, N. G. Separation of Isomeric O-Glycans by Ion Mobility and Liquid Chromatography-Mass Spectrometry. *Anal. Chem.* 2019; 91(16):10604-10613.
14. Harvey, D. J., Seabright, G. E., Vasiljevic, S., Crispin, M., and Struwe, W. B. Isomer Information from Ion Mobility Separation of High-Mannos Glycan Fragments. *J. Am. Soc. Mass. Spectrom.* 2018; 29(5): 972-988.
15. Barroso, A., Giménez, A., Konijnenberg, A., Sancho, J., Sanz-Nebot, V. y Sobott, F. Evaluation of Ion Mobility for the Separation of Glycoconjugate Isomers Due to Different Types of Sialic Acid Linkage, at the Intact Glycoprotein, Glycopeptide and Glycan Level. *J. Proteom.* 2018; 173: 22-31.
16. Hofmann, J., Hahm, H. S., Seeberger, P. H., and Pagel, K. Identification of Carbohydrate Anomers using Ion Mobility-Mass Spectrometry. *Nature*. 2015; 526: 241-244.
17. Depland, A. D., Renois-Predelus, G., Schindler, B. u Compagnon, I. Identification of Sialic Acid Linkage Isomers in Glycans using Coupled InfraRed Multiple Photon Dissociation (IRMPD) Spectroscopy and Mass Spectrometry. *Int. J. Mass Spectrom.* 2018; 434: 64-69.



ANÁLISIS DIFERENCIAL DE ACEITES DE OLIVA CON PE-GASUS® GC-HRT Y LA FUNCIÓN REFERENCE DE CHROMATOOF-HRT®

LECO Corporation; Saint Joseph, Michigan USA

Palabras clave: Aceite de oliva, GC-HRT, HS-SPME, ChromaTOF Reference, fraude alimentario, alta resolución, masa exacta

1. Introducción

La caracterización de productos alimenticios, incluyendo su análisis diferencial, es importante en la industria alimentaria para el control de calidad, diferenciación de marca y autentificación de materiales y productos. La cromatografía de gases (GC) acoplada a espectrometría de masas con analizador de tiempo de vuelo (TOFMS) de alta resolución aísla los analitos individuales en matrices complejas mediante una elevada resolución cromatográfica ypectral y proporciona identificaciones de los compuestos con un alto grado de

confianza mediante una precisión de masa líder en la industria. Además, la búsqueda automatizada de picos (Peak Finding) y las herramientas de comparación de muestras como "Reference" en el software ChromaTOF-HRT® proporcionan una rápida caracterización y diferenciación de muestras para ayudar a investigadores a determinar con confianza qué hay en la muestra y si debería estar ahí. Dichas herramientas analíticas se emplearon para realizar un análisis no dirigido de volátiles responsables del aroma y flavor de muestras representativas de dos tipos de aceites de oliva, el virgen extra y ligero para la diferenciación de las distintas va-

NOVEDADES TÉCNICAS

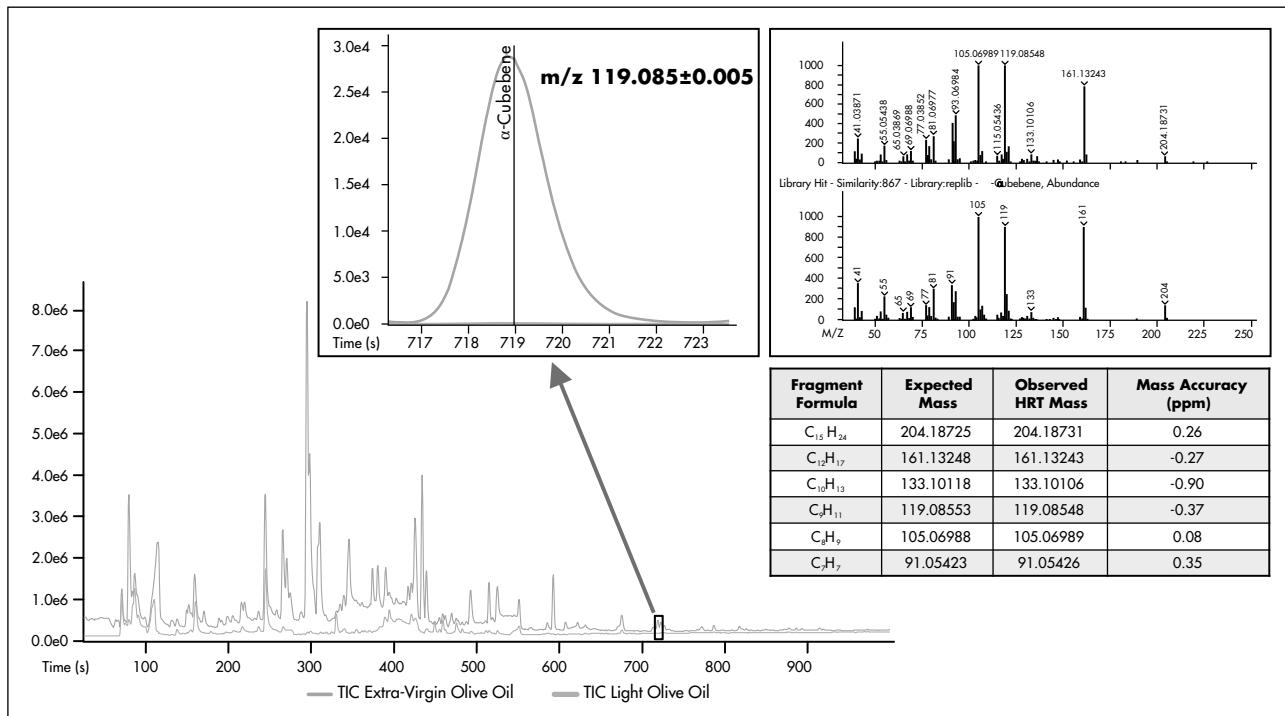


Figura 1. Superposición de cromatogramas TIC representativos para aceites de oliva virgen extra (trazo naranja) y aceite ligero (trazo verde) para el mismo productor. El α -Cubebeno, indicativo del aceite virgen extra, es resaltado con un cromatograma XIC de la $m/z 119.085 \pm 0.005$. Los espectros deconvolucionados y de librería se muestran con una similitud próxima a 900. La información de masa exacta añade confianza a esta identificación con excelente concordancia en las masas HRT esperadas y observadas para el ion molecular y también para diversos fragmentos con exactitudes inferiores a 1 ppm.

riedades de aceites y la determinación del origen de los analitos no esperados en las distintas muestras. De esta forma, también facilitaría la detección de fraudes mediante la distinción del aceite de oliva virgen extra del ligero o de otros aceites comestibles.

2. Experimental

Muestras: Se analizaron aceites de oliva virgen extra y light de un solo fabricante. Se introdujeron 2 gramos de cada muestra en viales SPME de 10 mL y se sellaron con tapones con septum. **Condiciones de HS-SPME:** El muestreo HS-SPME se realizó con una fibra de divinilbenceno / carboxeno / polidimetilsiloxano (50/30 μ m DVB / CAR / PDMS, Supelco, Bellefonte, PA, EE. UU.). Cada muestra se incubó a 40 °C durante 5 min previo a su extracción durante 25 min a la misma temperatura. **Análisis de datos:** Los datos se analizaron con el software ChromaTOF-HRT® de LECO. La función “Reference” de ChromaTOF se utilizó como herramienta de selección de características para determinar las diferencias de analitos entre los aceites de oliva extra

virgen y ligero. Esta herramienta de análisis calcula la concentración relativa de analitos en una muestra con respecto a una referencia especificada por el usuario y clasifica cada pico de analito para indicar la similitud con la referencia. Los analitos que están presentes tanto en la referencia como en la muestra se etiquetan como “Match” o “Out of Tolerance” según sus concentraciones relativas en comparación con un umbral especificado por el usuario. “Not Found” y “Unknown” indican analitos que solo están presentes en la referencia o en la muestra, respectivamente.

GC-TOFMS (Pegasus® GC-HRT) Conditions	
Injection	SPME desorption for 2 min @ 250 °C
Carrier Gas	He @ 1.5 mL/min
Column	Rxi-5ms, 30 m x 0.25 mm i.d. x 0.25 μ m coating (Restek, Bellefonte, PA, USA)
Temperature Program	2 min at 40 °C, ramped 12 °C/min to 250 °C, held 3 min
Transfer Line	Temperature set to 250 °C
Acquisition Mode	High Resolution, R= 25,000 (FWHM)

GC-TOFMS (Pegasus® GC-HRT) Conditions	
Mass Range	33-400 <i>m/z</i>
Acquisition Rate	6 spectra/s
Source Temp	250 °C

3. Resultados y discusión

La caracterización y diferenciación de muestras de aceite de oliva virgen extra y ligero del mismo fabricante se exploró mediante el uso del Pegasus GC-HRT® de LECO. Los distintos analitos se determinaron con las herramientas de procesamiento automatizado de ChromaTOF y se detectaron diversos tipos de compuestos, incluidos ésteres, alcoholes, aldehídos, cetonas, terpenos, etc. Dichos analitos tienen marcadas propiedades de sabor y aroma y pueden ser útiles para comprender las propiedades sensoriales de las muestras.

Al superponer los chromatogramas TIC representativos para cada muestra (Figura 1) se observaron muchas diferencias cualitativas, que fueron evidenciadas todavía aún más de forma automática mediante la función Reference del software ChromaTOF-HRT. Dicha herramienta permite la selección de características

para identificar analitos diferenciadores de las muestras y potenciales marcadores para detectar el fraude alimentario. En este caso, la función Reference se aplicó al aceite de oliva virgen extra especificado como referencia y al aceite de oliva ligero como muestra. Los picos en la muestra clasificados como "Not found" o "Out of tolerance" con valores de concentración pequeños son indicativos de aceite de oliva virgen extra. Por el contrario, "Unknown" y "Out of tolerance" con valores de concentración grandes son indicativos de aceite de oliva ligero.

El analito resaltado en el chromatograma XIC de la Figura 1, α -Cubebeno, es un sesquiterpreno con propiedades de olor a hierbas que fue un ejemplo de un analito "Not found" (presente en el aceite de oliva extra virgen, pero no en el aceite de oliva ligero). En las Figuras 2 y 3 se muestran dos ejemplos de "Out of Tolerance" con concentraciones bajas y altas, respectivamente. El alcohol feniletilílico (Figura 2) es un compuesto que tiene propiedades de olor floral y se encontró fuera de tolerancia con un valor de concentración bajo (14,74%), siendo indicativo de aceite de oliva virgen extra. El heptano (Figura 3), compuesto fuera de tolerancia con un alto valor de concentración (535,4%) relativo a la referencia, tiene propiedades de olor dulce

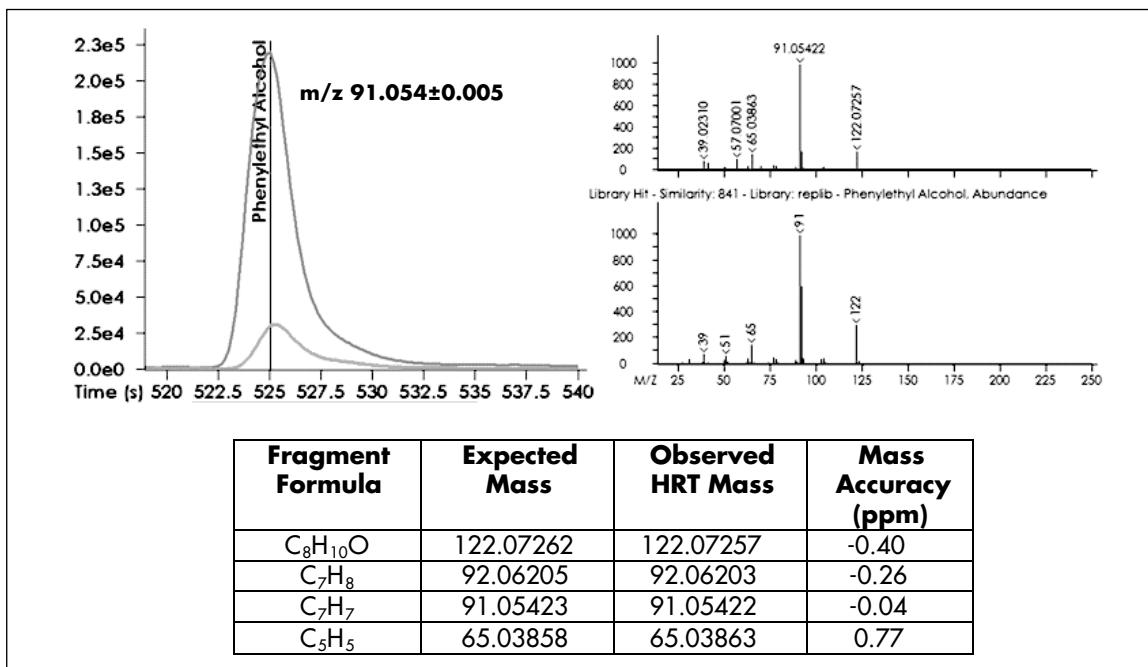


Figura 2. Se muestra el alcohol feniletilílico, un analito "fuera de tolerancia" indicativo de aceite de oliva virgen extra. XIC 91.054 ± 0.005 cromatogramas muestran el analito presente en niveles más altos en aceite de oliva virgen extra (naranja) que en el aceite de oliva ligero (verde). Se muestran los espectros deconvolucionados y de biblioteca, así como información de masa exacta para los iones moleculares y de fragmentos.

NOVEDADES TÉCNICAS

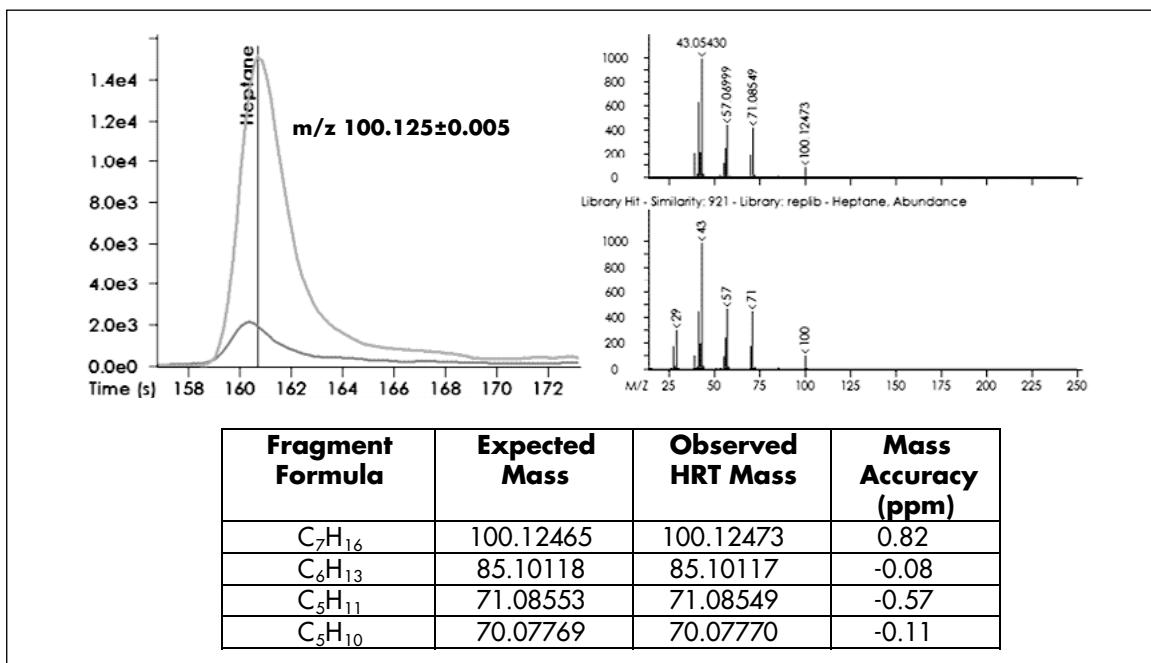


Figura 3. Se muestra el heptano, un analito “fuera de tolerancia” indicativo de aceite de oliva ligero. Los cromatogramas XIC 100,125 ± 0,005 muestran el analito presente en niveles más altos en el aceite de oliva ligero (verde) que en el aceite de oliva virgen extra (naranja). Se muestran los espectros deconvolucionados y de biblioteca, así como información de masa exacta para los iones moleculares y de fragmentos.

y etéreo y es indicativo de aceite de oliva ligero. En cada caso, la identificación se determinó haciendo coincidir las bases de datos de la biblioteca del NIST y la información de masa precisa para los iones moleculares y de fragmentos proporcionó confianza, con precisiones de masa inferiores a 1 ppm.

4. Conclusiones

Este estudio demuestra cómo las herramientas analíticas de LECO ofrecen las capacidades para caracterizar muestras complejas de alimentos y facilitar la detección del fraude alimentario. El Pegasus GC-HRT proporcionó la exactitud y resolución de masa líder en la industria necesarias para aislar analitos individuales dentro de matrices de muestra complejas e identificar analitos con seguridad.

Los analitos se identificaron utilizando las herramientas automatizadas de procesamiento de datos en el software ChromaTOF-HRT de LECO, con exactitudes de masa de menos de 1 ppm logradas de forma rutinaria para complementar los resultados de búsqueda de la biblioteca. Se empleó una comparación entre una muestra de aceite de oliva extra virgen y

ligero para demostrar un enfoque de análisis diferencial utilizando la función “Reference” de ChromaTOF. Esta herramienta determinó rápidamente las similitudes y diferencias de analitos representativas entre las muestras de aceite de oliva.

Este enfoque de análisis de datos ofrece capacidades de selección de características para determinar los analitos que son característicos de cada tipo de muestra y potenciales marcadores para detectar el fraude alimentario en el etiquetado incorrecto de aceites comestibles.

https://eu.leco.com/images/SepSci-Application-Library/PEG_GC-HRT OLIVE_OILS_REFERENCE FEATURE_203-821-477.pdf





APPLICATION NOTE AN131

INSTRUMENT DETECTION LIMIT (IDL) FOR THE SCION SQ GC-MS

KEY WORDS: Instrument detection limit (IDL), GC-MS system, Gas chromatography– mass spectrometry (GC-MS)

INTRODUCTION

The SCION Instruments Single Quad (SQ) GC-MS is known for its exceptional performance, the SQ models are capable of handling a wide variety of GC-MS SQ applications. The design is lens free to reduce the loss of ions and increase detector sensitivity. In addition, the heated optics and an Extended Dynamic Range (EDR) detector enable the SCION SQ to deliver accurate quantification and identification. The exceptional design of this device results in high sensitivity and this results in a low IDL.

Instrument detection limit (*IDL*)

The instrument detection limit (*IDL*) of the mass Spectrometer (*MS*), is defined as the lowest concentration (of an analyte) that can be statistically distinguished from the noise level. The *IDL* can be calculated using different methods.

One of the methods uses the relation between the standard deviation (*STD*) of the measured area and the statistical confidence factor *t*. The calculation can be done using the one sided student t-distribution when number of the measurements is below 30.

$$IDL = (t_{\text{tabla}} \times STD) \left(\frac{\text{Concentration standard}}{\text{Area}} \right)$$

Another method uses the signal to noise ratio (SNR). SNR is a measure of the IDL using the root mean square (RMS) which is the standard deviation of the noise.

$$IDL = 3 \times RMS \text{ noise}$$

The *IDL* is a concept derived from the limit of detection (*LOD*) but these terms should not be confused. The *LOD* is the smallest quantity of analyte that is significantly different from the blank. It can be used for qualitative analysis, but not for quantitative analysis. It is often determined on the basis of three times



Figure 1. SCION Instruments 8300 and 8500 GC with 8700 SQ-MS and a 8400 pro autosampler.

NOVEDADES TÉCNICAS

the noise level. To simplify, the *LOD* is method specific, while the *IDL* is practically a test set for sensitivity.

Experimentation

The SQ-MS can be implemented on both the 8300-GC as well as on the 8500-GC platform. The Scion 8500-GC analyser used for the determination of the IDL was equipped with an 8400 pro autosampler.

For all experiments 200 fg/ μ L OFN in iso-octane was used. The IDL value will be determined on multiple SQ-MS systems.

Table 1. Analytical conditions 8x00-GC analyser.

Injector	Split/Splitless, 240 °C
Column	Scion-5 MS
Carrier	Helium, 1 mL/min (pressure pulse)
Autosampler	8400 Pro
Software	Compass CDS

Table 2. Analytical conditions Scion SQ GC-MS.

MS transfer line temperature	250 °C
Ion source temperature	200 °C
Ionization mode	EI
Scan start	3.30
Scan mode	Full Scan

Results

For the first IDL calculation method a series of eight injections was used. When looking in the t-table it shows a value of 2.9978 ($n = 7$, 99% confidence).

For the eight 200 fg measurements of system 1 the mean value of the area is 8647 with a STD of 455. This gives an IDL of $(2.9978 \times 455) / (200 \times 8647) = 31.6$ fg.

System 2 has a mean value of 9235 with a STD of 384. This gives an IDL of $(2.9978 \times 384) / (200 \times 9235) = 24.9$ fg.

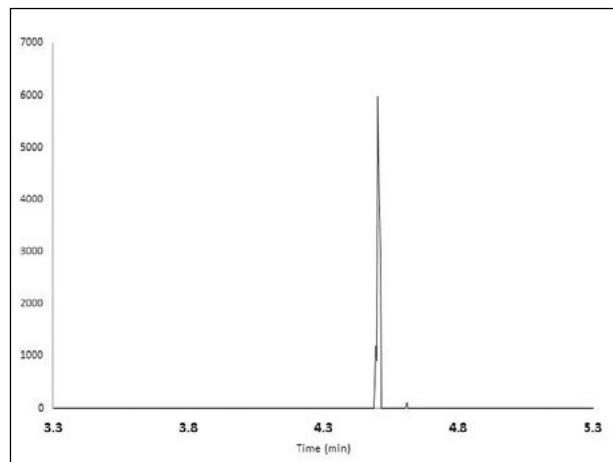


Figure 2. EI full scan extracted ion chromatogram of m/z 272 from 200 fg OFN.

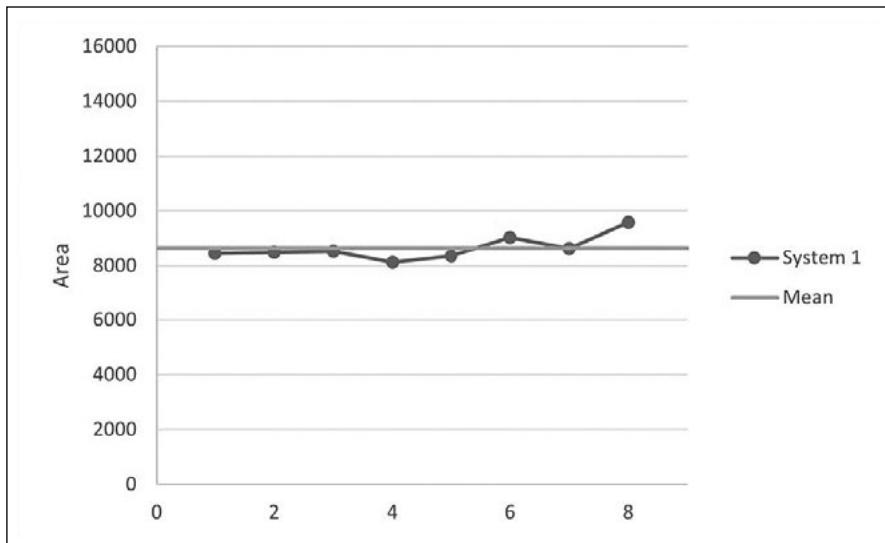


Figure 3. Peak area response for eight measurements of 200 fg OFN from system 1.

CONCLUSION

The Scion 8500-GC analyser equipped with a split/splitless injector, Scion Instruments column and a Scion Instruments SQ-MS is perfectly capable for analysis on ultra-trace level.

The level of IDL's achieved for both calculation methods are excellent and opens up new possibilities for applications in different field of analysis.

The Scion SQ-MS is available in a select (EI with unheated quad), prime (EI with heated quad) and premium model. (EI/CI with heated quad)

All test were done on the select base model.

The Average IDL of the two systems is 28.3 fg, this means that a concentration equal or greater than 28.3 is detectable with a 99% probability.

The other method using three times the noise as a calculation for the IDL shows significant lower results than the other method. In table 3 it is shown that the IDL's for both systems are lower than 1 fg for EI source SQ's.

Table 3. Average IDL concentrations in fg using the two different calculations.

	t-table IDL fg	3*RMS noise IDL fg
System 1	31.6	<1
System 2	24.9	<1

SCION Instruments

UK

Livingston Business Centre
Kirkton South Road, Livingston
West Lothian EH54 7FA
Scotland, UK
Phone +44 1506 300 200
sales-eu@scioninstruments.com

The Netherlands

Amundsenweg 22-24
4462 GP Goes,
The Netherlands
Phone +31 (0) 113 287 600
sales-eu@scioninstruments.com

NOVEDADES TÉCNICAS



ANÁLISIS DE NITROSAMINAS

El análisis de nitrosaminas en medicamentos es un parámetro en el que se han focalizado casi todas las agencias reguladoras internacionales, como la FDA (Food and Drug Administration) y la EMA (European Medicines Agency), a raíz de algunas impurezas detectadas en los medicamentos del grupo de los sartanes como el Valsartán, Losartán, Candesartán, Olmesartán e Irbesartán.

El 90% de las nitrosaminas se consideran sustancias carcinógenas, por lo que se requiere un estricto control para detectar su presencia y realizar su cuantificación. En julio de 2018, las autoridades sanitarias tomaron conciencia por primera vez de la presencia de N-nitrosodimetilamina (NDMA), una impureza de nitrosamina, en productos que contenían Valsartán.

Los métodos de detección de nitrosaminas más fiables son la cromatografía de gases o líquida acopladas a un detector de masas. Las agencias americana y europea (FDA y EMA, respectivamente), han emitido

sendas directrices sobre los límites permitidos de estas impurezas en productos farmacológicos.

Scharlab ofrece dos disolventes aptos para este análisis: Diclorometano Scharlau para GC-MS (CL0346) y Metanol Scharlau para LC-MS (ME0326). En ambos disolventes, Scharlab asegura la ausencia de nitrosaminas siguiendo las metodologías de la norma EPA 8270, lo que hace que estos productos sean idóneos para este tipo de análisis.

Además de los disolventes, Scharlab también dispone de patrones de nitrosaminas para su análisis y control, así como de las columnas de cromatografía de gases y de líquidos necesarias para estos análisis.

Toda la información relacionada con este análisis se recoge en un PI de análisis de nitrosaminas de Scharlab.

<https://www.scharlab.com/publicaciones-publicacion.php?p=1264>



NORMAS DE PUBLICACIÓN

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

CTA CONSTA DE LAS SIGUIENTES SECCIONES:

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

ARTÍCULOS CIENTÍFICOS

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

Normas generales de publicación

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

Los trabajos deberán estar escritos a doble espacio, con un tamaño de fuente de 10 ó 12 pt y cada página deberá ir numerada. El tamaño de los trabajos estará comprendido entre 10 y 30 hojas (DIN A4)

incluidas tablas, figuras y bibliografía y deberán enviarse por e-mail a cualquiera de las siguientes direcciones:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

NUEVAS TESIS DOCTORALES

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

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

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA - ARTÍCULOS DE INTERÉS

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

NOTAS TÉCNICAS

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

NOVEDADES TÉCNICAS

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

PUBLICIDAD

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

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

OTRAS SECCIONES

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

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

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

Dra. Ana Cristina Soria Monzón

Instituto de Química Orgánica General, CSIC.
Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid.

Tel.: +34 912 587 559
acsoria@iqog.csic.es

Dra. Ana Isabel Ruiz Matute

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

Dra. Mariluz Sanz Murias

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

Dr. Mario Fernández Martín

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



Sistema de UHPLC Thermo Scientific™ Vanquish™ Neo **Más que brillante**

- **Superando el estado del arte,**
LC nano, capilar y de microflujo todo en su operación con LC-MS de alta sensibilidad
- **Superando la innovación**
Mejore su productividad, aumente el rendimiento y trabaje exento de problemas a largo plazo.
- **Superando todas las posibilidades**
Permite a los usuarios de LC-MS, tanto expertos como novatos, obtener resultados de alta calidad.

 Más información en thermofisher.com/vanquishneo

thermo scientific

