

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

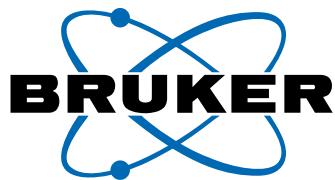
50
1972-2022
ANIVERSARIO
GCTA

SECYTA

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AFINES

BOLETÍN DE LA SECYTA
VOLUMEN 43 NÚM. 1 (2022)
WWW.SECYTA.ORG

43

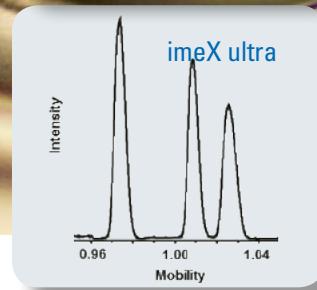
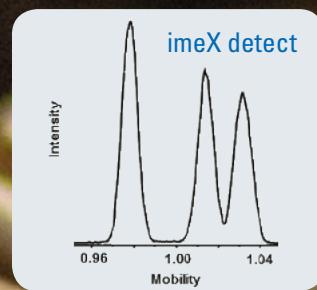
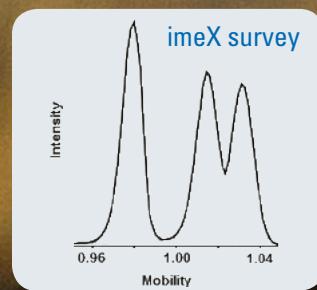


Bruker timsTOF™

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, 2022, Vol. 43, núm. 1

ISSN 1132-1369

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

ÍNDICE

2 EDITORIAL

ARTÍCULO

- 3 Benefits of Collision Cross Section (CCS) data obtained by UPLC-ESI-IMS-QTOF MS and GC-APGC-
IMS-QTOF for small molecules identification in screening applications. *D. Izquierdo-Sandoval,
J. V. Sancho, T. Portolés*

NOTICIAS DE LA SECyTA

- 15 XXI Reunión Científica de la SECyTA (50ª Reunión Científica del GCTA).
18 Nuevos socios
20 Premio a socios
21 Otros premios de divulgación
22 1ª Edición del Premio SECyTA a la mejor Tesis Doctoral en Cromatografía y Técnicas Afinas

INFORMACIONES

- 23 In memoriam Prof. M.ª Cruz Moreno Bondi
24 Red Nacional para la innovación en las técnicas de tratamiento de muestras miniaturizadas
26 Congresos celebrados
31 Calendario de actividades
32 Nuevas Tesis Doctorales

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

- 34 Artículos de interés

DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS

- 38 Notas técnicas
56 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.91-5622900

Publicidad: Mario Fernández (mario@iqog.csic.es)
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)
Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid. Tel.91-5622900

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,

Hemos retomado ya la normalidad en nuestras actividades presenciales, tanto en las Universidades y Centros de Investigación, como en nuestra vida cotidiana. La sociedad ha tomado aún más conciencia de la importancia de la Ciencia y la Investigación y, gracias a ello, en este año a nivel académico se ha reactivado la celebración presencial de cursos y congresos. Estábamos deseando retornar a ese contacto esencial con los estudiantes en las aulas, a la vida universitaria y a la riqueza de esas vivencias y, por supuesto, a volver a encontrarnos con los colegas y compartir experiencias científicas y personales.

Por ello, por fin en este año celebraremos de modo presencial la XXI Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA 2022), que tendrá lugar en Almería, del 25 al 27 de octubre de 2022, organizada por el grupo de la Profesora Ana Agüera. Además, esta es una reunión muy especial, no solo por poder celebrarla después de tres años, sino que también en esta edición celebraremos el 50 Aniversario de la constitución del "Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines", en el marco de la Real Sociedad Española de Física y Química, origen de la actual SECyTA. También aprovecharemos para entregar la medalla de oro de la Sociedad a nuestro compañero y socio más antiguo, el Profesor José Carlos Díez-Masa, que también fue presidente de SECyTA, acto que quedó pospuesto por la pandemia. Contamos como conferenciantes invitados con destacados especialistas nacionales y extranjeros que expondrán las novedades en el desarrollo y aplicación de técnicas separativas en diferentes campos.

Es también una novedad en este año la creación del **Premio SECyTA a la mejor Tesis Doctoral en Cromatografía y Técnicas Afines**. Desde hace tiempo, y tal como informamos en la última asamblea, era nuestra intención que la SECyTA estableciese un Premio destinado a los jóvenes investigadores socios, de modo que ponemos en marcha esta primera edición en este año y nos hace especial ilusión. Considerando las circunstancias tan adversas del año 2020, hemos creído conveniente permitir participar en esta primera ocasión, no sólo a los socios que presentaron sus Tesis en 2021, sino también a los que las presentaron en 2020, concediendo dos premios que serán entregados durante el congreso.

Igualmente seguimos contando con los **Premios José Antonio García Domínguez**, patrocinados por Bruker, y que tanto estimulan a los jóvenes socios, agradeciendo muy sinceramente su compromiso con SECyTA y con estos jóvenes investigadores. Queremos agradecer desde aquí igualmente a todos nuestros patrocinadores que contribuyen al éxito de esta reunión y que también apoyan a nuestro Boletín.

También en esta reunión 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, aportando vuestra contribución a esta Sociedad.

Os animamos a asistir a Almería y celebrar juntos estos 50 años de cromatografía y técnicas afines. ¡Nos vemos pronto!

Un abrazo,

ANA M. GARCÍA CAMPAÑA
Presidenta de SECyTA

ARTÍCULO

Benefits of Collision Cross Section (CCS) data obtained by UPLC-ESI-IMS-QTOF MS and GC-APGC-IMS-QTOF for small molecules identification in screening applications

D. Izquierdo-Sandoval, J. V. Sancho, T. Portolés

Environmental and Public Health Analytical Chemistry, Research Institute for Pesticides and Water (IUPA), University Jaume I, Av. Sos Baynat, 12006, Castellón de la Plana, Spain. e-mail: dsandova@uji.es

ABSTRACT

The coupling ion mobility separation to high-resolution mass spectrometry (IMS-HRMS) techniques, usually hyphenated with liquid or gas chromatography (LC/GC), are advanced tools for wide-scope screening for a large number of organic contaminants and residues in different fields of application. IMS technology provides an additional separation based on the charge, shape, and size of the ionized compounds facilitating the removal of matrix interferents and the separation of certain isomeric/isobaric species improving the method selectivity. From the measured drift time (DT) the rotationally averaged collision cross-section (CCS) can be calculated, a robust and matrix-independent parameter that permits enhancing the identification power of compounds in screening applications.

In this work selected examples from different research projects are used to illustrate the benefits of including ion mobility separation and CCS data in LC-ESI-QTOF-MS and GC-APCI-QTOF-MS screening methodologies. First of all, it is possible to improve the identification power of the screening strategy when using data-independent acquisition since DT alignment of low and high energy spectra allows “removing” chromatographically co-elutants ions that mask the compound of interest. Furthermore, the inclusion of CCS deviation (e.g. < 2%) into the identification criteria is an extra value to enhance the reliability in the identification of target screening and also in the tentative identification of suspect compounds using CCS prediction tools. Additionally, the extensive collection of mobility data for LC and GC-amenable relevant multiclass organic pollutants generated CCS information for different adducts and ionic species.

1. INTRODUCTION

Hyphenated techniques such as chromatography-mass spectrometry, especially using high-resolution mass

spectrometry instruments (HRMS), are powerful tools for the identification of a larger number of compounds in a wide range of matrices¹⁻⁵ which is used for residue analysis in food, has gained wider acceptance in the last few years. This development is due to the availability of more rugged, sensitive, and selective instrumentation. The benefits provided by HRMS over classical unit-mass-resolution tandem mass spectrometry are considerable. These benefits include the collection of full-scan spectra, which provides greater insight into the composition of a sample. Consequently, the analyst has the freedom to measure compounds without previous compound-specific tuning, the possibility of retrospective data analysis, and the capability of performing structural elucidations of unknown or suspected compounds. HRMS strongly competes with classical tandem mass spectrometry in the field of quantitative multiresidue methods (e.g., pesticides and veterinary drugs). The incorporation of HRMS instruments in screening strategies makes possible the monitoring of a practically infinite number of substances thanks to the full-spectrum acquisition of accurate-mass data⁶. Furthermore, the use of hybrid HRMS mass analysers, such as quadrupole-time of flight (QTOF), offers the possibility of sequentially acquiring MS data about precursors and products ions in the same run, considerably increasing the identification potential of the screening without compromising the detection power of the analysis. However, the co-elution of other ionisable compounds can produce fragmentation spectra of difficult interpretation, particularly in complex sample matrices⁷.

Over the past decade, the coupling of ion mobility with HRMS instruments (IMS-HRMS) has proven to be an excellent tool for enhancing the power of target, suspect, and non-target screening⁷⁻⁹. Briefly, in IMS the ions are separated due to their shape-dependent velocities in an electric field when colliding with buffer gas, usually (N₂) or helium (He). The time it takes for the ions to go over through the mobility cell is called drift time (DT) and is measured in milliseconds since that separation occurs faster than chro-

matographic elution (seconds) but at a rate less than time-of-flight mass spectrometry (μ s), the overall peak capacity increases considerably¹⁰. Due to the great potential shown by IMS, different types of IMS platforms are commercially available. The simplest form of IMS is drift tube IMS (DTIMS) in which the electric field is linear and constant over time. DTIMS is a time-dispersive technique, that is, ion mobility is measured as a function of the time spent in a drift tube. The number of collisions with the gas determines the mobility rate, compact ions drift faster than elongated ones for a given charge. Another time-dispersive technique is traveling wave IMS (TWIMS), in this case, a wave-form electric field based on the alternation of different currents and voltages travels through the mobility cell to propel the ions¹¹. In trapped IMS (TIMS), the drift gas pushes the ion to the detector whereas an electric field, that increases over the length of the cell, pulls them to the entrance. Each ion will be trapped at a certain location of the cell where the opposite forces match based on its mobility and will be released by decreasing the field¹².

Drift time measurements can be converted into a collision cross-section (CCS) value based on the application of the Mason-Schamp equation for DTIMS or on the measurement of calibrating standards with already established CCS values for TWIMS and TIMS instruments¹³. The CCS parameter, expressed in \AA^2 , is independent of the complexity of the matrix and the concentration, moreover, CCS is orthogonal to other molecular indicators used as identification criteria such as product pattern, m/z ratio, or chromatographic retention time (t_R)⁷. There is also evidence that CCS presents high reproducibility in inter and intraday studies¹⁴, and between different experimental conditions in interlaboratory experiences when the same IMS technology is used^{15,16}. For these reasons, the inclusion of CCS as a parameter into the criteria applied for the confirmation of candidates enhances the identification power of the screening strategy, becoming an interesting parameter to be included in mass spectra databases¹⁷⁻¹⁹. Unfortunately, the suitability of mobility data in empirical databases is still limited, becoming difficult its implementation in wide-scope suspect or non-target approaches. In this line, the use of *in silico* CCS prediction tools based on data-driven machine-learning models has demonstrated their usefulness for more comprehensive incorporation of IMS into the screening workflow²⁰⁻²². A schematic representation of commercially available IMS forms can be found in the recent review by Hernandez-Mesa, et al.²³.

In the last years, the coupling between liquid chromatography (LC) and IMS-HRMS has been implemented in different applications such as the wide-scope screening of small molecules in a broad range of complex matrices²⁴⁻²⁶ or metabolite profiling²⁷ suitable workflows are needed for analytical target identification in biological samples. The aims of this study were to identify the main metabolites of the synthetic cannabinoids, AMB-CHMICA and 5C-AKB48, using an *in silico*-assisted workflow with analytical data acquired using ultra-high-performance liquid chromatography-(ion mobility spectroscopy. Nevertheless, an important number of (semi)volatile organic contaminants cannot be easily determined by LC, requiring the use of gas chromatography (GC)²⁸. Atmospheric Pressure Chemical Ionization (APCI) designed for GC allows a soft ionization, preserving the molecular and/or quasi-molecular ion in mass spectra. This enables an efficient, rapid, and sensitive wide-scope screening²⁹. IMS-HRMS can be used in combination with GC with APCI source allowing to notably improve the reliability of (tentative) identifications in the monitoring of (semi)volatile compounds in complex matrices³⁰. As far as we know, GC-APCI-IMS-HRMS has been scarcely applied yet³⁰⁻³⁴.

In the present work, the potential benefits of ion mobility separation coupled to GC/LC IMS-QTOF MS instrument for the screening of organic contaminants have been illustrated through different examples, including different applications and matrices in target and suspect approaches.

2. EXPERIMENTAL SECTION

2.1. Samples selected as a case study

Different examples of the benefits of UPLC-ESI-IMS-QTOF MS and GC-APGC-IMS-QTOF MS using real samples gathered through different research projects including fish feed extracts, different fruit and vegetable samples³⁰ and surface waters³⁵. Solid-phase extraction (SPE) with a mixed-mode stationary phase (Oasis HLB, Waters) was employed for the extraction and pre-concentration (x1000) of surface water based on a previous experience in our laboratory³⁶. Different versions of QuEChERS approaches previously used in the laboratory^{37,38} were applied for fish feed, fruits and vegetables samples. For validation purposes, quality controls (QCs) were prepared at different levels using representative matrices.

2.2. Instrumentation

The analysis of the samples was performed using a Waters Acquity I-Class UPLC system (Waters, Milford, MA, USA) and an Agilent 7890N gas chromatograph (Palo Alto, CA, USA) equipped with an Agilent 7693 autosampler, both instruments were connected to a Vion IMS-QTOF (Waters, Milford, MA, USA). Electrospray ionization (ESI) was used as an interface for LC in both ionization modes positive and negative, and APGC v2.0 for GC operating in positive ionization mode.

A CORTECS® C18 2.1 × 100 mm, 2.7 µm fused core column (Waters) was used for LC separation. H₂O (A) and MeOH (B), both with 0.01% formic acid, were used as a mobile phase over a gradient of 18 min at a flow rate of 300 µL min⁻¹. While GC separation was performed using a fused silica DB-5MS capillary column (30 m × 0.25 mm i.d. and 0.25 µm d_f, J&W Scientific, Folsom, CA, USA) with temperature program: 90 °C (1 min); 5 °C/min to 315 °C; 4 min hold (total run 50 min). MS data were acquired using the VION in HDMSe mode, over the range *m/z* 50–1000. All data were processed using an in-house-built accurate mass screening workflow within the UNIFI platform (version 1.9.4, Waters Corporation).

More details about the instrumentation can be found in the works of Celma et al.,³⁵ Izquierdo-Sandoval et al.³⁰ and Righetti et al.³⁹

2.3. Target and suspect screening

Examples of identifications based on a targeted screening approach were performed using two different in-house databases for IMS-HRMS built in our research group. Each database contains a list of entries consisting of different adducts or ionic species of a set of compounds with different physicochemical properties and uses. Information about CCS values, *t*_R and *m/z* of precursor and product ions obtained in low energy (LE) and high energy (HE) spectra, respectively, were collected for each entry. The first CCS library collects information from LC-amenable compounds, including 970 entries of different adduct species of 556 reference standards comprising hormones, pesticides, illicit drugs, pharmaceuticals, new psychoactive substances, and mycotoxins. The second one comprises mobility data for 264 GC-amenable compounds covering flame retardants (brominated and phosphonated), pesticides, polychlorinated biphenyls (PCBs),

polycyclic aromatic hydrocarbon (PAHs), and different emerging contaminants, such as UV-filters, insect repellents, and musks among others. Further details about the development and curation of both databases can be found in the works of Celma et al.,¹⁷ and Izquierdo-Sandoval et al.,³⁰ respectively. Additionally, for suspect screening purposes, Celma et al.,³⁵ included an in-house database with 972 substances with no analytical standards available at our laboratory, covering pharmaceuticals, pesticides, hormones, and illicit drugs, including also metabolites and environmental transformation products.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. CCS insights in GC/LC-IMS-HRMS

Accuracy and precision of CCS measurements

In the course of building the CCS database for UPLC-IMS-QTOF MS, Celma et al.,¹⁷ injected a “System suitability test” (SST) containing nine compounds with reference CCS values provided by the manufacturer. This SST was acquired every 10 injections, across the batch of standard solutions to evaluate the stability of CCS measurements over time. Additionally, the SST was measured (*n* = 10) at the beginning and the end of the sequence. Figure 1 shows the temporal evolution of CCS accuracy across a representative injection run of standards with interspersed SST in the positive ionization mode. The empirical CCS deviation was within an acceptable tolerance, that is below ±2% deviation (mostly <1%), ensuring a good accuracy of the CCS measurement.

In terms of precision, the CCS for each adduct or ionic species was obtained as an average value of the replicates injected at three different concentration levels (1, 10, and 100 µg L⁻¹), both in UPLC-IMS-QTOF MS and GC-IMS-QTOF MS, the RSD observed between replicate values were under 0.3% for most of the entries. No correlation between RSD and standard concentration, CCS value, or ionization mechanism was observed. Figure 2 shows an overview of the general trend observed in terms of RSD (%) for all ionic species during CCS library building for GC-IMS-QTOF MS. The high precision coupled with the excellent accuracy observed for CCS measurements across injections, supports the potential implementation of CCS in wide-scope screening strategies as a powerful parameter for identification purposes.

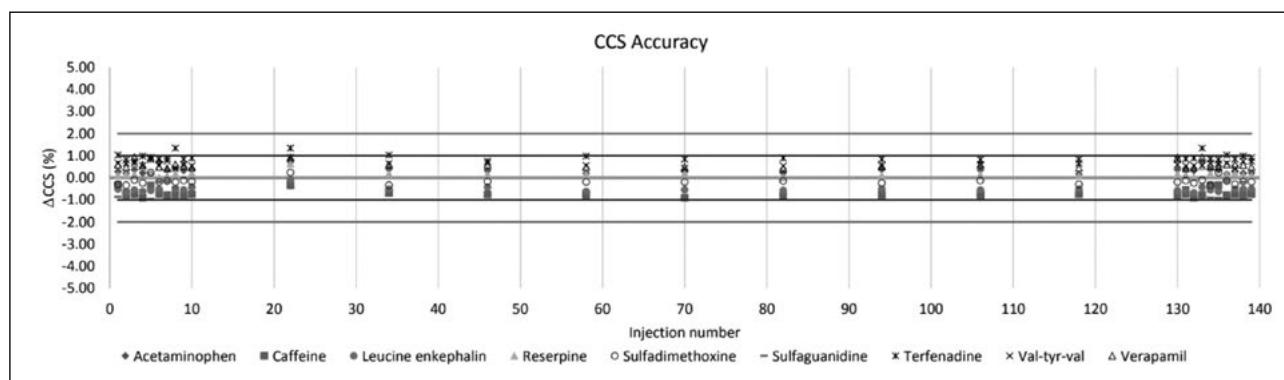


Figure 1. Adapted with permission from Celma et al.¹⁷ Copyright © 2022 American Chemical Society. Temporal evolution of CCS accuracy across a representative analysis during CCS library building. The green line indicates the maximum deviation allowed (2% deviation in CCS), and the blue line indicates the area where most of the experimental values were measured ($\pm 1\%$ deviation in CCS).

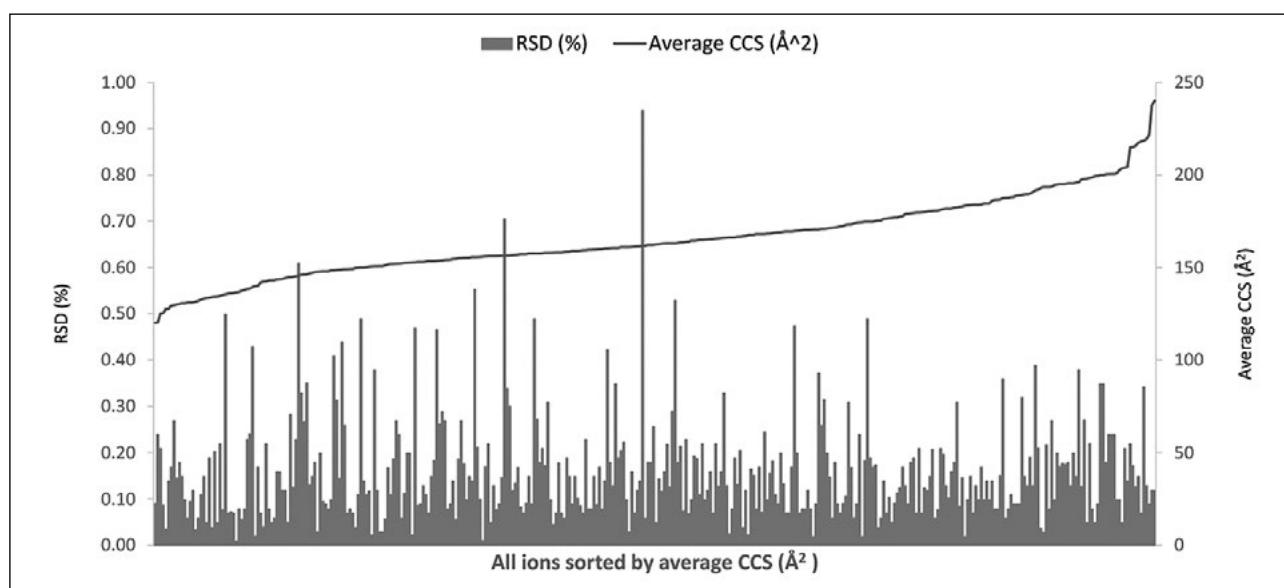


Figure 2. Adapted with permission from Izquierdo-Sandoval et al.³⁰. Copyright © 2022 American Chemical Society. Average CCS value ($n = 6$) and Relative Standard Deviation (RSD) for all ionic species, ion species are ordered employing average CCS values on the x-axis.

Relationship between CCS and mass

Figure 3 shows the CCS values (\AA^2) for different adducts and ionic species acquired by UPLC-IMS-HRMS and GC-IMS-HRMS (electrospray and APCI as ionization sources, respectively). Although CCS and mass present a strong correlation, broad CCS ranges are shown for a specific neutral mass, a possible explanation for this should be the effect of the different charge distributions on the surface of the molecules when they interact with the drift gas. At a more detailed level, other molecular factors such as the ion-

ization size, the chemical backbone, or the different rearrangements can stabilize the charge. A great dependence between mass and CCS exists within those families whose components have a similar skeletal structure such as PAHs, PCBs, or BFRs. However, for those families with higher diversity in the physical-chemical properties of its constituents, such as pesticides, wide CCS ranges for similar masses are observed. Considering the general trend observed, unexpected low CCS values appear for X-ray agents (circled in orange) or BFRs due to their high mass density.

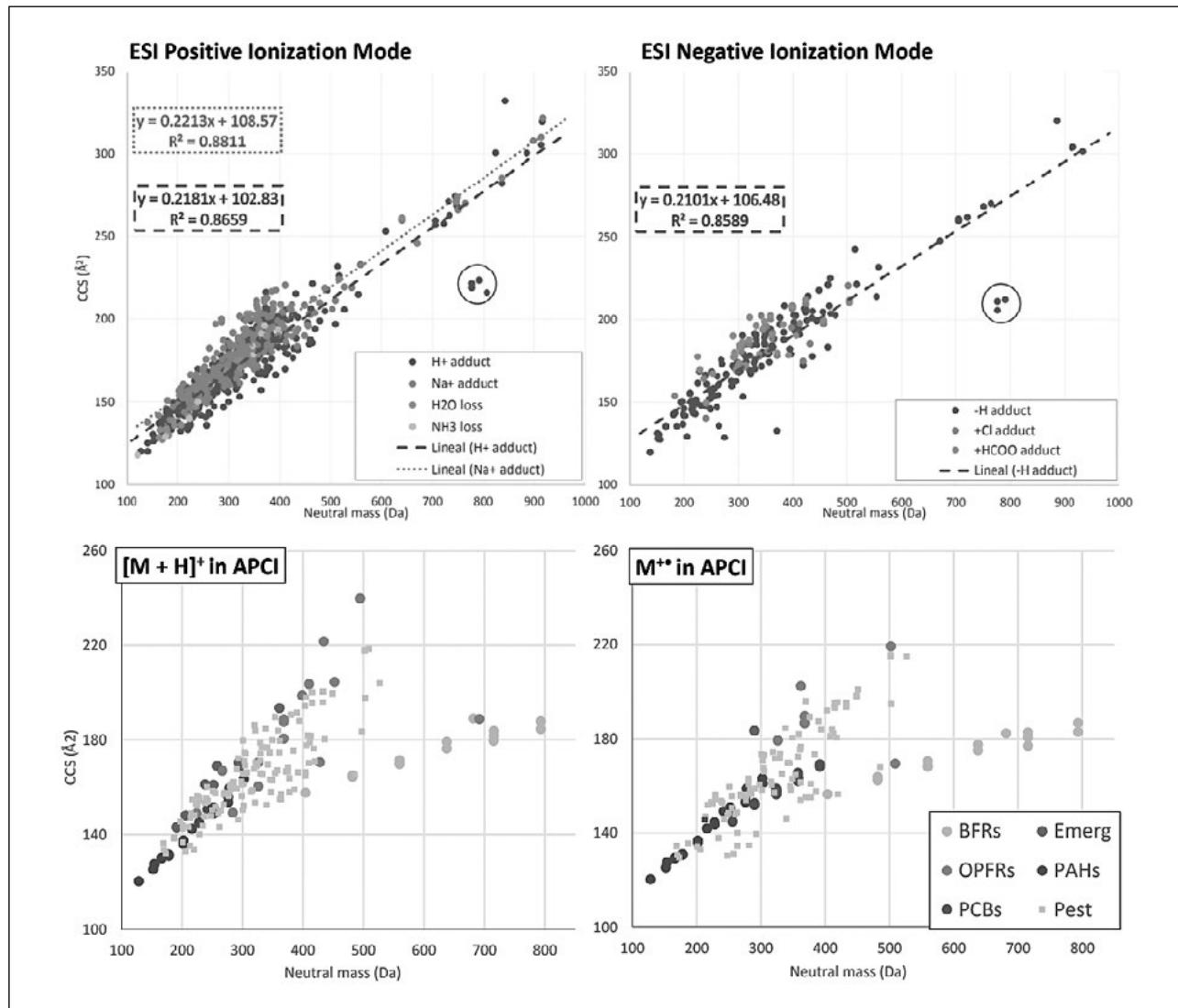


Figure 3. Adapted with permission from Celma et al.,¹⁷ and Izquierdo-Sandoval et al.³⁰ Copyright © 2022 American Chemical Society. CCS values (Å²) of different adducts versus the neutral mass of the molecule (in Da) for both ESI positive (left-above) and ESI negative ionization modes (right-above) and, for both proton transfer conditions in APCI (left-below) and charge transfer conditions in APCI (right-below).

Generally, the different ionic species or adducts of the same molecule have different mobility due to the changes in size that occur when an ion is incorporated or removed from the structure. Figure 4 shows the difference in CCS values for those molecules for which more than one adduct or ionic specie was observed. As it is shown, there is not a constant variation of CCS between protonated and sodiated adducts. The addition of a sodium ion to the molecule can either result in a big increase or decrease in the CCS value compared with the protonated adduct. In

general, the same behavior was observed when comparing protonated and deprotonated (Figure 4b), deprotonated and formate (Figure 4c), and deprotonated and chlorinated adducts (Figure 4d). In the particular case of the molecular ion and protonated molecule acquired with GC-APCI-IMS-QTOF MS (Figure 4e), the CCS difference between both ionic species is lower than 2% for more than 75% of the compounds tested, and no particular trend is observed (bigger or lower CCS) for those values out of this deviation threshold.

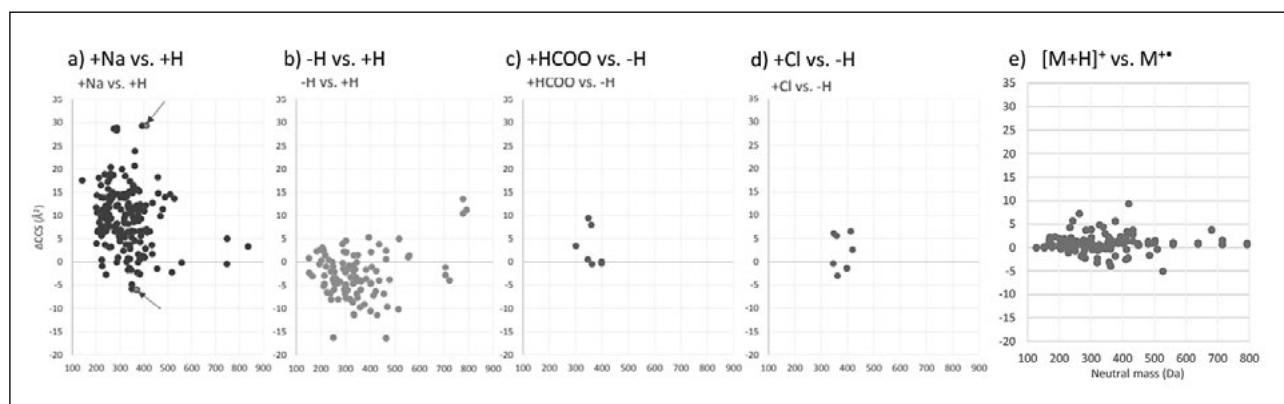


Figure 4. Adapted with permission from Celma et al.,¹⁷ and Izquierdo-Sandoval et al.³⁰ Copyright © 2022 American Chemical Society. Absolute variation of CCS value observed in molecules showing more than one ionic species. (a) Comparison between sodium adduct and protonated molecule, (b) Comparison between deprotonated and protonated molecules, (c) Comparison between formate adduct and deprotonated molecule, (d) Comparison between chlorine adduct and deprotonated molecule and e) Comparison between protonated and molecular ion (APCI). The variation is plotted against the neutral mass of the molecule (in Da).

Robustness of CCS values across different TWIMS instruments

To illustrate the high reproducibility of CCS measurements ($\Delta\text{CCS}\% < 2$) for small molecules, two examples have been selected^{30,39}. The first study is based on an interlaboratory study where CCS measurements for mycotoxins were acquired across different commercially available UPLC-ESI-TWIMS-QTOF MS instruments, specifically Vion IMS QTOF and Synapt G2 Si³⁹. When the same instrument was employed (Vion), 100% of the measurement were observed within the range of $\pm 1.5\%$ of deviation, indeed a high percentage of measurements (93%) showed a bias within the range of $\pm 1\%$. When comparing Vion against Synapt 96.4% of the CCS measurements were within the error threshold of $\pm 2.0\%$. In the next example, CCS values for 84 $[\text{M}+\text{H}]^+$ species acquired by GC-APCI-TWIMS-HRMS were compared with equivalent adducts obtained by UPLC-ESI-TWIMS-HRMS, using the same Vion in both acquisitions. A high degree of similarity ($\pm 1.0\%$) was obtained for 70 of these compounds and only for one pesticide, cyanophos, the bias was outside the range of $\pm 2.0\%$.

3.2. Possibility of resolving co-eluting isobaric/isomeric compounds

MS alone cannot always achieve the separation of certain isomeric compounds, especially for those compounds whose functional groups are in different locations (positional isomers), or for stereoisomers in gen-

eral⁴⁰. It is a common condition that these pairs of isomers show a similar fragmentation pattern and elute in the same chromatographic peak. As a result of the certain orthogonality observed for mobility separation in front of the mass, the separation of some isomeric species before MS can be possible thanks to its different effective areas.

Figure 5 is an illustrative example highlighting the potential of IMS to resolve isomers. Two organochlorine pesticides, aldrin, and isodrin are a pair of regioisomers characterized by GC-APCI-IMS-QTOF³⁰. In this

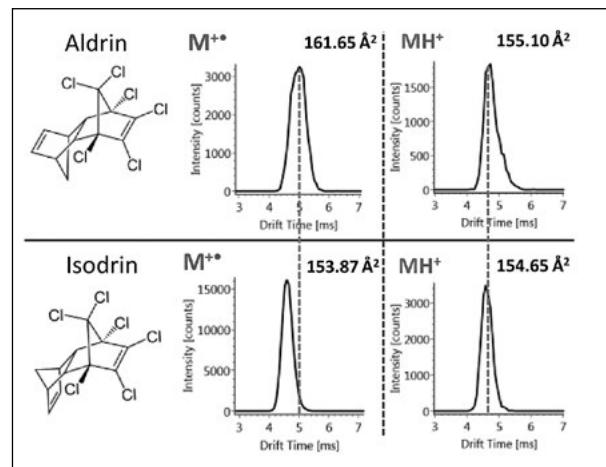


Figure 5. Reprinted with permission from Izquierdo-Sandoval et al.³⁰ Copyright © 2022 American Chemical Society. Mobilograms of aldrin (above) and isodrin (below) for molecular (left) and protonated ions (right).

particular case, $[M+H]^+$ species (155.10 \AA^2 and 154.65 \AA^2 respectively) show similar CCS values. However, for the $M^{+\bullet}$ ions, the difference between both CCS values (161.65 \AA^2 and 153.87 \AA^2 respectively) is large enough to discriminate both structural isomers employing a TWIMS platform. This would suggest that working under ionization mechanism conditions that promote charge transfer in APCI, namely keeping the source dry, should favor the resolution of these two isomers.

A second example was found in the characterization of mycotoxins by using UPLC-TWIMS-QTOF MS³⁹. The separation of two positional isomers derivatives of deoxynivalenol (DON), 3- and 15- Ac-DON, was achieved through drift time when these molecules were identified as sodiated adducts. The CCS values for $[M + Na]^+$ adducts at m/z 361.1.258 for 3-Ac-DON and 15-Ac-DON were 183.4 \AA^2 and 176.7 \AA^2 , respectively. This suggests that the coordination of the sodium atom within the molecular structure possibly enhances the difference in the shape of the ions. This finding is particularly relevant, given that these two isomers exhibit similar fragmentation patterns and, without considering ion mobility, their separation can only be achieved under specific chromatographic conditions, which are incompatible with a wide-scope screening approach⁴¹.

Unfortunately, the current resolving power of typical IMS technologies still represents a barrier to the separation of certain types of isomeric compounds, and new advances in IMS systems are needed to achieve this goal⁴². Among the three current IMS technologies (DTIMS, TWIMS, and TIMS) used in screening applications, trapped IMS is the one that provides the highest resolution in mobility separation²³. The incorporation of cyclotron mobility spectrometry, specially cyclic-TWIMS whose resolution has been shown to increase as increase the number of passes around the device, could potentially enhance the structural evaluation of isomeric species⁴³.

3.3. Cleaner low and high energy spectra IMS alignment

When using data-independent acquisition modes, namely sequential acquisition of MS data at low (LE) and high energy (HE) of the collision cell without pre-selecting precursor ions, interfering ions coming from other substances different from the compound of interest can predominantly result in complex spectra of difficult interpretation. In this sense, IMS separation allows the resolution of chromatographically coelut-

ing substances since all ions deconvoluted in the HE spectra are required to be aligned by retention time and DT with the precursor ion, resulting in much cleaner mass spectra.

Figure 6 shows LE and HE spectra of quintozeno, a fungicide commonly used in orchards and vegetable crops for the control of fungal diseases, of an analytical standard solution (Figure 6a) and in fish feed extract spiked at the same level with the DT aligned (Figure 6b) and non-DT aligned spectra (Figure 6c). The standard and extract were analyzed by GC-APCI-IMS-QTOF keeping the source dry, although for quintozeno that resulted in the formation of two ionic species, protonated and the molecular ion, at the same time. The CCS values acquired for $[M+H]^+$ and $M^{+\bullet}$ were 166.26 \AA^2 and 139.56 \AA^2 , respectively. As a result, two different LE spectra can be obtained for each ionic species in the matrix (Figure 2b), which are comparable with the observed for the reference standard (Figure 2a).

On the one hand, when no IMS is applied (Figure 6c), two significant events take place. First, a mixture of both spectra (from $[M+H]^+$ and $M^{+\bullet}$) is obtained. Second, the spectrum is much more populated with ions that do not come from quintozeno than in the DT-aligned spectrum (Figure 6b) which has a quality comparable to that of the analytical standard. On the other hand, IMS separation allowed “removing” most of the interferent ions from the matrix becoming $[M+H]^+$ and $M^{+\bullet}$ the base peak in LE spectra and, “generating” product ions correspondent to the fragments of the precursor ion species in HE spectra (Figure 6b). The fact that IMS-HRMS provides “clean” spectra reduces the risk of misidentifications or false positive matchings in mass spectral databases. Ion mobility separation notably facilitates the spectral interpretation and identification process in wide-scope screening.

3.4. CCS value as a parameter for compound identification and CCS prediction

One of the strengths of incorporating CCS in our screening strategy is the availability of another parameter complementary to the molecular indicators commonly used for the identification of compounds (chromatographic t_R , m/z or fragmentation spectra). Based on the identification criteria of Schymanski et al.,⁴⁴ a new criterion for the identification of contaminants of emerging concern including CCS values was introduced by Celma et al.¹⁷ Briefly, different levels of structure confirmation are proposed depending on

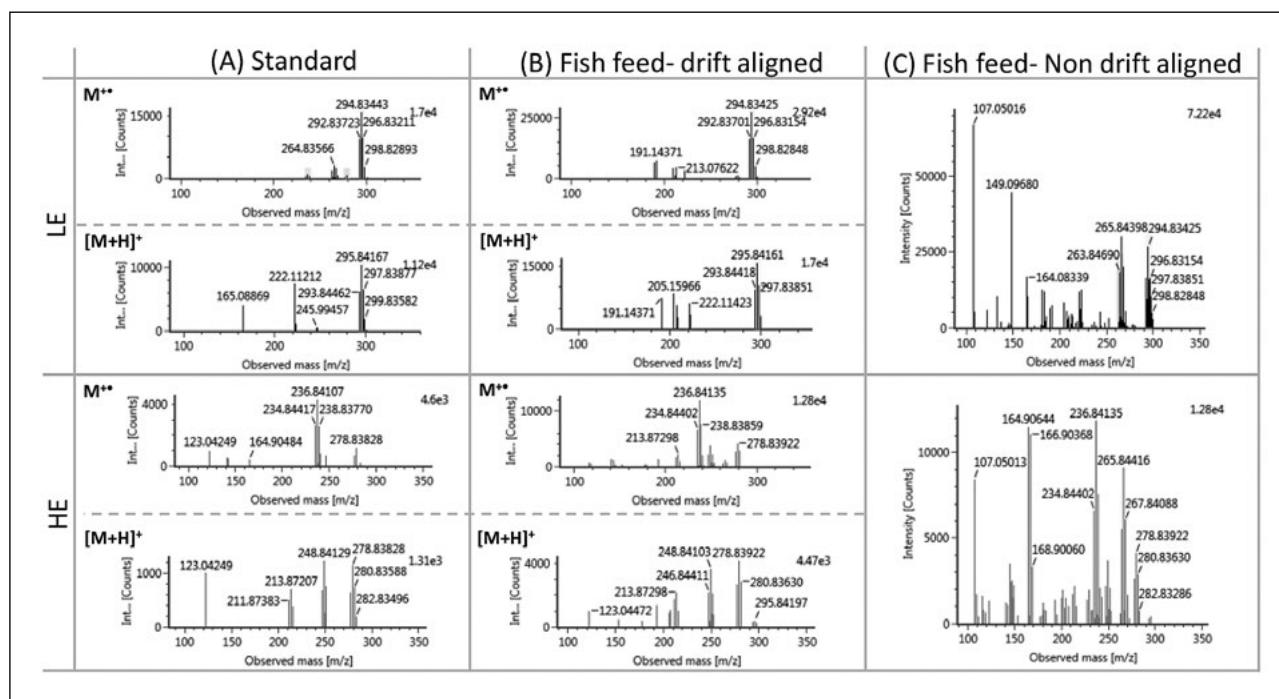


Figure 6. Reprinted with permission from Izquierdo-Sandoval et al.³⁰. Copyright © 2022 American Chemical Society. Comparison of HRMS spectra for quinazoline in analytical reference standard solution at $10 \mu\text{g L}^{-1}$ (A), DT aligned data in fish feed extract spiked at $10 \mu\text{g L}^{-1}$ (B), and non-DT aligned data of the same finding in the same spiked fish feed sample (C). Low energy (LE) and high energy (HE) spectra are shown for both species $[\text{M}+\text{H}]^+$ and M^{++} .

the reliability of the match. At the maximum confirmation stage, level 1, precursor and at least one product must show a mass accuracy $< 3 \text{ ppm}$, CCS error $< 2\%$, and t_R deviation $< 0.1 \text{ min}$ from the analytical reference value.

A good example of supporting the inclusion of CCS into the identification criteria can be observed in the positive finding of fludioxonil in orange using GC-APCI-IMS-HRMS (Figure 7). Figure 7A shows the narrow window-extracted ion chromatogram (nw-XICs) for the sample and the spiked sample. As shown in the previous example, the use of HDMS^E acquisition (Figure 7C) can result in much cleaner spectra in comparison with no IMS DT-aligned HRMS spectra (Figure 7B). The failure in the mass accuracy criterion (mass accuracy $< 3 \text{ ppm}$) for the precursor and neither for any of the fragment ions ($[\text{M}+\text{H}]^+$: 3.3 ppm, F1: -8.2 ppm, F2: -7.0 ppm, and F3: -7.7 ppm) should disqualify this candidate as positive confirmation. However, given that the CCS deviation was within the identification criteria ($\Delta\text{CCS}: -0.11\%$) and the t_R deviation between the sample and the QC is lower than 0.1 min, the identification reliability of this fungicide is enhanced.

Another example is the detection of the fungicide thiabendazole in surface water. In this particular case, the t_R for the thiabendazole analytical standard differs $+0.24 \text{ min}$ from the t_R observed in the sample, failing to meet the criterion established for confirmation ($\pm 0.1 \text{ min}$). Nevertheless, the protonated molecule and three fragments were observed with mass errors below 3 ppm. Furthermore, the CCS deviation between standard and sample was only -0.12% . This example illustrates that t_R affected by matrix composition could result in false-negative identifications, while the application of an unambiguous parameter as CCS provided the extra value needed for confirmation.

As an illustrative example of the benefits of CCS values in a suspect screening approach, Figure 8 shows the potential positive of tricyclazole, a fungicide used during rice blast, in surface water¹⁷. The candidate peak ($[\text{M} + \text{H}]^+; m/z 190.04354$) presented a t_R of 5.74 min and 133.93 \AA^2 as CCS with the following product ions at HE spectra $m/z 163.03251$, $m/z 136.02158$, $m/z 109.01057$, and $m/z 92.0496$. The fragmentation pattern found in the free online available spectral database MassBank of North America (MoNA) for tricyclazole perfectly matched with the experimental

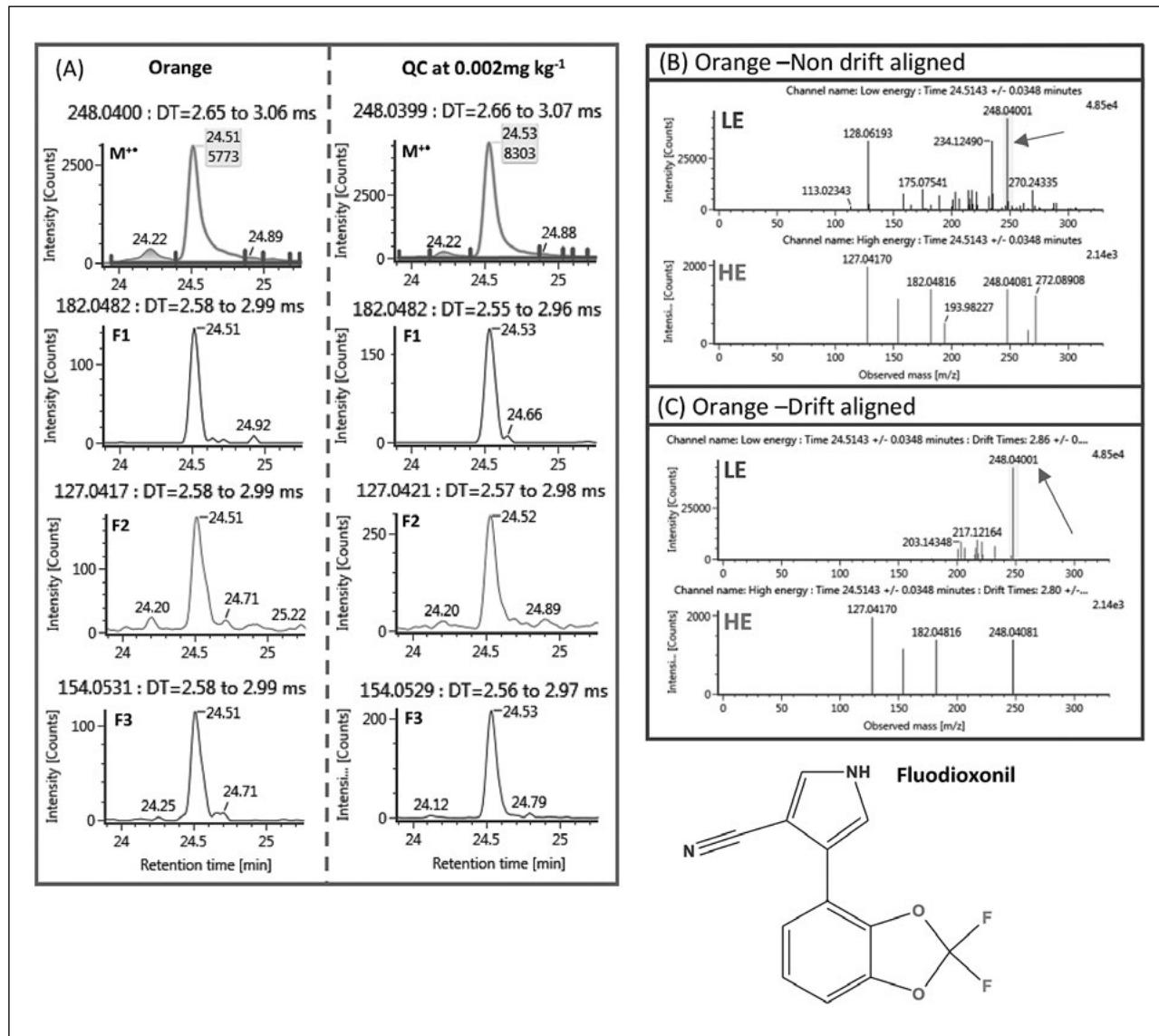


Figure 7. Reprinted with permission from Izquierdo-Sandoval et al.³⁰. Copyright © 2022 American Chemical Society. Identification of fludioxonil in orange. (A) XIC (mass window $\pm 0.01\text{Da}$) shows a positive finding in orange. (B) Conventional LE (top) and HE (bottom) mass spectra without IMS drift time alignment. (C) LE (top) and HE (bottom) mass spectra with IMS drift time alignment.

data⁴⁵. According to the identification criteria developed by Celma et al.,¹⁷ if an exact structure can be proposed based on experimental evidence (e.g., library match), it will be established a level 2a of identification. The high accuracy and reproducibility of CCS measurements make the inclusion of CCS prediction tools an additional proof to consider to increase the confidence of the tentative identification. In the previous example, the use of Artificial Neural Networks (ANN) introduced by Bijlsma et al.,²² for small molecules provide a deviation of +1.74% from the experi-

mental value (accuracy threshold for predicted CCS values of 6%). Finally, the full confirmation of the structure (level 1) was achieved by employing full agreement with purchased reference standard data.

4. CONCLUSIONS

In this work, several examples are provided to illustrate the benefits of including ion mobility separation in GC/LC-HRMS instruments to enhance the

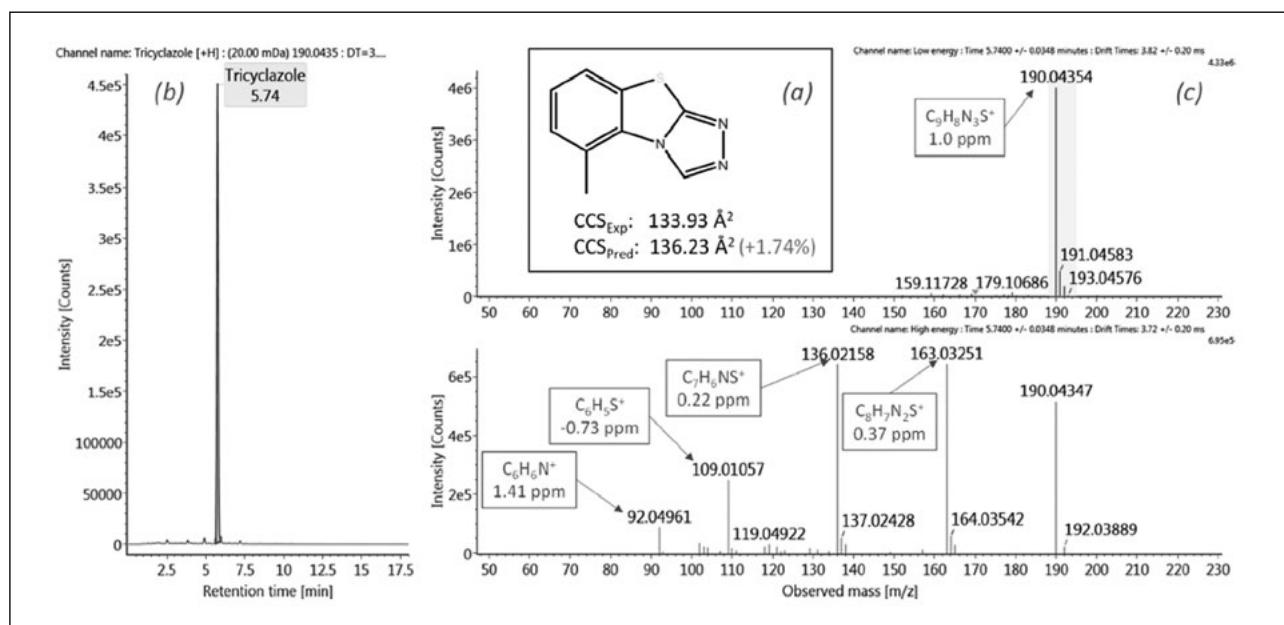


Figure 8. Reprinted with permission from Celma et al.¹⁷. Copyright © 2022 American Chemical Society. Identification at level 2a of tricyclazole in a surface water sample. (a) Structure and CCS comparison of experimental and predicted data, (b) XIC (mass window $\pm 0.02\text{Da}$) $[\text{M} + \text{H}]^+$ ion (m/z 190.0435) of tricyclazole and (c) LE (top) and HE (bottom) mass spectra with IMS drift time alignment with the empirical mass error of the product ions observed.

identification potential of the screening strategy for contaminants of emerging concern. The extensive compilation of mobility data provides insights into the orthogonality of CCS against molecular mass and the behavior of different adducts or ionic species coming from the same molecule versus mobility. Furthermore, the high robustness of CCS measurements has been demonstrated in terms of accuracy and precision, also across different TWIMS instruments and in an interlaboratory study. All these shreds of evidence support the hypothesis that the implementation of an unambiguous and consistent parameter as CCS could potentially enhance the identification power of wide-scope screening strategies.

In this line, the inclusion of mobility separation resulted beneficial for the resolution of certain positional isomeric pairs. Furthermore, the possibility of aligning spectra utilizing drift time results in the “removal” of chromatographically co-elutant interferences, which is pivotal to increasing the reliability of target and suspect screening strategies. In target approaches, CCS represents an additional identification parameter to confirm the presence of a compound in the sample. In those tentative identifications in which no fragmentation is observed or there is a deviation on the retention time or mass axis, the application of

CCS provides an extra value for increasing the confidence in the identification, since the CCS values are not affected by the matrix or chromatographic conditions. Regarding suspect approaches, the use of mass spectral databases such as MoNA is more effective with cleaner fragmentation spectra. Furthermore, the use of CCS prediction tools can reduce the number of candidates to investigate as well as provide extra evidence on tentative identification.

References

- (1) Kaufmann, A. The Current Role of High-Resolution Mass Spectrometry in Food Analysis. *Anal. Bioanal. Chem.* **2012**, 403 (5), 1233-1249. <https://doi.org/10.1007/s00216-011-5629-4>.
- (2) Leendert, V.; Van Langenhove, H.; Demeestere, K. Trends in Liquid Chromatography Coupled to High-Resolution Mass Spectrometry for Multi-Residue Analysis of Organic Micropollutants in Aquatic Environments. *TrAC - Trends Anal. Chem.* **2015**, 67, 192-208. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2015.01.010>.
- (3) Mol, H. G. J.; Tienstra, M.; Zomer, P. Evaluation of Gas Chromatography - Electron Ionization - Full Scan High Resolution Orbitrap Mass Spectrometry for Pesticide Residue Analysis. *Anal. Chim. Acta* **2016**, 935, 161-172. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2016.06.017>.

- (4) Hollender, J.; Schymanski, E. L.; Singer, H. P.; Ferguson, P. L. Nontarget Screening with High Resolution Mass Spectrometry in the Environment: Ready to Go? *Environ. Sci. Technol.* **2017**, *51* (20), 11505-11512. <https://doi.org/10.1021/acs.est.7b02184>.
- (5) Kaufmann, A. Combining UHPLC and High-Resolution MS: A Viable Approach for the Analysis of Complex Samples? *TrAC - Trends Anal. Chem.* **2014**, *63*, 113-128. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2014.06.025>.
- (6) Hernández, F.; Bakker, J.; Bijlsma, L.; de Boer, J.; Botero-Coy, A. M.; Bruinen de Bruin, Y.; Fischer, S.; Hollender, J.; Kasprzyk-Hordern, B.; Lamoree, M.; López, F. J.; Laak, T. L. te.; van Leerdam, J. A.; Sancho, J. V.; Schymanski, E. L.; de Voogt, P.; Hogendoorn, E. A. The Role of Analytical Chemistry in Exposure Science: Focus on the Aquatic Environment. *Chemosphere* **2019**, *222*, 564-583. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2019.01.118>.
- (7) Regueiro, J.; Negreira, N.; Berntssen, M. H. G. Ion-Mobility-Derived Collision Cross Section as an Additional Identification Point for Multiresidue Screening of Pesticides in Fish Feed. *Anal. Chem.* **2016**, *88* (22), 11169-11177. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.6b03381>.
- (8) Belova, L.; Caballero-Casero, N.; Van Nuijs, A. L. N.; Covaci, A. Ion Mobility-High-Resolution Mass Spectrometry (IM-HRMS) for the Analysis of Contaminants of Emerging Concern (CECs): Database Compilation and Application to Urine Samples. *Anal. Chem.* **2021**. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.1c00142>.
- (9) Adams, K. J.; Ramírez, C. E.; Smith, N. F.; Muñoz-Muñoz, A. C.; Andrade, L.; Fernández-Lima, F. Talanta Analysis of Isomeric Opioids in Urine Using LC-TIMS-TOF MS. *Talanta* **2018**, *183* (December 2017), 177-183. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2018.02.077>.
- (10) Lee, J. W. Basics of Ion Mobility Mass Spectrometry. *Mass Spectrom. Lett.* **2017**, *8* (4), 79-89. <https://doi.org/10.5478/MSL.2017.8.4.79>.
- (11) Shvartsburg, A. A.; Smith, R. D. Fundamentals of Traveling Wave Ion Mobility Spectrometry. *2008*, *80* (24), 9689-9699.
- (12) Dodds, J. N.; Baker, E. S. Ion Mobility Spectrometry: Fundamental Concepts, Instrumentation, Applications, and the Road Ahead. *2020*, *30* (11), 2185-2195. <https://doi.org/10.1007/s13361-019-02288-2>.
- (13) Gabelica, V.; Shvartsburg, A. A.; Afonso, C.; Barran, P.; Benesch, J. L. P.; Bleiholder, C.; Bowers, M. T.; Bilbao, A.; Bush, M. F.; Campbell, J. L.; Campuzano, I. D. G.; Causon, T.; Clowers, B. H.; Creaser, C. S.; De Pauw, E.; Far, J.; Fernandez-Lima, F.; Fjeldsted, J. C.; Giles, K.; Groessl, M.; Hogan, C. J.; Hann, S.; Kim, H. I.; Kurulugama, R. T.; May, J. C.; McLean, J. A.; Pagel, K.; Richardson, K.; Ridgeway, M. E.; Rosu, F.; Sobott, F.; Thalassinos, K.; Valentine, S. J.; Wytenbach, T. Recommendations for Reporting Ion Mobility Mass Spectrometry Measurements. *Mass Spectrom. Rev.* **2019**, *38* (3), 291-320. <https://doi.org/10.1002/mas.21585>.
- (14) Hernández-Mesa, M.; Atri, V. D.; Barknowitz, G.; Fanuel, M.; Pezzatti, J.; Dreolin, N.; Ropartz, D.; Monteau, F.; Vigneau, E.; Rudaz, S.; Stead, S.; Guillarme, D.; Dervilly, G.; Bizec, B. Le. Interlaboratory and Interplatform Study of Steroids Collision Cross Section by Traveling Wave Ion Mobility Spectrometry. *2020*. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.9b05247>.
- (15) Stow, S. M.; Causon, T. J.; Zheng, X.; Kurulugama, R. T.; Mairinger, T.; May, J. C.; Rennie, E. E.; Baker, E. S.; Smith, R. D.; McLean, J. A.; Hann, S.; Fjeldsted, J. C. An Interlaboratory Evaluation of Drift Tube Ion Mobility-Mass Spectrometry Collision Cross Section Measurements. *Anal. Chem.* **2017**, *89* (17), 9048-9055. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.7b01729>.
- (16) Hinnenkamp, V.; Klein, J.; Meckelmann, S. W.; Balsaa, P.; Schmidt, T. C.; Schmitz, O. J. Comparison of CCS Values Determined by Traveling Wave Ion Mobility Mass Spectrometry and Drift Tube Ion Mobility Mass Spectrometry. *2018*. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.8b02711>.
- (17) Celma, A.; Sancho, J. V.; Schymanski, E. L.; Fabregat-Safont, D.; Ibáñez, M.; Goshawk, J.; Barknowitz, G.; Hernández, F.; Bijlsma, L. Improving Target and Suspect Screening High-Resolution Mass Spectrometry Workflows in Environmental Analysis by Ion Mobility Separation. *Environ. Sci. Technol.* **2020**, *54* (23), 15120-15131. <https://doi.org/10.1021/acs.est.0c05713>.
- (18) Picache, J. A.; Rose, B. S.; Balinski, A.; Leaprot, K. L.; Sherrod, S. D.; May, J. C.; McLean, J. A. Collision Cross Section Compendium to Annotate and Predict Multi-Omic Compound Identities. *Chem. Sci.* **2019**, *10* (4), 983-993. <https://doi.org/10.1039/c8sc04396e>.
- (19) Zhou, Z.; Luo, M.; Chen, X.; Yin, Y.; Xiong, X.; Wang, R.; Zhu, Z. J. Ion Mobility Collision Cross-Section Atlas for Known and Unknown Metabolite Annotation in Untargeted Metabolomics. *Nat. Commun.* **2020**, *11* (1), 1-13. <https://doi.org/10.1038/s41467-020-18171-8>.
- (20) Plante, P. L.; Francovic-Fontaine, É.; May, J. C.; McLean, J. A.; Baker, E. S.; Laviolette, F.; Marchand, M.; Corbeil, J. Predicting Ion Mobility Collision Cross-Sections Using a Deep Neural Network: DeepCCS. *Anal. Chem.* **2019**, *91* (8), 5191-5199. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.8b05821>.
- (21) Ross, D. H.; Cho, J. H.; Xu, L. Breaking down Structural Diversity for Comprehensive Prediction of Ion-Neutral Collision Cross Sections. *Anal. Chem.* **2020**, *92* (6), 4548-4557. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.9b05772>.
- (22) Bijlsma, L.; Bade, R.; Celma, A.; Mullin, L.; Cleland, G.; Stead, S.; Hernández, F.; Sancho, J. V. Prediction of Collision Cross-Section Values for Small Molecules: Application to Pesticide Residue Analysis. *Anal. Chem.* **2017**, *89* (12), 6583-6589. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.7b00741>.
- (23) Hernández-Mesa, M.; Ropartz, D.; García-Campaña, A. M.; Rogniaux, H.; Dervilly-pinel, G.; Bizec, B. Le. Ion Mobility Spectrometry in Food Analysis: Principles , Current Applications and Future Trends. *2019*, *1*-28. <https://doi.org/10.3390/molecules24152706>.
- (24) Mullin, L.; Jobst, K.; DiLorenzo, R. A.; Plumb, R.; Reiner, E. J.; Yeung, L. W. Y.; Jogsten, I. E. Liquid Chromatography-Ion Mobility-High Resolution Mass Spectrometry for Analysis of Pollutants in Indoor Dust: Identification and Predictive Capabilities. *Anal. Chim. Acta* **2020**, *1125*, 29-40. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2020.05.052>.
- (25) Regueiro, J.; Negreira, N.; Hannisdal, R.; Berntssen, M. H. G. Targeted Approach for Qualitative Screening of Pesticides in Salmon Feed by Liquid Chromatography Coupled to Traveling-Wave Ion Mobility/Quadrupole Time-of-Flight

- Mass Spectrometry. *Food Control*. **2017**, *78*, 116-125. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2017.02.053>.
- (26) Hinnenkamp, V.; Balsa, P.; Schmidt, T. C. Target, Suspect and Non-Target Screening Analysis from Wastewater Treatment Plant Effluents to Drinking Water Using Collision Cross Section Values as Additional Identification Criterion. *Anal. Bioanal. Chem.* **2021**. <https://doi.org/10.1007/s00216-021-03263-1>.
- (27) Mardal, M.; Dalsgaard, P. W.; Qi, B.; Mollerup, C. B.; Annaert, P.; Linnet, K. Metabolism of the Synthetic Cannabinoids AMB-CHMICA and 5C-AKB48 in Pooled Human Hepatocytes and Rat Hepatocytes Analyzed by UHPLC-(IMS)-HR-MSE. *J. Chromatogr. B Anal. Technol. Biomed. Life Sci.* **2018**, *1083* (March), 189-197. <https://doi.org/10.1016/j.jchromb.2018.03.016>.
- (28) Pico, Y.; Alfarhan, A. H.; Barcelo, D. How Recent Innovations in Gas Chromatography-Mass Spectrometry Have Improved Pesticide Residue Determination: An Alternative Technique to Be in Your Radar. *TrAC - Trends Anal. Chem.* **2020**, *122* (October 2019), 115720. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2019.115720>.
- (29) Niu, Y.; Liu, J.; Yang, R.; Zhang, J.; Shao, B. Atmospheric Pressure Chemical Ionization Source as an Advantageous Technique for Gas Chromatography-Tandem Mass Spectrometry. *TrAC - Trends Anal. Chem.* **2020**, *132*, 116053. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2020.116053>.
- (30) Izquierdo-Sandoval, D.; Fabregat-Safont, D.; Lacalle-Bergeron, L.; Sancho, J. V.; Portoles, T. Benefits of Ion Mobility Separation in GC-APCI-HRMS Screening: From the Construction of a CCS Library to the Application to Real- World Samples. **2022**. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.2c01118>.
- (31) Lipok, C.; Hippler, J.; Schmitz, O. J. A Four Dimensional Separation Method Based on Continuous Heart-Cutting Gas Chromatography with Ion Mobility and High Resolution Mass Spectrometry. *J. Chromatogr. A* **2018**, *1536*, 50-57. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2017.07.013>.
- (32) Zheng, X.; Dupuis, K. T.; Aly, N. A.; Zhou, Y.; Smith, F. B.; Tang, K.; Smith, R. D.; Baker, E. S. Utilizing Ion Mobility Spectrometry and Mass Spectrometry for the Analysis of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons, Polychlorinated Biphenyls, Polybrominated Diphenyl Ethers and Their Metabolites. *Anal. Chim. Acta* **2018**, *1037*, 265-273. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2018.02.054>.
- (33) Potter, C. M.; Jones, G. R.; Barnes, S.; Jones, D. L. Quantitative and Qualitative Analysis of Edible Oils Using HRAM MS with an Atmospheric Pressure Chemical Ionisation (APCI) Source. *J. Food Compos. Anal.* **2021**, *96* (November 2020), 103760. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2020.103760>.
- (34) Serrano, R.; Navarro, J. C.; Portolés, T.; Sales, C.; Beltrán, J.; Monroig, Ó.; Hernández, F. Identification of New, Very Long-Chain Polyunsaturated Fatty Acids in Fish by Gas Chromatography Coupled to Quadrupole/Time-of-Flight Mass Spectrometry with Atmospheric Pressure Chemical Ionization. *Anal. Bioanal. Chem.* **2021**, *413* (4), 1039-1046. <https://doi.org/10.1007/s00216-020-03062-0>.
- (35) Celma, A.; Ahrens, L.; Gago-Ferrero, P.; Hernández, F.; López, F.; Lundqvist, J.; Pitarch, E.; Sancho, J. V.; Wiberg, K.; Bijlsma, L. The Relevant Role of Ion Mobility Separation in LC-HRMS Based Screening Strategies for Contaminants of Emerging Concern in the Aquatic Environment. *Chemosphere* **2021**, *280*. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2021.130799>.
- (36) Bijlsma, L.; Pitarch, E.; Hernández, F.; Fonseca, E.; Marín, J. M.; Ibáñez, M.; Portolés, T.; Rico, A. Ecological Risk Assessment of Pesticides in the Mijares River (Eastern Spain) Impacted by Citrus Production Using Wide-Scope Screening and Target Quantitative Analysis. *J. Hazard. Mater.* **2021**, *412* (November 2020). <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2021.125277>.
- (37) Portolés, T.; Garlito, B.; Nácher-Mestre, J.; Berntssen, M. H. G.; Pérez-Sánchez, J. Multi-Class Determination of Undesirables in Aquaculture Samples by Gas Chromatography/Tandem Mass Spectrometry with Atmospheric Pressure Chemical Ionization: A Novel Approach for Polycyclic Aromatic Hydrocarbons. *Talanta* **2017**, *172* (March), 109-119. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2017.05.025>.
- (38) Portolés, T.; Mol, J. G. J.; Sancho, J. V.; López, F. J.; Hernández, F. Validation of a Qualitative Screening Method for Pesticides in Fruits and Vegetables by Gas Chromatography Quadrupole-Time of Flight Mass Spectrometry with Atmospheric Pressure Chemical Ionization. *Anal. Chim. Acta* **2014**, *838*, 76-85. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2014.06.006>.
- (39) Righetti, L.; Dreolin, N.; Celma, A.; McCullagh, M.; Barknowitz, G.; Sancho, J. V.; Asta, C. D. Travelling Wave Ion Mobility-Derived Collision Cross Section for Mycotoxins: Investigating Interlaboratory and Interplatform Reproducibility. **2020**. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.0c04498>.
- (40) Paglia, G.; Smith, A. J.; Astarita, G. Ion Mobility Mass Spectrometry in the Omics Era: Challenges and Opportunities for Metabolomics and Lipidomics. *Mass Spectrom. Rev.* **2021**, No. June 2020. <https://doi.org/10.1002/mas.21686>.
- (41) Portolés, T.; Ripollés, C.; Beltrán, E.; Ibáñez, M.; Sancho, J. V.; Yusà, V.; Marín, S.; Hernández, F. *Analytica Chimica Acta* Development of Sensitive and Rapid Analytical Methodology for Food Analysis of 18 Mycotoxins Included in a Total Diet Study. **2013**, *783*, 39-48.
- (42) Ropartz, D.; Fanuel, M.; Ujma, J.; Palmer, M.; Giles, K.; Rogniaux, H. Structure Determination of Large Isomeric Oligosaccharides of Natural Origin through Multipass and Multistage Cyclic Traveling-Wave Ion Mobility Mass Spectrometry. *Anal. Chem.* **2019**, *91* (18), 12030-12037. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.9b03036>.
- (43) Giles, K.; Ujma, J.; Wildgoose, J.; Pringle, S.; Richardson, K.; Langridge, D.; Green, M. A Cyclic Ion Mobility-Mass Spectrometry System. *Anal. Chem.* **2019**, *91* (13), 8564-8573. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.9b01838>.
- (44) Schymanski, E. L.; Jeon, J.; Gulde, R.; Fenner, K.; Ruff, M.; Singer, H. P.; Hollender, J. Identifying Small Molecules via High Resolution Mass Spectrometry: Communicating Confidence. *Environ. Sci. Technol.* **2014**, *48* (4), 2097-2098. <https://doi.org/10.1021/es5002105>.
- (45) MassBank of North America. MassBank of North America (MoNA)-Tricyclazole. <https://mona.fiehnlab.ucdavis.edu/spectra/display/CCMSLIB00001058767> (accessed Oct 18, 2019).

NOTICIAS DE LA SECyTA

XXI REUNIÓN CIENTÍFICA DE LA SECyTA (50^a REUNIÓN CIENTÍFICA DEL GCTA)

En nombre del Comité Organizador y Científico, es un gran placer darles la bienvenida a la XXI Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA2022), que tendrá lugar en el Palacio de Exposiciones y Congresos Cabo de Gata en Retamar (Almería) del 25 al 27 de octubre de 2022.

En esta edición celebramos el 50 Aniversario de la constitución del “Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines”, origen de la actual SECyTA en el marco de la Real Sociedad Española de Física y Química.

A través de conferencias plenarias, presentaciones orales, charlas y sesiones de carteles, la ambición de la Reunión SECyTA2022 de tres días es informar sobre los avances de investigación más avanzados en el campo de las técnicas de separación analítica. Se discutirá el estado del arte en cromatografía, electroforesis capilar y técnicas relacionadas para alentar futuras investigaciones y desafíos.

Finalmente, las empresas que apoyan activamente el Encuentro presentarán sus últimos avances en la exposición comercial, ofreciendo sus productos, presentando comunicaciones y debatiendo con los asistentes, manteniendo un estrecho vínculo con nuestra Sociedad.

Con todos estos ingredientes, estamos seguros de poder ofrecerles una excelente reunión, en la que todos somos protagonistas.

Programa científico

Durante los cuatro días de la reunión, se combinarán sesiones con conferencias invitadas presentadas por ponentes distinguidos, que darán una visión actualizada en sus respectivos campos, presentaciones orales y comunicaciones flash con la presentación de los carteles más destacados. Precisamente, la sesión de carteles será un atractivo punto de encuentro donde jóvenes y experimentados investigadores, podrán compartir los resultados de su investigación en un ambiente más distendido. Tampoco hay que olvidar la exposición comercial que acompañará el desarrollo de la reunión.

A lo largo de esta reunión, en el programa científico se incluirán los siguientes temas:

- Desarrollos en quimiometría y procesamiento de datos.
- Análisis clínicos, toxicológicos y forenses.
- Análisis ambiental.
- Análisis de alimentos.
- Fundamentos de la cromatografía y electroforesis.
- Acoplamientos en cromatografía, nuevas aplicaciones y desarrollos.
- Miniaturización, automatización e imagen.
- Nuevos desarrollos en instrumentación.
- Técnicas ómicas.
- Preparación de muestra.
- Otras aplicaciones.

Comité organizador

Presidenta

Ana Agüera López (Universidad de Almería).

Secretaria Científica

Patricia Plaza-Bolaños (Universidad de Almería).

Miembros

- Ana María García Campaña (Presidenta de SECyTA).
- Juan Vicente Sancho Llopis (Secretario de SECyTA).
- Jordi Díaz Ferrero (Tesorero de SECyTA).
- José Antonio Sánchez Pérez (Univ. de Almería).
- Sara Miralles Cuevas (Univ. de Almería).
- Octavio Malato Rodríguez (Univ. de Almería).
- José Luis Casas López (Univ. de Almería).
- Sixto Malato Rodríguez (Plataforma Solar de Almería).
- Isabel Oller Alberola (Plataforma Solar de Almería).
- Inmaculada Polo López (Plataforma Solar de Almería).
- Paula Soriano Molina (Univ. de Almería).
- Samira Nahim Granados (Plataforma Solar de Almería).
- Natalia Pichel Mira (Univ. de Almería)

NOTICIAS DE LA SECyTA

Comité científico

- Ana María García Campaña (Univ. de Granada).
- Fco. Javier Santos Vicente (Univ. de Barcelona).
- Joan Grimalt Obrador (IDAEA-CSIC).
- Ana Agüera López (Univ. de Almería).
- Patricia Plaza-Bolaños (Univ. de Almería).
- Juan Vicente Sancho Llopis (Univ. Jaume I, Castellón).
- Jordi Díaz Ferrero (Univ. Ramon Llull, Barcelona).
- Begoña Jimenez Luque (IQOG-CSIC).
- Belén Gómara Moreno (IQOG-CSIC).
- Elena González Peñas (Univ. de Navarra).
- José Antonio González Pérez (IRNAS-CSIC).
- Mario Fernández Martín (IQOG-CSIC).
- Marta Lores Aguín (Univ. de Santiago de Compostela).
- Nuria Fontanals Torroja (Univ. Rovira i Virgili).

Conferenciantes invitados

- Prof. Tim Causon, *University of Natural Resources and Life Sciences, Austria.* "Ion Mobility: A Complementary Separation Dimension for LC and MS".
- Prof. Javier Hernández Borges, *University of La Laguna, Spain.* "Microplastics as contaminants of environmental concern: Challenges in their determination and analysis".
- Prof. Michael Lämmerhofer. *University of Tübingen, Germany.* "Column coupling, two-dimensional liquid chromatography, multi-detector and hyphenated approaches for pharmaceutical analysis".
- Prof. Roberto Romero González, *University of Almería, Spain.* "From targeted to non-targeted analysis in food safety: What's Up, Doc?".
- Prof. Nikolaos Thomaidis, *National and Kapodistrian University of Athens, Greece.* "Advances on wide-scope target and suspect HRMS screening of environmental samples".

Premios

Como en anteriores ediciones, este año se convoca la XV Edición de los premios "José Antonio García-Domínguez" con los que se pretende reconocer el mérito científico de los trabajos expuestos a lo largo de la reunión, tanto orales como carteles, presentadas por jóvenes investigadores. Estos premios están patrocinados por Bruker y contemplan las siguientes modalidades:

- Premio a la mejor comunicación oral (800 €).

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

Como novedad de esta edición, se entregará por primera vez el Premio a la mejor tesis doctoral desarrollada por miembros de la SECyTA en el campo de la cromatografía y las técnicas afines.

Consistirá en un único premio indivisible de 1.000 € junto a un certificado. El jurado, si lo considera oportuno, podrá otorgar, de forma excepcional, un segundo premio que consistirá en un diploma y 500 €.

Considerando la situación excepcional originada por la pandemia, en esta primera edición se entregarán dos premios correspondientes a las tesis presentadas en 2020 y 2021 (del 01/01/2020 al 31/12/2021).

Se pueden consultar las bases de los premios en <https://secyta2022.es/awards/>.

Becas

Los jóvenes investigadores que deseen solicitar una beca deberán hacerlo contactando directamente con la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines.

Aquellos que soliciten una beca deberán pagar la cuota de inscripción como cualquier otro participante. Los formularios y requisitos para la solicitud de beca para asistir al Encuentro SECyTA2022 se pueden encontrar en <https://www.secpta.es/en/grantssecyta>

Fechas clave

22 de junio de 2022

Fecha límite para el envío de resúmenes.

20 de julio de 2022

Programa Preliminar y Notificación de Comunicaciones Poster/Orales/Flash.

25 de julio de 2022

Fecha límite para solicitud de beca.

9 de septiembre de 2022
Fecha límite de registro de tarifa de reserva anticipada.

15 de septiembre de 2022
Fecha límite para la presentación de carteles de última hora.

22 de septiembre de 2022
Fecha límite para la inscripción *on-line*.

Tarifa	Hasta el 9 de septiembre de 2022	A partir del 9 de septiembre de 2022
General	500 €	600 €
Miembros SECyTA y SEEM	450 €	550 €
Estudiantes	270 €	320 €
Socios estudiantes SECyTA y SEEM	250 €	300 €
Acompañante	200 €	200 €

Inscripción y cuotas

La inscripción se debe realizar por medio del formulario disponible en la web <https://secyta2022.es/registration/>. La cuota general incluye la asistencia a las sesiones de la reunión y a la exposición, bolsa de la conferencia, almuerzos y pausas para el café, la cena de gala (26 de octubre) y el certificado de asistencia y/o participación.

Número especial

Como en ediciones anteriores, los trabajos presentados se podrán publicar en la revista especializada *Journal of Chromatography A*. En todos los casos deberán superar el proceso de revisión de la revista.

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.



NOTICIAS DE LA SECyTA

NUEVOS SOCIOS (30 MAYO 2022)

1988	
Serrano Fernández, Diego Avenida Sombrero de Tres Picos, Bloque 3, Portal 6, 4º E. 11630 Arcos de la Frontera (Cádiz)	2000 Cancho Grande, Beatriz Facultade de Ciencias Campus de Ourense Universidade de Vigo As Lagoas, s/n 32004 Ourense
1989	
Romero Cuadrado, M.ª de las Mercedes Instituto de Química Orgánica general (IQOG-CSIC) Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid	2001 González Barreiro, Carmen Facultade de Ciencias Campus de Ourense Universidade de Vigo As Lagoas, s/n 32004 Ourense
1990	
De La Fuente Ballesteros, Adrián Covadonga 1, 3º izq. 47005 Valladolid	2002 Martínez Carballo, Elena Facultade de Ciencias Campus de Ourense Universidade de Vigo As Lagoas, s/n 32004 Ourense
1991	
Cadena Aponte, Flor Ximena Antonio Gala, 1, 4º G. 04009 Almería	2003 Rial Otero, Raquel Facultade de Ciencias Campus de Ourense Universidade de Vigo As Lagoas, s/n 32004 Ourense
1992	
Balasch García, Aleix Jaume Casanovas, 67 08820 El Prat de Llobregat (Barcelona)	2004 Figueiredo González, María Facultade de Ciencias Campus de Ourense Universidade de Vigo As Lagoas, s/n 32004 Ourense
1993	
Fernández Arribas, Julio IDAEA-CSIC Jordi Girona, 18-26. 08036 Barcelona	2005 Reboredo Rodríguez, Patricia Facultade de Ciencias Campus de Ourense Universidade de Vigo As Lagoas, s/n 32004 Ourense
1995	
Castell Martínez, Ana Dpto. de Química Analítica Facultad de Química Campus Universitario 30100 Murcia	2006 Saura Cayuela, Montserrat Copherfam, 29B 35014 Las Palmas de Gran Canaria
1996	
Giménez Campillo, Claudia Dpto. de Química Analítica Facultad de Química Campus Universitario 30100 Murcia	2007 Colomer Vidal, Pere Juan Álvarez Mendizábal, 32 28008 Madrid
1998	
Moscoso Ruiz, Inmaculada Avda. Cádiz, 70, 1º C 18006 Granada	
1999	
Callejas Martos, Sandra IDAEA-CSIC Jordi Girona, 18-26 08036 Barcelona	

2008	
Jiménez Skrzypek, Gabriel Universidad de La Laguna Padre Herrera, s/n 38200 S. Cristóbal de La Laguna (Sta. Cruz de Tenerife)	
2009	
Allgaier Díaz, Diego Walter Lorenzo García del Castillo, 4 B12 38008 Santa Cruz de Tenerife	
2010	
García Garcinuño, María de los Reyes Dpto. de Química Analítica y Química Orgánica Universitat Rovira i Virgili Marcel·lí Domingo, s/n 43007 Tarragona	
2011	
Borrull Riera, Sílvia Dpto. de Química Analítica y Química Orgánica Universitat Rovira i Virgili Marcel·lí Domingo, s/n 43007 Tarragona	
2012	
Ortíz Almirall, Xavier Martí Alegre, 7 08221 Terrassa (Barcelona)	
2013	
Domínguez García, Pol Avda Paral·lel, 177 08004 Barcelona	
2014	
Losada Baranera, Mar Vallés, 55 08201 Sabadell (Barcelona)	
2015	
Goyenechea Cunillera, Júlia Baltasar d'Espanya, 23, 3º 2 ^a 08970 Sant Joan d'Espí (Barcelona)	
2016	
Adámez Rodríguez, Sandra Cine, 50, Escalera izq., 4º A 28024 Madrid	
2017	
Sánchez Martínez, José David Antonio Robles, 4º, 1º A 28034 Madrid	
2018	
Gómez Canela, Cristian Institut Químic de Sarrià (IQS) Via Augusta, 390 08017 Barcelona	
2019	
Rivera Pérez, Araceli Calzada de Castro, 2º, 5º, 50 04006 Almería	
2020	
Laquintana Alonso, Diego Artesa de Segre, 6 08022 Barcelona	
2021	
Cokdinleyen, Melis Inst. Investigación Ciencias Alimentación (CIAL) CSIC-UAM Nicolás Cabrera, 9 Campus UAM Cantoblanco 28049 Madrid	
2022	
Alonso Dasques, Luz Hermosilla, 114, 6º D 28009 Madrid	
2023	
Mohammadnezhad, Pouya Inst. Investigación Ciencias Alimentación (CIAL) CSIC-UAM Nicolás Cabrera, 9, Campus UAM Cantoblanco 28049 Madrid	
2024	
Azorín Luis, Cristian Departamento de Química Analítica Universidad de Valencia Dr. Moliner, 50 46100 Burjassot (València)	
2025	
Vállez Gomis, Víctor Departamento de Química Analítica Universidad de Valencia Dr. Moliner, 50 46100 Burjassot (València)	
2026	
Ramírez López, Viviana Gabriela Pintor López de Mezquita, 2, Escalera B, 2º E 18002 Granada	
2027	
Fernández García, Alfonso Granada, 13 23193 Arbuniel (Jaén)	
2028	
Caño Carrillo, Irene Avenida de la Paz, 4A-3ºB 23600 Martos (Jaén)	
2029	
Durán Olmos, María Amalia Vicente Blasco Ibáñez, 54 28050 Madrid	

NOTICIAS DE LA SECyTA

PREMIOS A SOCIOS

La profesora Coral Barbas recibe el Premio Europeo Tswett – Nernst de la Sociedad Europea para las Ciencias de la Separación (EuSSS)

La catedrática de Química Analítica de la Universidad San Pablo CEU y directora del Centro de Metabolómica y Bioanálisis (CEMBIO), Coral Barbas, ha obtenido el Premio Europeo Tswett – Nernst que concede anualmente la Sociedad Europea para las Ciencias de la Separación (EuSSS) y el Grupo de Europa Central para las Ciencias de la Separación (CEGSS). Este galardón hace referencia al trabajo realizado por el CEMBIO en el campo de las “Técnicas de Separación” a lo largo de los años. Un prestigioso premio europeo que han recibido científicos de renombre internacional en el campo de la cromatografía. Coral Barbas recibirá el Premio Tswett-Nernst en la ceremonia de apertura del 26º Simposio Internacional sobre Ciencias de la Separación (ISSS) que se celebrará



en Ljubljana, del 28 de junio al 2 de julio de 2022. Desde este boletín, felicitamos sinceramente a nuestra compañera y a su equipo por esta distinción tan merecida.

Nota premios sociedad catalana de química

La Sociedad Catalana de Química ha resuelto los Premios en Investigación, Educación y Divulgación 2022, cuya ceremonia de entrega tuvo lugar el 21 de junio en el Instituto de Estudios Catalanes. El

Premio a la Investigación de este año ha recaído *ex aequo* en Clara Viñas Teixidor, del ICMAB, y nuestro compañero y actual vicepresidente de la SECyTA, Joan O. Grimalt, del IDAEA-CSIC, en reconocimiento a su destacada trayectoria científica en el área de la Química.



OTROS PREMIOS DE DIVULGACIÓN

Premio "II Concurso de vídeos divulgativos en gallego de Química sostenible"

Los investigadores María Celeiro Montero, Aly Jesús Castillo Zamora y Laura Rubio Lareu, miembros de la SECyTA y pertenecientes al Laboratorio de Investigación y Desarrollo de Soluciones Analíticas (LIDSA) y al Centro Interdisciplinar de Investigación en Tecnologías Ambientales (CRETUS) de la Universidad de Santiago de Compostela (USC), recibieron el segundo premio en el *II Concurso de vídeos divulgativos en gallego de Química sostenible* promovido por la Comisión de Normalización Lingüística de la Facultad de Química de la USC con el apoyo del Servicio de Normalización Lingüística. Dicho concurso busca poner de manifiesto la naturalidad de la expresión de los contenidos científicos en lengua gallega y, más específicamente, divulgar los aportes de la química sostenible en la resolución de problemas en los ámbitos de la salud, el ambiente y la industria. El vídeo premiado se titula "¡El futuro está en el asombroso tesoro agachado en los residuos!" y se basa en el aprovechamiento de residuos de bagazo de uva blanca para la obtención de extractos verdes convertibles en ingredientes útiles para su aplicación en campos como la industria alimentaria, cosmética o veterinaria, entre otras. Además, se propone un aprovechamiento integral transformando el residuo remanente para ser aplicado nuevamente en la industria vitivinícola.

La entrega de premios tuvo lugar el 25 de mayo en la Facultad de Química en Santiago de Compostela.

<https://www.usc.gal/es/node/33121>



Premios vídeos divulgativos "petiscos de ciencia"

Varios investigadores miembros de la SECyTA y pertenecientes al Laboratorio de Investigación y Desarrollo de Soluciones Analíticas (LIDSA) y al Centro Interdisciplinar de Investigación en Tecnologías Ambientales (CRETUS) de la Universidad de Santiago de Compostela (USC), recibieron premios en el *I Concurso universitario de vídeos sobre ciencia en gallego*, un galardón convocado por la Comisión de Normalización Lingüística de la Facultad de Ciencias del Campus de Lugo de la Universidad de Santiago de Compostela (USC).

La investigadora María Celeiro Montero, recibió el primer premio con el vídeo titulado "El fenómeno de la fotoluminiscencia". En el trabajo premiado se explica en poco más de un minuto en qué consiste el fenómeno físico de la fotoluminiscencia. Sus compañeros Aly Jesús Castillo y Laura Rubio Lareu lograron el segundo premio con el trabajo audiovisual "¿Qué te enseñó la Química?". El vídeo premiado trata de contar, con pinceladas de humor y en un tono coloquial, qué puede enseñarnos una ciencia como es la Química.



La entrega de premios tuvo lugar el 20 de mayo en la Facultad Ciencias en Lugo.

<https://www.usc.gal/gl/xornal/novas/petiscos-ciencia-premia-videos-fotoluminiscencia-quimica-maria-celeiro-aly-castillo-laura-rubi>

NOTICIAS DE LA SECyTA

1^a EDICIÓN DEL PREMIO SECyTA A LA MEJOR TESIS DOCTORAL EN CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

(Aprobado por la Junta de Gobierno de la SECyTA el 4 de marzo de 2022)

La Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA) convoca, en su 1^a edición en 2022, el premio SECyTA a la mejor Tesis Doctoral. Este premio tiene por objeto reconocer el mérito científico de las tesis doctorales realizadas por los socios de la SECyTA sobre Cromatografía y sus Técnicas Afines.

El premio se regirá por las siguientes bases:

1. Habrá un único premio indivisible en el que se entregará al ganador un diploma acreditativo y un cheque nominativo de 1000 €. El premio podrá ser declarado desierto. El jurado podrá otorgar excepcionalmente un accésit, que consistirá en un diploma acreditativo y 500 €, en el caso que lo considere necesario.
2. En esta primera convocatoria de los premios, considerando la situación excepcional de la pandemia, se concederán dos premios, uno para las tesis leídas en 2020 y otro para las leídas en 2021. Por lo tanto, podrá optar al premio cualquier socio de la SECyTA que haya defendido su tesis doctoral entre el 1 de enero de 2020 y el 31 de diciembre de 2021.
3. Los candidatos deben ser socios de SECyTA en la fecha de la defensa de la Tesis Doctoral, con una antigüedad mínima de un año en relación a la fecha de cierre de esta convocatoria y deberán estar al corriente del pago de la cuota de la Sociedad en la fecha de convocatoria del presente premio.
4. Las candidaturas deberán remitirse a la secretaría de la SECyTA por correo electrónico (secretaria@secyta.es) antes del 1 de julio de 2022 incluyendo la siguiente documentación en un fichero comprimido o a través de una plataforma de envío de grandes ficheros (WeTransfer, Google Drive, Dropbox, etc.):
 - Carta de solicitud de participación en el premio.
5. Certificado acreditativo de la fecha de defensa de la tesis doctoral.
6. Ejemplar de la tesis doctoral en formato pdf.
7. Curriculum Vitae del candidato.
8. Informe justificativo del candidato en el que destaque aquellos aspectos más relevantes de su aportación científica en el área de las técnicas separativas/cromatográficas y afines (máximo 2 páginas).
9. Anexo con una relación de las publicaciones y comunicaciones a congresos relacionadas directamente con la tesis doctoral, incluyendo los indicios de calidad (área JCR, índice de impacto, posición en el área, nº de citas) de las aportaciones que se presenten como artículos científicos.
10. El jurado del premio estará formado por entre 3-5 investigadores expertos, nombrados por la Junta de Gobierno de la Sociedad, que no tengan publicaciones comunes con los candidatos presentados.
11. Las decisiones del jurado se tomarán por votación secreta y serán inapelables.
12. Los criterios de concesión se basarán en la calidad y el carácter innovador de la investigación científica llevada a cabo por cada participante.
13. El fallo del jurado se comunicará con suficiente antelación antes de la reunión científica de SECyTA y en esta edición el premio se entregará durante la ceremonia de clausura de la XXI Reunión Anual de la SECyTA que se celebrará en Almería del 25 al 27 de octubre de 2022.
14. La concurrencia a este premio supone la aceptación de las bases del mismo.

JUAN VICENTE SANCHO
Secretario de la SECyTA



INFORMACIONES

EFEMÉRIDES PRÓXIMAS RELACIONADAS CON LA SECyTA

¡En la SECyTA estamos de fiesta! Este año celebramos los 50 años de la constitución de nuestra Sociedad. Fue el 27 de octubre de 1972 cuando la Real Sociedad Española de Física y Química (RSEFyQ) autorizó la constitución del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (GCTA) y cuya primera Presidenta fue la Dra. María Josefa Molera Mayo. La sede se situó en la Calle Serrano, 19, Madrid-6.

Coinciendo con la XVI Reunión Bienal de la RSEFyQ, el 17 de enero de 1973 se celebró la primera Junta General del GCTA y se nombró una **Junta Directiva Provisional**, fijándose la cuota anual de los socios en 250 ptas. Los miembros de la Junta Directiva Provisional del GCTA fueron los siguientes:

Presidenta: M.^a Josefa Molera

Vicepresidentes: Miquel Gassiot y Manuel Dabrio

Secretario: José Antonio García Domínguez

Tesorera: M.^a Dolores Cabezudo

Vocales: Joan Albaigés, Luis Gascó, Francesc Farré y José Matoses

En el primer listado disponible del GCTA con fecha de 6 de julio de 1973 se detallan 111 socios pertenecientes al grupo. El 29 de septiembre de 1973 se celebró la primera **Junta General del GCTA** en Oviedo.

El primer boletín Cromatografía y Técnicas Afines (CTA) vol. 0, y núm. 0, tiene fecha de 6 de julio de 1973. Como se dice en la presentación de ese número, "este medio tiene la voluntad de ser una toma de contacto entre todos los miembros del grupo". En este primer número del boletín se cuenta ya con las primeras empresas colaboradoras del Grupo. Como "miembros protectores" figura únicamente Perkin Elmer Hispania y, como "miembros asociados", Sociedad Española del Oxígeno, Phillips Ibérica S.A.E. y Carlo Erba Española S.A.

FALLECIMIENTO PROF. M.^a CRUZ MORENO BONDI

Queridos socios:

Lamento informaros de la triste noticia del fallecimiento de la Profesora M.^a Cruz Moreno Bondi, Catedrática y Directora del Departamento de Química Analítica de la Universidad Complutense de Madrid.

La Profesora Moreno Bondi fue responsable del Interdepartamental Group of Optical Chemical Sensors and Applied Photochemistry (GSOLFA), grupo de investigación de Excelencia de la UCM, ha sido una investigadora muy relevante a nivel internacional en el ámbito de la Química Analítica y ha recibido numerosos reconocimientos. Ha participado activamente en numerosas sociedades científicas, siendo Presidenta de la Sociedad de Espectroscopía Aplicada.

Muchos de nosotros la hemos conocido personalmente, hemos colaborado con ella y disfrutado de su amistad.

En nombre de SECyTA transmitiremos nuestro pésame a su Departamento para que sea extensivo a su familia.

Descanse en paz,

ANA M. GARCÍA CAMPAÑA
Presidenta de SECyTA

INFORMACIONES

Red nacional para la innovación en las técnicas de tratamiento de muestras miniaturizadas

Soledad Cárdenas Aranzana (coordinadora)

Affordable and Sustainable Sample Preparation Research Group. Departamento de Química Analítica. Instituto Universitario de Investigación en Química Fina y Nanoquímica. Universidad de Córdoba. scardenas@uco.es

Los avances que se producen en la sociedad del conocimiento, la incorporación de nuevas tecnologías y los impactos del estado del bienestar, se pueden identificar como la fuerza impulsora de la evolución de la Química Analítica. Las necesidades cambiantes de la sociedad moderna, la demanda creciente de información y la cantidad, cada vez mayor, de datos generados, afecta considerablemente a los planteamientos científico-técnicos. Esto hace no sólo que los procesos de medida tengan que ser más ágiles y simples, sino que, además, tienen que ser versátiles o capaces de adaptarse a las muestras/analitos a analizar/determinar. Adicionalmente, es recomendable que sean fácilmente transferibles (entre laboratorios/usuarios) y con un mínimo impacto ambiental. La rápida evolución de todos los sistemas y la materialización rápida de posibles escenarios futuros estimulan al químico analítico a mejorar las metodologías existentes para poder dar respuesta a esas nuevas necesidades y/o expectativas por parte de la sociedad.

La evolución de nuestra disciplina en los últimos años pone de manifiesto que la investigación que se realiza en el campo del tratamiento de muestra ha ido respondiendo a estas exigencias, incorporando en sus propuestas y desarrollos aquellas herramientas que se han considerado más adecuadas para la adaptación del tratamiento de muestra a estos nuevos requisitos en campos tan importantes como la seguridad alimentaria, el medio ambiente, el análisis clínico o el control de los productos de cuidado personal. No cabe duda de que se ha hecho un notable esfuerzo en la multidisciplinariedad de los equipos, fundamental a la hora de afrontar con éxito estos nuevos desafíos. Así, por ejemplo, la irrupción de la nanotecnología y específicamente el empleo de nanopartículas en las distintas etapas del proceso de medida es uno de los tópicos clave en este contexto [1]. Los nuevos materiales incluyen también disolventes como los líquidos iónicos [2], los disolventes eutécticos [3], los disolventes supramoleculares [4], las redes organometálicas [5] o los materiales poliméricos inteligentes [6].

También han supuesto un notable avance los nuevos formatos de (micro)extracción. En muchos casos,

estas propuestas han sido consecuencia de la incorporación de nuevos medios de extracción altamente eficientes. Es el caso de las técnicas dispersivas [7], en línea [8] o el empleo de soportes planos sobre los que depositar estos materiales [9]. Además, la incorporación de la microfluídica [10], la impresión en 3D [11,12] y el desarrollo de chips [13] han permitido, sin duda, poder afrontar el análisis de muestras e incluso la determinación de compuestos inabordables hasta la fecha.

Estos desarrollos y herramientas tienen un gran potencial considerados individualmente. Sin embargo, la combinación sinérgica de la experiencia adquirida por distintos grupos de investigación puede resultar en propuestas más competitivas y de mayor impacto.

La **red temática para la innovación en técnicas de tratamiento de muestras miniaturizadas** pretende ser el marco que favorezca, impulse y promueva la colaboración entre grupos de investigación del ámbito de la Química Analítica, de manera que se puedan identificar elementos comunes o complementarios que contribuyan a dar respuesta a los nuevos problemas analíticos que están surgiendo o puedan aparecer en el futuro. El espacio colaborativo que se genera en el marco de esta red temática mejorará el impacto de las contribuciones mediante las sinergias creadas entre grupos.

Los objetivos principales de esta red temática son:

- Constituir un amplio grupo de trabajo estable en el ámbito de la miniaturización del tratamiento de muestra.
- Visibilizar los avances que se están alcanzando, su relevancia y aplicabilidad.
- Ser una referencia para el sector productivo colaborando con éste en la identificación de las necesidades y los aspectos clave de los desarrollos tecnológicos.
- Plantear actividades de difusión del conocimiento generado.
- Establecer estrategias de colaboración entre los investigadores de este campo.

- Formar jóvenes investigadores que le den continuidad y proyección a la red.
- Identificar las limitaciones que afectan al desarrollo de las nuevas técnicas de tratamiento de muestras miniaturizadas de manera que se planteen demandas tecnológicas que puedan ser atendidas/soportadas por investigadores de otras áreas científico-técnicas.
- Proyectar la red temática a nivel internacional de manera que se puedan consolidar relaciones existentes con grupos de investigación o iniciar nuevas colaboraciones.

La red inició su actividad en marzo de 2020 como una iniciativa financiada en el marco de las acciones de dinamización «Redes de Investigación» de la Agencia Estatal de Investigación (RED2018-102522-T).

Los miembros que forman la **red temática para la innovación en técnicas de tratamiento de muestras miniaturizadas** son:

- Affordable and Sustainable Sample Preparation Research Group (AS2P). Universidad de Córdoba.
- Análisis Químico. Universidad de Sevilla.
- Cromatografía. Aplicaciones medioambientales (CROMA). Universidad Rovira i Virgili.
- Espectroscopía atómica-masas y Química Analítica en condiciones extremas (QACE) Universidad de Alicante.
- Grupo de Investigación para el Control Analítico de los Productos Cosméticos (GICAPC). Universidad de Valencia.
- Unidad de investigación en calidad nutricional y seguridad alimentaria de sistemas productivos agrarios sostenibles. (AGACAL-CIAM). Agencia Gallega de Calidad Alimentaria.
- Calidad en Química Analítica Alimentaria, Ambiental y Clínica. Universidad de Granada.
- Cromatografía Líquida, Electroforesis Capilar y Espectrometría de Masas (CLECEM). Universidad de Valencia.
- Laboratorio de Investigación y Desarrollo de Soluciones Analíticas (LIDSA). Universidad de Santiago de Compostela.
- Métodos Instrumentales Aplicados (AIM). Universidad de Murcia.
- Flow Injection and Trace Analysis (FI-TRACE). Universidad de las Illes Balears.
- Miniaturización y métodos totales de análisis (MINTOTA). Universidad de Valencia.
- Técnicas de Separación Aplicadas. Universidad de Cádiz.

- Laboratory of Materials for Chemical Analysis (MAT4LL). Universidad de la Laguna.
- Química Analítica Supramolecular (SAC). Universidad de Córdoba.
- Química Ambiental. Instituto Nacional de Investigación y Tecnología Agraria y Alimentaria.
- Química Analítica Ambiental y Toxicología (QA2). Universidad de Vigo.
- Applied Analytical Chemistry Research Group (ACHEM). Universidad de La Laguna.

Cada uno de los grupos aporta a la red su experiencia en el tratamiento de muestras, que va desde la preparación de nuevos materiales, al diseño de nuevos dispositivos/ configuraciones de extracción, así como el conocimiento transversal aplicado en los ámbitos agroalimentario, clínico, ambiental y de análisis de productos de consumo en general. La realización de estancias breves de investigadores en formación y postdoctorales en los grupos de investigación es un vector importante para la transferencia del conocimiento y el establecimiento de sinergias.

La red está abierta a la incorporación de nuevos grupos y pretende extender su actividad más allá del marco temporal establecido en la convocatoria. La posibilidad de disponer de este foro común en el ámbito del tratamiento de muestras permitirá tanto el fortalecimiento de los vínculos y colaboraciones ya existentes como la creación de otros nuevos, facilitando una transferencia de conocimiento fluida entre sus miembros.

La información sobre los grupos participantes en la red, así como los resultados de su actividad se pueden consultar en su página web: <http://www.uco.es/investigacion/proyectos/red-tematica/> y se pueden seguir a través de la cuenta de Twitter (@In_Sampre).

Referencias

- [1] C. Bendicho *et al.*, Trends Anal. Chem. 68 (2015) 78-87.
- [2] K. D. Clark *et al.*, J. Sep. Sci. 41 (2017) 209-235.
- [3] T. Khezeli *et al.*, Talanta. 150 (2016) 577-585.
- [4] M. J. Dueñas-Mas *et al.*, Chemosphere. 222 (2019) 22-28.
- [5] P. Rocío-Bautista *et al.*, Anal. Chim. Acta. 939 (2016) 26-41.
- [6] R. García *et al.*, Talanta. 176 (2018) 479-484.
- [7] B. Socas-Rodríguez *et al.*, Dispersive Solid-Phase Extraction, in: Anal. Sep. Sci., 2015: pp. 1525-1570.
- [8] L. Hakobyan *et al.*, Pharm. Biomed. Anal. 151 (2018) 170-177.
- [9] J. Ríos-Gómez *et al.*, Molecules. 23 (2018).
- [10] L. A. Souza *et al.*, Anal. Chim. Acta. 1026 (2018) 51-61.
- [11] D. J. Cocovi-Solberg *et al.*, Trends Anal. Chem. 108 (2018) 13-22.
- [12] I. H. Šrámková *et al.*, Talanta. 197 (2019) 517-521.
- [13] F. A. Hansen *et al.*, Anal. Chem. 90 (2018) 9322-9329.

INFORMACIONES

CONGRESOS CELEBRADOS

38th International Symposium on Microscale Separations and Bioanalysis (MSB2022)

The 38th International Symposium on Microscale Separations and Bioanalysis (MSB2022) was organized by Profs. Marianne Fillet (University of Liege, Belgium) and Heidi Ottevaere (Vrije Universiteit Brussel, VUB, Belgium) in Liège (Belgium) from July 3 to 6, 2022. MSB covers aspects related to all major microscale separation techniques including capillary electrophoresis (CE), nano- and micro-liquid chromatography (LC) and microfluidics, as well as applications related to pharmaceutical sciences, biotechnology, clinical and forensic toxicology, omics techniques, food analysis, etc. MSB provides the opportunity to discuss unpublished work, while abstracts are selected through double-blind peer review to encourage the participation of young and renowned researchers. One-third of the session time is dedicated to questions from attendees to stimulate debate and discussion.

On Sunday morning, we started with two sessions of three parallel pre-symposium short courses taught by world leaders in their field of expertise. In the first session, Prof. Gert Desmet (VUB, Belgium) discussed the concept, possibilities and applications of micro-pillar array columns. In parallel, Prof. Heidi Ottevaere and Dr. Tatevik Chalyan (VUB, Belgium) gave an introduction to biosensors. Simultaneously, Prof. Rawi Ramautar (Leiden University, the Netherlands) presented recent advances and applications in metabolomics using CE, a microscale separation technique particularly suitable for the analysis of polar and charged compounds in very limited sample volumes. In the second session, Prof. Stig Pedersen-Bjergaard (University of Oslo, Norway) discussed liquid-phase microextraction and electromembrane microextraction as future techniques for green sample preparation in analytical chemistry. In parallel, Prof. Serge Rudaz and Dr. Victor González-Ruiz (University of Geneva, Switzerland) provided an update on the latest developments and trends in mass spectrometry-based quantitative approaches and method validation, with a focus on their innovations and advantages compared to classical methodologies. Simultaneously, Prof. Wim De Malsche and Dr. Pierre Gelin (VUB, Belgium) discussed active lateral flow methods based on electroosmotic and acoustic principles to reduce slow diffusive lateral

mass transport, thus minimizing the impact of the flow rate, for fast, high-quality separations.

On Sunday afternoon, after a warm welcome from the organizers, the opening session of the symposium included two plenary lectures. The first one by Prof. Justin LP Benesch (University of Oxford, United Kingdom) who discussed on "Separating Ultra-Heterogenous Protein Assemblies by Mass Photometry and Native Mass Spectrometry" and the second by Prof. Petra S. Dittrich (ETH Zurich, Switzerland) who introduced droplet microfluidics for multimodal high throughput analysis of cells and chemical compounds in nanoliter volumes. Afterwards, attendees could enjoy a welcome reception.

On Monday, 1 plenary, 5 keynote and 14 oral communications were presented. The session "Microfluidic Platforms for Integrated Separation and Detection & Microscale Sample Preparation for Bioanalysis" began with a plenary lecture by Dr. Olivier Frey (InSphero AG, Switzerland) on multi-tissue microphysiological systems interconnecting several organ models, such as 3D spherical microtissues, through microfluidic technology allowing investigating the effects of compounds in a more systemic, *in vivo*-like fashion. Before lunch, 10 poster pitches allowed young researchers to explain their results in a short time, and then everyone was invited to view the posters on display. After lunch, four sessions took place: "New Trends in MS and IMS for Bioanalysis", "Microfluidic Platforms", "Nanoscale Separation Systems for Interaction Studies" and "Sensor Fabrication Technologies". In the evening, a Young Scientists' Event for PhD students and postdocs was organized at La Grand Poste, a unique venue that brings together different culinary artisans.

On Tuesday, 3 keynote and 10 oral communications were presented in the sessions "Pharma and Biopharma Applications", "Intact and Native Protein Analysis" and "Microfluidics: from Droplets Towards Single Cells". Between sessions, 10 more poster pitches were presented. In the afternoon, Prof. James Landers (University of Virginia, USA) received the Sciex Innovation Award for his work on microfluidics tool-

kits and presented a microdevice capable of DNA extraction, amplification, electrophoresis and fluorescence detection applicable to clinical diagnostics for SARS-CoV-2 detection. In the evening, a walking tour of the city centre of Liege was organized followed by the banquet on the boat "Le Pays de Liège", which sailed from the Quai Édouard Van Beneden and crossed the Meuse river.

On Wednesday, 1 plenary, 6 keynote and 13 oral communications were presented in the sessions "Biomarkers for Precision Medicines", "Point-of-Care Devices/from Lab-on-Chip Systems Towards Applications", "Microscale Separations for -Omics Sciences" and "Advances in Microscale CE and LC Separations", in which I presented on-line aptamer affinity solid-phase extraction-immobilized enzyme microreactor-CE-MS for the sensitive and valve-free targeted bottom-up analysis of protein biomarkers. In the last session entitled "Biomarkers and Functionalisation",

Prof. Erin S. Baker (NC State University, USA) presented metabolomics pipelines to investigate features from untargeted studies using LC-IMS-MS/MS. At the closing ceremony, the poster and oral communication awards for young scientists were announced. The conference concluded with the announcement of MSB2023 in Tallahassee (USA).

I am very grateful for the opportunity to participate in MSB2022 and would like to acknowledge SE-CyTA for the travel support.

ROGER PERO-GASCON

*Department of Chemical Engineering
and Analytical Chemistry
University of Barcelona, Spain
Centre of Excellence in Mycotoxicology
and Public Health
Ghent University, Belgium*

X Reunión de la Sociedad Española de Espectrometría de Masas (XRSEEM – Córdoba 2022)

After two years in the virtual space, in 2022 we are returning to an in-person meeting, congress and conference. The Spanish Society for Mass Spectrometry (hereinafter referred to as "SEEM") has celebrated its 10th meeting (XRSEEM) from the 1st to the 3rd of June in Córdoba, Spain. SEEM is a scientific society whose objective is to promote and spread knowledge of mass spectrometry among the scientific community as well as organize meetings between professionals, young researchers and companies to share current knowledge and experiences.

In this 10th edition, the AGR-287 research group of the Department of Analytical Chemistry from the University of Córdoba was in charge to organize the XRSEEM in their home city. Around 70 scientific communications have been presented in the fields of environmental analysis, food analysis, bioanalysis, instrumentation, metabolomics, ion mobility mass spectrometry (IM-MS) and proteomics. Together with the invited national and international researchers of recognized prestige allowed to give a vision of the current state of mass spectrometry in Spain and worldwide.

The day before the start of XRSEEM, a pre-congress one-day (in-person) course about IM-MS was organized, a subject that is taking on special relevance in recent years. This course was held by Prof. Lourdes Arce, Prof. Encarnación Moyano, and Prof. Facundo Fernández. Lourdes Arce is a professor at the University of Córdoba and she was the president of the conference. Encarnación Moyano is a professor at the University of Barcelona and she is the president of the SEEM and part of the scientific committee of this meeting. Facundo Fernández is a professor at the Georgia Institute of Technology, and an expert in IM-MS, ambient ionization techniques, metabolomics, and pharmaceutical forensics.

The congress started on Wednesday 1st June with the welcome ceremony held by the organizers of the meeting and followed by the plenary session of Prof. Jacob the Boer from the Amsterdam Institute for Life and Environment about the use of pyrolysis GC/MS in the determination of microplastics, and the invited speaker Prof. Soledad Rubio Bravo from the University of Córdoba, whose communication dealt with the in-

INFORMACIONES

novative use of supramolecular solvents for the sample treatment in chromatography-mass spectrometry. During the day, 10 oral communications related to the environmental analysis were made, in addition to the first poster flash session and oral communication about the analysis of micro(nano)plastics in tap water exposed by the second invited speaker of the day Dr Marinella Farré Urgell from IDAEA-CSIC.

The second day opened with the plenary session of Prof. Facundo Fernández about the rising technologies to increase the metabolic coverage, single cell analysis, double bond pinpointing for lipidome elucidation, IM-MS and imaging. The communication of the invited speakers dealt with the analytical instruments based on the IM-MS for olive oil classification by Dr M^a José Carador of the University of Córdoba; and the mass spectrometry-based methods in food quality and safety challenges by Dr Monic Mattarozzi from the University of Parma. Thirteen oral presentations were given about IM-MS, instrumentation and food analysis, as well as the second poster flash session. In these communications, several presentation from different trading houses, both for the launch of new instrumentation and keynotes to steam certain mass spectrometry-analytical questions, were included.

Friday 3rd was the last day of the XRSEEM, starting with the invited speaker Dr Feliciano Priego Capote of the University of Córdoba with his oral communication about the different mass spectrometry acquisition methods available to improve the identification process in metabolomics, which is considered the bottleneck of this approach. The oral communications focused on the contribution of mass spectrometry in the fields of bioanalysis, doping in sports and omics. Dr. Carlos Cordeiro of the University of Lisboa was the last invited speaker with his communication about the contribution of magnetic resonance mass spectrometry from proteomics to protein complexes. To finish with the closing session with Prof. Lourdes Arce and Prof. Encarna Moyano.

The social program included a visit to the Royal Stables of Córdoba, founded by the Spanish King Felipe II in 1572 "in order to breed sturdy horses for the service of the Royal House" and that is still a recognized center for breeding horses. The Conference dinner took place in the restaurant Bodegas Campos, which was first opened in 1908 and became an emblematic place in the historic area of Córdoba.

The XRSEEM held the elections to the SEEM Organization. Esteban Abad (IDAEA-CSIC, previous vice-president) was elected as the new president of the SEEM. Pablo Rodríguez and Sandra Pérez kept their positions as Treasurer and Secretary. Encarnación was elected as vocal within the Organisation. Two new members, David Fabregat (University Jaume I) and Francisco Ayala (University of Duisburg-Essen) were elected as vocals. Additionally, it was agreed that the next events organized by the SEEM would be the 2nd meeting of young researchers in Mass Spectrometry in 2023 and the 11th meeting of the SEEM in 2024.

In summary, the XRSEEM had a big program condensed into two and a half days with high-quality sessions and discussion, covering a wide range of topics in which mass spectrometry has a key role. We would like to acknowledge SECyTA for the financial support to early career members to attend the XRSEEM.

JESÚS NICOLAS CARCELÉN, PhD student
*Department of Physical and Analytical Chemistry
Faculty of Chemistry
University of Oviedo*

LETICIA LACALLE-BERGERON, PhD
*Environmental and Public Health
Analytical Chemistry
Research Institute for Pesticides and Water (IUPA)
Universitat Jaume I*

18th Annual Conference of the Metabolomics Society (Metabolomics 2022) (Valencia, Spain)

The international Metabolomics Society (MetSoc) held in-person its 18th International Conference in Valencia, Spain, from 19th to 23rd of June 2022. The meeting has been co-organized with the Spanish Society for Metabolomics (SESMET) and the Spanish Network for Metabolomics; and co-chaired by Dr. Natasa Giallourou from University of Cyprus (Cyprus) and Dr. Antonio Granell from IBMP (CSIC-UPV) (Spain). This was the first time that Spain host this annual conference and the first in-person meeting of the MetSoc after 2 years holding it virtually. The MetSoc was established in 2004 and its objective is to promote the growth, use and understanding of metabolomics in the life sciences. With their annual conferences, MetSoc wants to facilitate the development of metabolism-based research and it aspires to create a rich interdisciplinary and collaborative environment to catalyze collaborations among researchers and connections between academia, government and industry within metabolomics and related fields.

It was organized one and a half day of 13 pre-congress consecutive and parallel workshops focusing on diverse topics as introduction to ion mobility new technologies and workflows in metabolomics, use of different software as MetaboAnalyst 5.0 or MZmine 3, quality assurance and quality control in untargeted metabolomics or spatial metabolomics, among others.

This 18th edition started on Monday 20th of June with the welcome ceremony and the first plenary session by Prof. Ron Heeren (Maastricht University, Netherlands) about the advancements on molecular imaging in metabolomics and the future of single cell analysis. Following, a parallel session dealing with different oral presentations regarding epidemiology, computational metabolomics workflows and foodomics. Each session started by different keynote speakers: Julijana Ivanisevic (University of Lausanne, Switzerland) with a metabolic view on sex difference in metabolism and health risk, Hiroshi Tsugawa (Tokyo University of Agriculture and Technology, Japan) on the use of MS-DIAL for EAD-based untargeted metabolomics and lipidomics, and Monica Cala (Universidad de los Andes, Colombia) in the use of untargeted metabolomics for the improvement of food processing of -flavour cocoa and coffee beverages, respectively. The

day finished with the first poster session that allowed the interaction between the participants.

On June the 21st, the event started by the plenary session of Prof. Nicola Zamboni (UTH Zurich, Switzerland) with his presentation about the progress towards providing a deep molecular characterization, "democratization of untargeted metabolomics". Then, the day it was divided in 3 different parallel sessions. In the first parallel session started with different keynote speakers: Su Chu (Brigham and Women's Hospital and Harvard Medical School, USA) in "Neurological disorders" session with the survey of the circulating maternal metabolome during pregnancy to study the immune activation, neurodevelopment, and risk of offspring ADHD; Jianguo Xia (McGill University, Canada) in the "Data analysis and modelling" session about the democratizing metabolomics through new-generation computing framework; and Young Hae Choi (Leiden University, Netherlands) in "Plant metabolomics" with HPTLC application to metabolomics as a supplementary tool for in-silica identification. The following parallel session dealt with infectious diseases, MetID and technological advancements and the last parallel session with plant and environmental applications, lipidomics and cardiovascular diseases and the vendor session.

The third day of congress started with the plenary session of Dr. Asaph Ahroni (Weizmann Institute of Science, Israel) dealing with the efforts to tackle metabolite identification issues and lack of spatial information in multicellular and metabolically complex species e.g. plants, by establishing metabolite libraries, developing new methodologies and assimilating cutting-edge technologies for increasing the spatial resolution in metabolomics experiments. Then, assistant could choose to attend to 3 different sessions dealing with cancer, collaborative data science and cloud computing and technological advancements. The keynote speakers that opened each session, respectively, were Jacopo Troisi (University of Salerno, Italy) with a presentation about the metabolomic way for the screening of endometrial cancer; Mingxun Wang (UC San Diego, USA) with GNPS Dashboard: collaborative exploration of mass spectrometry data in the web browser; and Facundo Fernandez (Georgia Institute Of Technology, USA) with next gen metabolomics

INFORMACIONES

technologies to obtain a deeper coverage, single cell analysis, double bond pinpointing, ion mobility and imaging. Other parallel sessions were programmed during the day dealing with lung and respiratory diseases, plant and environmental applications, QA/QC and reproducibility in metabolomics, metabolomics throughout the life course, MetID and metabolic diseases. Finally, the third poster session.

The last day started with the parallel session with the last three keynote speakers: Oliver Fiehn, (UC Davis, USA) about the spatial-, temporal- and inter-person variation of metabolites across the upper and lower human gastrointestinal tract in the “microbiome and gastrointestinal function” session; Paula Berman (Weizmann Institute of Science, Israel) with a new plant system for cannabinoid biochemistry *helichrysum umbraculigerum* in “natural products” session; and Maria Fedorova (Technical University Dresden, Germany) with the lipidomics and epilipidomics signature of human obesity and insulin resistance in the “analytical methods in lipidomics” session. After the last poster session, the congress finished with the award and closing ceremony and plenary session of the recognized member of the SECyTA Prof. Coral Barbas (CEMBIO, Universidad San Pablo CEU, Spain). Her presentation was focused in the importance of analytical chemistry in metabolomics, with some examples of analytical challenges in the untargeted metabolomic workflow faced at CEMBIO regarding the selection of the sample set, sample treatment, normalization strategies or the use of ion mobility mass spectrometry to improve the separation and identification, among others.

Highlight the great presence of trading houses throughout the congress, not only in the private

stands that allowed the interaction during the various coffee breaks, but also their participation in oral sessions and lunch seminars.

This congress also included a social program. The Sunday 19th June took place the Career Night where early-career researcher were able to discuss their professional future with experts from both the academic and private sector. The MetSoc had the town hall meeting on Monday 20th of June to discuss the future of the society and to answer the diverse questions of the member. On Tuesday 21st of June the day finish with the reception of the early-career members of MetSoc network (EMN), where the youngest participants of the congress enjoyed an evening of relaxation and fun with the performance of various activities. Finally, the evening of Wednesday 22nd of June took place the conference dinner in the imposing building of Veles e Vent, with impressive views of the port of Valencia and the sea.

All in all, the congress Metabolomics 2022 has a big program condensed in four and a half days, with high-quality communications including 13 pre-congress workshops, 4 plenary sessions, 7 keynote speakers and 120 oral presentations divided in 24 sessions dealing with diverse fields related to metabolomics, and around 500 posters. I would like to acknowledge the financial support of SECyTA that allowed me to assist to this international congress.

LETICIA LACALLE-BERGERON, PhD
Environmental and Public Health
Analytical Chemistry
Research Institute for Pesticides and Water (IUPA)
Universitat Jaume I

CALENDARIO DE ACTIVIDADES

1. **CSI XLII: Colloquium Spectroscopicum Internationale XLII**
30 mayo - 3 junio 2022. Gijón (España)
Co-chairs: **J. M. Costa-Fernández y J. Pisonero Castro**
<https://www.csi2022spain.com/en/>
Congreso patrocinado por la SECyTA
2. **21st International Symposium on Bioluminescence and Chemiluminescence & XIX International Symposium on Luminescence Spectrometry**
31 mayo - 3 junio de 2022. Gijón (España)
Co-chairs: **J. M. Costa-Fernández y R. Badía**
<https://www.isbc-isls2022.com/en/>
Congreso patrocinado por la SECyTA
3. **X Reunión de la Sociedad Española de Espectrometría de Masas (X-SEEM)**
1-3 junio 2022. Córdoba (España)
Chair: **Lourdes Arce**
<https://www.xrseem.com/>
4. **1^{er} Congreso de la Sociedad Española de Metabolómica (SESMet)**
18-19 junio 2022. Valencia (España)
<https://sesmet.org/web/1o-congreso-de-la-sociedad-espanola-de-metabolomica-sesmet/>
5. **HPLC 2022: 52nd International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques**
18-23 junio 2022. San Diego (California, EE.UU.)
Chair: **F. Svec**
<https://hplc2022.org/>
6. **Metabolomics 2022: 18th International Conference of the Metabolomics Society**
19-23 junio 2022. Valencia (España)
Chairs: **A. Granell y N. Giaollourou**
<https://www.metabolomics2022.org/>
7. **ILSEPT 2022: 5th International Conference on Ionic Liquids in Separation and Purification Technology**
27-30 junio. 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>
Este congreso se ha pospuesto hasta 2023. Sin fecha definitiva por el momento.
8. **IMSC 2022: International Mass Spectrometry Conference**
27 agosto-2 septiembre. Maastrich (Países Bajos).
Chairs: **A. Heck, R. Heeren y M. Wührer**
<https://www.imsc2022.com/>
9. **X NyNA 2022: International Congress on Analytical Nanoscience and Nanotechnology**
5-8 septiembre 2022. Ciudad Real (España)
Chair: **Ángel Ríos**
<http://saman.uclm.es/NyNA2022.php>
Congreso patrocinado por la SECyTA
10. **RAFA 2022: 10th International Symposium on Recent Advances in Food Analysis**
6-9 septiembre 2022. Praga (República Checa)
Chairs: **Jana Hajsova y Michel Nielsen**
<https://www.rafa2022.eu/>
11. **ISC 2022: 33rd International Symposium on Chromatography**
18-22 septiembre 2022. Budapest (Hungria)
Chair: **A Felinger**
<http://isc2022.hu/>
12. **VII Reunión de la Red Nacional sobre las micotoxinas y hongos toxigénicos y de sus procesos de descontaminación (MICOFOOD)**
29-30 septiembre 2022. Granada (España)
Chair: **Universidad de Granada**
<https://micofood.es/workshop/>
13. **DIOXIN 2022: 42nd edition of the International Symposium on Halogenated Persistent Organic Pollutants**
9-14 octubre 2022. Nueva Orleans (Louisiana, EE.UU.)
Chair: **L. Lomnicki y B. Gullett**
www.dioxin2022.org
14. **18th Annual Workshop on Emerging HRMS and LC-MS/MS Applications in Environmental Analysis and Food Safety**
10-11 octubre 2022. Barcelona (España)
Chair: **Damià Barceló**
15. **ExTech 2022: XXIV International Symposium on Advances in Extraction Technologies**
18-21 octubre 2022. Iquique (Chile)
Chairs: **V. Herrera, P. Richter y J. Pawliszyn (honorífico)**
<https://extech-eqaa2022.cl/>
16. **26th International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences (μ TAS 2022)**
23-27 octubre 2022. Hanzhou (China)
Chairs: **Qun Fang, Xing-Hua Xia, Jian-Hua Qin, Yan-Yi Huang, Zhi-Hong Li**
<https://www.microtas2022.org/>
17. **XXI Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA)**
25-27 octubre 2022. Almería (España)
Chair: **Ana Agüera**
<http://secyta2022.es/>
18. **PLASTIC'2022: 2^{as} Jornadas sobre contaminación por plásticos - El sector textil, un ejemplo hacia la economía sostenible**
21-22 noviembre 2022. Barcelona (España)
Chair: **E. Eljarrat**
<https://www.idaea.csic.es/event/plastic2022-2as-jornadas-sobre-contaminacion-por-plasticos/>

NUEVAS TESIS DOCTORALES



"Mass spectrometry based untargeted metabolomics in food and health area"

Autor: **Leticia Lacalle Bergeron**

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

Grupo de investigación: Química Analítica en Salud Pública y Medioambiente (Q-AMS), Instituto Universitario de Plaguicidas y Aguas (IUPA), Departamento de Química Física y Analítica, Universitat Jaume I de Castellón, 12 de mayo de 2022

Resumen:

En esta Tesis Doctoral se ha evaluado la aportación de la metabolómica no dirigida en combinación con técnicas analíticas avanzadas basadas en el acoplamiento de separaciones cromatográficas con espectrometría de masas tanto de baja (MS) como de alta resolución (HRMS) en distintos estudios relacionados con el campo de la alimentación, la salud y la comunicación química intra-especie. Además, se evaluaron las ventajas que aportan los instrumentos de última generación basados en separación por movilidad iónica en combinación con espectrometría de masas de alta resolución (IMS-HRMS) en la elucidación de compuestos desconocidos.

Por un lado, se hace una revisión bibliográfica extensa del estado del arte de las técnicas estratégias más empleadas en cada etapa del flujo de trabajo de la metabolómica no dirigida. Por otro lado, se aplicó y evaluó la aproximación de la metabolómica no dirigida con distintas técnicas analíticas avanzadas en diferentes campos del conocimiento.

En el ámbito de la alimentación, se realizó un estudio cuyo objetivo era encontrar marcadores volátiles que confirmaran la diferencia entre productos pesqueros ahumados con diversas técnicas de procesado y que culminó satisfactoriamente en un modelo de clasificación. Por otra parte, se estudiaron las ventajas que la nueva combinación IMS-HRMS podía aportar para el descubrimiento de nuevos biomarcadores dietético, concretamente para la identificación de marcadores de ingesta de naranja a corto y medio plazo. Por último, se estudió el efecto de compuestos bioactivos como el resveratrol y el pterostilbeno en la esteatosis hepática. Además, se evaluaron las distintas herramientas para facilitar la identificación de biomarcadores gracias a la implementación de instrumentos IMS-HRMS.

Por otra parte, se aplicó la metabolómica no dirigida para el descubrimiento de compuestos relacionados con la comunicación intra-especie, un campo de estudio hasta ahora poco abordado con esta metodología hasta el momento. Concretamente para la identificación de compuestos emitidos por crías de ratón que indujeran a una activación del instinto maternal. Se estudió por separado los compuestos de naturaleza más volátil y aquellos de carácter menos volátil, adaptando las técnicas de análisis a cada una de ellas.



"New developments to refine target, suspect and non-target screening strategies for comprehensive monitoring of the aquatic environment"

Autor: **Alberto Celma Tirado**

Directores: Prof. Juan Vicente Sancho Llopis y Dr. Lubertus Bijlsma

Environmental and Public Health Analytical Chemistry, Research Institute for Pesticides and Water, University Jaume I

27 de octubre de 2021

Resumen:

En esta tesis se han aplicado diferentes herramientas para perfeccionar los cribados dirigidos, de sospechosos y no dirigidos para la monitorización del medioambiente acuático, con especial énfasis en el acoplamiento de la separación por movilidad iónica (IMS) con espectrometría de masas de alta resolución (HRMS).

En primer lugar, se ha explorado la aplicabilidad de la cromatografía líquida de ultra alta resolución (UHPLC) acoplada a IMS-HRMS para el análisis de muestras ambientales. Para ello, se ha desarrollado una base de datos para 556 microcontaminantes orgánicos (OMPs), con información acerca de tiempo de retención (RT), sección transversal de colisión (CCS), así como masa exacta para iones precursor y producto de un total de 970 aductos. Además, se ha estudiado el valor adicional de la medición de CCS para la identificación de OMPs, incorporándolo en criterios de identificación ampliamente aceptados. Además, también se describe el papel, potencial y principales beneficios obtenidos con la utilización de este tipo de instrumentos. Por otro lado, se ha explorado el desarrollo y aplicación de herramientas de interpolación de RT, así como herramientas de predicción *in silico* de RT y CCS, para su incorporación en cribados de sospechosos.

Por otro parte, se ha explorado además el análisis basado en efectos (EDA-effect based analysis-) como una herramienta completa para la monitorización de la calidad del agua. En este sentido, se presenta un estudio en el que se evalúa la toxicidad de diferentes muestras de agua frente a un panel de 8 bioensayos. Además, esta toxicidad se pone en contexto mediante un completo análisis químico mediante UHPLC-IMS-HRMS y UHPLC acoplado a espectrometría de masas de baja resolución de más de 1.500 OMPs.

Finalmente, las estrategias previamente desarrolladas se aplican al campo de la monitorización del consumo de Nuevas Sustancias Psicoactivas (NPS) en muestras de aguas residuales y orina de potenciales consumidores.



INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

ARTÍCULOS DE INTERÉS

Determinación enantiomérica de sustancias de tipo anfetamínico en aguas medioambientales

Las sustancias de tipo anfetamínico, entre las cuales se incluyen principalmente anfetamina, metanfetamina, 3,4-metilendioximetanfetamina (MDMA), 3,4-metilendioxianfetamina (MDA) y efedrina, son el segundo grupo de drogas de abuso más consumidas a nivel mundial después del cannabis. Según el Informe Europeo sobre Drogas 2021, las encuestas realizadas en 25 países entre 2015 y 2020 sugirieron que 1,4 millones de adultos jóvenes (15-34) consumían anfetamina y metanfetamina. El abuso de sustancias de tipo anfetamínico puede plantear problemas de salud graves, incluidos cambios cerebrales, daño cardiovascular, ansiedad y paranoia. El conocimiento de patrones de consumo de estas drogas de abuso es fundamental para la gestión de la salud pública, la evaluación de riesgos y el desarrollo de políticas relacionadas, pero también es un desafío ya que el mercado de drogas está en gran medida oculto.

En la última década, la epidemiología basada en aguas residuales (WBE, del inglés *wastewater-based epidemiology*) ha demostrado ser una herramienta poderosa para proporcionar datos fiables y a tiempo real sobre el consumo de drogas de abuso en las comunidades, y es relativamente barata y rápida en comparación con las formas tradicionales, como las encuestas de población. Sin embargo, la estimación del consumo de sustancias de tipo anfetamínico a veces es problemática porque su presencia en las aguas residuales puede ser no sólo el resultado del consumo ilícito, sino también del consumo de fármacos recetados o la eliminación directa de fármacos no utilizados, y es aquí donde juega un papel importante la determinación del perfil enantiomérico de los residuos de fármacos quirales en las aguas residuales ya que contribuye a identificar la fuente de estos fármacos para minimizar la incertidumbre en la estimación basada en WBE.

Todas las sustancias de tipo anfetamínico son quirales y a menudo se abusa de ellas como racematos, excepto la metanfetamina, que comúnmente se comercializa como el enantiómero S-(+)-puro. Después del consumo, los enantiómeros R y S experimentan metabolismo enantioselectivo y patrones de excreción en el

cuerpo humano, lo que conduce a una mezcla no racémica en las aguas residuales. Por ejemplo, los enantiómeros S-(+)- de anfetamina y MDMA se metabolizan preferentemente, y por lo tanto se puede esperar el enriquecimiento de los enantiómeros R(-) en aguas residuales de entrada. Por lo tanto, la determinación de la composición enantiomérica de las drogas quirales en las aguas residuales permite distinguir entre los residuos de las drogas consumidas y las drogas no utilizadas que se han eliminado directamente, lo que implica una estimación más precisa del consumo. Además, también ayuda a identificar la vía de síntesis de los fármacos quirales y evaluar la eficiencia de eliminación del proceso de tratamiento biológico de aguas residuales.

Debido a la complejidad de las muestras medioambientales y las bajas concentraciones de las drogas en dichas muestras, la determinación de su perfil enantiomérico requiere métodos analíticos altamente sensibles y selectivos. Actualmente, la técnica analítica más adecuada para dicha determinación es la cromatografía de líquidos (LC) utilizando fases estacionarias quirales acoplada a la espectrometría de masas (MS). Cabe destacar que, dado que el par de enantiómeros tienen los mismos iones, es necesaria una adecuada enantioseparación cromatográfica. En comparación con otros métodos cromatográficos, la LC utilizando fases estacionarias quirales ofrece ventajas de simplicidad y amplia aplicabilidad, y por lo tanto se ha utilizado ampliamente en la enantioseparación de fármacos quirales. Antes de la determinación cromatográfica, se requiere una etapa de tratamiento de la muestra para eliminar interferencias y concentrar los analitos, mejorando así la sensibilidad y la selectividad del método. La técnica de tratamiento de muestra más utilizada para la determinación de drogas de abuso en muestras líquidas es la extracción en fase sólida (SPE) que permite utilizar diferentes sorbentes.

A continuación, se presentan tres estudios realizados sobre la determinación enantiomérica de sustancias de tipo anfetamínico en diferentes tipos de agua medioambiental mediante el uso de SPE seguida de LC-MS que abordan el potencial de la elaboración de perfiles enantioméricos en el consumo basado en WBE.

"Enantiomeric profiling of amphetamine and methamphetamine in wastewater: A 7-year study in regional and urban Queensland, Australia"

J. Gao, Z. Xu, X. Li, J. W. O'Brien, P. N. Culshaw, K. V. Thomas, B. J. Tscharke, J. F. Mueller, P. K. Thai
Science of the Total Environment, 643 (2018) 827-834.

La anfetamina no es sólo una droga de abuso, sino también un metabolito de la metanfetamina. Como se mencionó, la anfetamina se consume en forma racémica, y el enantiómero S-(+)-sufre un metabolismo preferencial que conduce al enriquecimiento de la anfetamina excretada con el R-(-)-enantiómero. Por otro lado, de la metanfetamina se consume preferentemente el S-(+)-enantiómero, y su metabolismo sólo produce S-(+)-anfetamina. Por lo tanto, la información del perfil enantiomérico combinada con la relación anfetamina/metanfetamina puede distinguir entre los residuos de anfetamina en las aguas residuales que están presentes debido al consumo de anfetamina o al metabolismo de la metanfetamina.

El objetivo principal de este estudio fue utilizar el perfil enantiomérico como herramienta para investigar el consumo de anfetamina y metanfetamina en el suroeste regional y urbano de Queensland, Australia, durante un período de siete años. Se recolectaron muestras integradas de 24 horas de entrada a dos plantas de tratamiento de aguas residuales (EDAR) en el suroeste de Queensland desde 2011 hasta 2017. Una alícuota de 40 mL de cada muestra de aguas residuales se filtró utilizando filtros de celulosa de 0,22 µm. El procedimiento SPE se realizó utilizando un cartucho Oasis HLB que incluía un paso de lavado con una solución de 5% de metanol en agua, y los analitos se eluyeron con 5 mL de metanol. Los eluatos se evaporaron hasta sequedad, se reconstituyeron en 200 µL de metanol y fueron analizados por LC-MS/MS con tecnología de triple cuadrupolo y trampa de iones lineal (QTRAP). La enantioseparación de anfetamina y metanfetamina se llevó a cabo en una columna macrocíclica con base de derivados de antibióticos Chirobiotic V2 (250 mm x 2,1 mm i.d., 5 µm) y la fase móvil formada por metanol/ácido acético/hidróxido de amonio (100/0,1/0,025, v/v/v) en condiciones isocráticas. El flujo se fijó en 0,25 mL min⁻¹ y la temperatura fue de 25 °C.

Los resultados del perfil enantiomérico indicaron que S-(+)-anfetamina era el enantiómero predominante detectado en las aguas residuales, lo que sugiere que S-(+)-metanfetamina se consumió predominantemente en las cuencas regionales y urbanas investigadas. Los resultados de la investigación de la

relación anfetamina/metanfetamina también confirmaron dicha hipótesis. La detección ocasional de R-(-)-anfetamina y la fluctuación de la relación anfetamina/metanfetamina indicaron que hubo un consumo ocasional de anfetamina racémica, especialmente entre 2015 y 2017. Los resultados obtenidos demuestran que la elaboración de perfiles enantioméricos en WBE puede proporcionar información fiable y valiosa para una mejor comprensión de la prevalencia y los patrones de uso de drogas de abuso.

"Source identification of amphetamine-like stimulants in Spanish wastewater through enantiomeric profiling"

A. Estévez-Danta, R. Montes, L. Bijlsma, R. Cela, A. Celma, I. González-Mariño, M. Miró, V. Gutmann, U. P. de San Román-Landa, A. Prieto, M. Ventura, R. Rodil, J. B. Quintana
Water Research, 206 (2021) 117719.

En este trabajo, los autores realizaron un estudio sobre la determinación enantiomérica de anfetamina, metanfetamina y MDMA en aguas residuales para identificar el origen de su presencia.

Las muestras de entrada de aguas residuales se recogieron de las EDARs de cinco ciudades diferentes de España durante 7 días consecutivos en 2018 y 2019. Además, se recogieron muestras de aguas residuales de salida de una de las EDARs con un retraso de 24 h con respecto a las muestras de entrada, con el fin de evaluar las eficiencias de eliminación enantioselectiva. En todos los casos, las muestras se recogieron mediante muestreo integrado de 24 horas.

La preparación de las muestras se realizó mediante dos métodos analíticos diferentes. Las muestras de Bilbao, Palma y Santiago de Compostela se procesaron con el método A. Brevemente, 100 mL de muestras se filtraron a través de filtros de microfibra de vidrio de 0,7 µm y filtros de acetato de celulosa de 0,45 µm. Para la SPE se utilizó el cartucho de intercambio catiónico fuerte de modo mixto Oasis MCX, se incluyó una etapa de lavado con 4 mL de metanol, y los analitos se eluyeron con 3 mL de 5% de amoniaco en metanol. Las muestras de Castellón y Madrid se extrajeron siguiendo el método B. En resumen, 25 mL de muestra se diluyeron cuatro veces con agua ultrapura y se filtraron a través de filtros de celulosa de 0,45 µm. La SPE fue realizada con cartuchos Oasis HLB, y los analitos fueron eluidos con 5 mL de metanol. En ambos métodos, los eluatos se evaporaron a sequedad y los extractos, reconstituidos con 100 µL de me-

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

tanol, se filtraron a través de filtros de jeringa de PVDF de 0,22 µm y se analizaron por LC-MS/MS.

La enantioseparación se realizó en una columna quiral Lux AMP (150 mm × 3 mm i.d., 3 µm) que fue desarrollada específicamente para el análisis quiral de sustancias tipo anfetamina. La separación se realizó mediante gradiente de la fase móvil compuesta por 50 mM de amoníaco en agua y metanol. El flujo fue de 0,4 mL min⁻¹, y la columna se mantuvo a 40 °C. Se lograron enantioseparaciones para tres analitos en 30 min. Para la determinación se utilizó un espectrómetro de masas de triple cuadrupolo con una fuente de ionización por electrospray en modo positivo.

Los métodos desarrollados fueron validados con muestras de aguas residuales. Tanto con el método A como el B se obtuvieron buenos resultados en cuanto a veracidad, aunque el método A basado en cartuchos Oasis MCX proporcionó mejor selectividad que el método B, basado en cartuchos Oasis HLB, ya que Oasis MCX retuvo los analitos a través de interacciones de fase inversa e iónicas, lo que permitió incluir una etapa de lavado con solvente orgánico para reducir las interacciones no específicas.

Los autores analizaron las muestras de aguas residuales con el fin de identificar el origen de sustancias similares a las anfetaminas. Se observó una mayor presencia de R-(−)-enantiómero de anfetamina y MDMA en muestras de aguas residuales de entrada, hecho que los autores atribuyeron principalmente al consumo ilícito. En cuanto a la metanfetamina, sólo se detectó S-(+)-enantiómero indicando que la metanfetamina consumida en España se sintetiza como S-(+)-enantiómero puro, como en la mayor parte de Europa. En el análisis de muestras de aguas residuales de salida en la zona de Bilbao, se observó un enriquecimiento de R-(−)-MDMA que sugiere que la eficiencia de eliminación del S(+)-enantiómero es relativamente alta.

"Simultaneous enantioselective analysis of illicit drugs in wastewater and surface water by chiral LC-MS/MS: A pilot study on a wastewater treatment plant and its receiving river"

W. Wang, C. Guo, L. Chen, Z. Qiu, X. Yin, J. Xu
Environmental Pollution, 273 (2021) 116424.

Este trabajo presenta un método analítico para la determinación enantiomérica de un grupo de sustancias de tipo anfetamínico que incluyen anfetamina, metanfetamina, MDMA, MDA, efedrina y dos metabolitos, norquetamina y norefedrina en aguas residuales y aguas superficiales.

Las muestras de aguas residuales de entrada y salida se recolectaron durante 7 días consecutivos en octubre de 2019 de una EDAR en Beijing, y las muestras de agua superficial receptoras se recolectaron en el río Tonghui durante 5 días consecutivos. Primero las muestras se filtraron a través de un filtro de microfibra de vidrio. En la optimización de SPE, se evaluaron diferentes cartuchos (Oasis HLB, Oasis MCX, Poly-Sery HLB y Envi-C18), y se seleccionó el cartucho Oasis HLB ya que proporcionaba las mayores recuperaciones para todos los analitos. En el protocolo final de SPE, el volumen de carga se estableció en 200 mL para las muestras de aguas residuales y 400 mL para las muestras de aguas superficiales, y se eligieron 6 mL de metanol con 5% de amoníaco como solución de elución. Los eluatos se evaporaron a sequedad, se reconstituyeron con 1 mL de agua ultrapura y se filtraron con un filtro de jeringa de PTFE de 0,22 µm.

Los enantiómeros de los analitos fueron separados mediante una columna quiral con base de proteínas Chiraldak CBH (100 mm × 2 mm i.d., 5 µm) y la fase móvil consistió en 1 mM de acetato de amonio (pH 6.9)/metanol (90/10, v/v). La determinación se llevó a cabo con un espectrómetro de masas de triple cuadrupolo con ionización por electrospray en modo positivo.

Se detectaron metanfetamina y efedrina en todas las muestras de aguas residuales y superficiales. S-(+)-metanfetamina fue el enantiómero predominante en las muestras de aguas residuales de entrada, lo que está de acuerdo con el hecho que el S-(+)-enantiómero de la metanfetamina domina en las drogas incautadas, mientras que la concentración de R-(−)-metanfetamina aumentó durante el tratamiento de aguas residuales, lo que indica el metabolismo preferencial del enantiómero S-(+)- sobre el R-(−)-enantiómero. Los altos niveles de efedrina con predominio de 1S,2S-(+)-pseudoefedrina que se detectaron en las aguas residuales, son debidos al alto consumo de medicamentos de venta libre para tratar la congestión nasal causada por los resfriados. En la estimación del consumo de drogas ilícitas, los autores también consideraron la contribución del uso de medicamentos recetados, que es particularmente importante en áreas donde las concentraciones de estos medicamentos en las aguas residuales son bajas.

YANDI FU
Departament Química Analítica
i Química Orgànica
Universitat Rovira i Virgili



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 Vallès BARCELONA
- THERMO FISHER SCIENTIFIC
Avda. de la Vega, nº 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.
Plaza de la Encina, 10, N.3 1º A
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- SCION INSTRUMENTS IBÉRICA
Forjadores, 16
28660 BOADILLA DEL MONTE (Madrid)
- SYMTA, S.L.L.
San Máximo, 31
28041 MADRID
- SUGELABOR
Sicilia, 36
28038 MADRID
- SCHARLAB, S.L.
Gato Pérez, 33
Polígono Industrial Mas D'en Cisa
08181 SENTMENAT (Barcelona)



HIGHLY SENSITIVE QUANTIFICATION AND SELECTIVE IDENTIFICATION OF PESTICIDES IN FOOD WITH ZENO MRM^{HR}

Using the SCIEX ZenoTOF 7600 system, powered by SCIEX OS software

Robert A. Di Lorenzo¹, Lukasz Rajski², Jianru

Stahl-Zeng³, Jason Causon¹

¹SCIEX, Canada; ²EURL-FV, Universidad de Almeria, Spain; ³SCIEX, Germany

In order to ensure safety in the global food supply, testing for adherence to federal and international requirements is necessary. The tests monitor for chemical residues, including pesticides, microbial and fungal toxins, and microbiological hazards. Considering the ever-growing demand on the food supply, farmers and producers are tasked with optimizing yields, which means employing the use of pesticides to deter pests from harming their crops. For this reason, it is important to be aware of adherence to pesticide max-

imum residue limits set by the appropriate governing bodies.

Traditionally, pesticide residue analysis has been performed by triple quadrupole mass spectrometers, due to their sensitivity and quantitative power. Accurate mass instruments can afford additional levels of confirmation; however, they have traditionally suffered from a lack of sensitivity and precision, especially when performing MS/MS experiments to meet the testing requirements for the regulatory guidelines. The technological enhancements afforded by the ZenoTOF 7600 system, however, bring QTOF systems into a new era of sensitivity and precision.

Key feature of Zeno MRM^{HR} for pesticide quantification

- Highly sensitive pesticide detection with a high degree of selectivity and identification confidence using Zeno MRM^{HR}.
- In-matrix LLOQs below 0.010 mg/kg to meet global pesticide regulations.
- Quantification using accurate mass fragment extracted ion chromatograms cuts through noise and interferences, simplifying peak detection and integration to eliminate manual peak review.

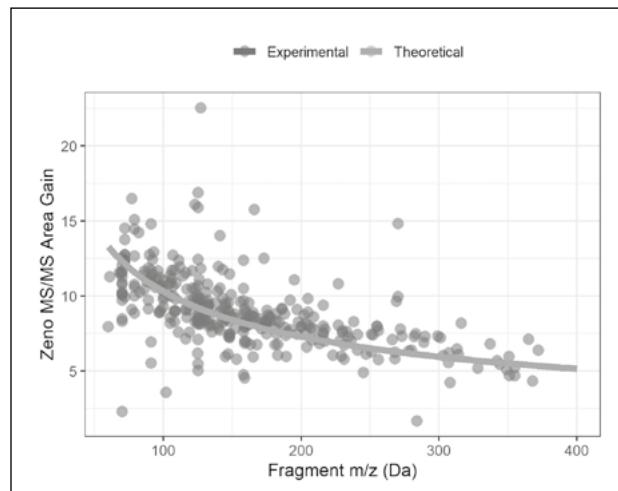


Figure 1. MS/MS peak area gains as a result of enabling the Zeno trap on the ZenoTOF 7600 system. Sensitivity improvements during MS/MS experiments using the Zeno trap are a result of regaining >90% of duty cycle related losses. For this reason, the improvements are dependent on the upper limit of scan range and the measured mass of the MS/MS fragment. The theoretical gain curve is constructed based the scan parameters acquired in this experiment.

- Identification confidence using accurate mass precursor and fragments (< 5 ppm mass error or < 1mDa below 200 Da), ion ratios (\pm 30%) and MS/MS spectral library matching.
- High speed analysis ensuring ample points across each chromatographic peak, even with highly-multiplexed analyses.
- Easy data filtering and data review with SCIEX OS software.

Methods

Sample preparation: All samples were extracted according to the standard QuEChERS citrate protocol using a Phenomenex roQ QuEChERS EN Method kit. Briefly, 10 g of homogenized food product and 10 mL of LC-MS grade acetonitrile were combined in a 50 mL centrifuge tube and shaken for one minute. To separate aqueous and acetonitrile layers, 4 g MgSO₄, 1 g NaCl, 1 g trisodium citrate dihydrate and 0.5 g disodium hydrogencitrate sesquihydrate was added. The sample was shaken for an additional 1 minute and centrifuged for 5 min at 4000 rpm. A 5 mL aliquot of the acetonitrile layer was combined with 750 mg MgSO₄ and 125 mg PSA in a 15 mL centrifuge tube for clean-up. The extract was shaken for 30 seconds and centrifuged for 5 min at 4000 rpm. A 200 μ L aliquot of cleaned-up extract was added to an LC vial diluted with 800 μ L of mobile phase A for sample analysis for an overall 5x dilution factor.

Chromatography: Analytes were separated on a polar-embedded reverse phase C8 column (2.1 x 150 mm, 1.8 μ m) using a SCIEX ExionLC AD system. Separation was performed at a flow rate of 300 μ L/min with a column temperature of 35 °C and an autosampler sample storage temperature of 5 °C. Mobile phase solvents were (A) 98:2 water/methanol and (B) 2:98 water/methanol, both with 0.1% formic acid and 5 mM ammonium formate. The gradient program can be seen in Table 1. Total runtime was 17 minutes.

Mass spectrometry: All compounds were analyzed using a SCIEX ZenoTOF 7600 system with scheduled Zeno MRM^{HR} for optimal sensitivity. Source conditions can be observed in Table 2. Accurate mass precursor ions were scanned from 100-950 Da with an accumulation time of 100 ms, a declustering potential (DP) of 80 V and a collision energy (CE) of 10 V. Zeno MRM^{HR} acquisition was retention time sched-

Table 1. LC gradient conditions.

Time (min)	Flow Rate (mL/min)	%A	%B	Curve
0.00	0.300	100	0	0
1.00	0.300	100	0	0
2.00	0.300	70	30	0
3.00	0.300	50	50	0
11.00	0.300	0	100	0
14.00	0.300	0	100	0
14.01	0.300	100	0	0
17.00	0.300	100	0	0

uled with a tolerance of \pm 20 seconds. MS/MS data were acquired with DP = 80 V and compound optimized CE. Accumulation times for each compound were varied (minimum 10 ms) to maintain a total cycle time of 600 ms across the acquisition. Each MS/MS was acquired down to 50 Da to ensure all fragments were captured for identification.

Table 2. MS source conditions.

Parameter	Value
GS1	40 psi
GS2	50 psi
CUR	35 psi
CAD	7
TEM	450 °C
ISV	5500 V

Data processing: All data were processed with SCIEX OS software 2.0.1 using the Analytics module and MQ4 integration algorithm. The monoisotopic mass and two accurate mass fragments were extracted for each analyte with a 20 mDa window, with 1-point gaussian smoothing applied. Retention time thresholds for peak identification were set to \pm 15 s. Quantitative and qualitative thresholds were set according to SANTE/12682/2019. Briefly, positive identifications were determined such that two fully overlapping extracted ion chromatograms had mass error < 5 ppm (< 1 mDa for masses below 200 Da) and S/N > 3 (or 5 points of consecutive signal in the absence of noise). Additionally, ion ratio thresholds were set according to the nominal mass requirement of \pm 30% relative deviation from standards. Quantita-

NOTAS TÉCNICAS

tively, LOQs were set at the lowest standard giving average accuracy and precision within $\pm 20\%$ across the $n = 6$ replicates. Along with the SANTE guidelines,

flagging rules were set for library match and theoretical isotope ratio match for easy filtering in SCIEX OS software using the conditions in Figure 2.

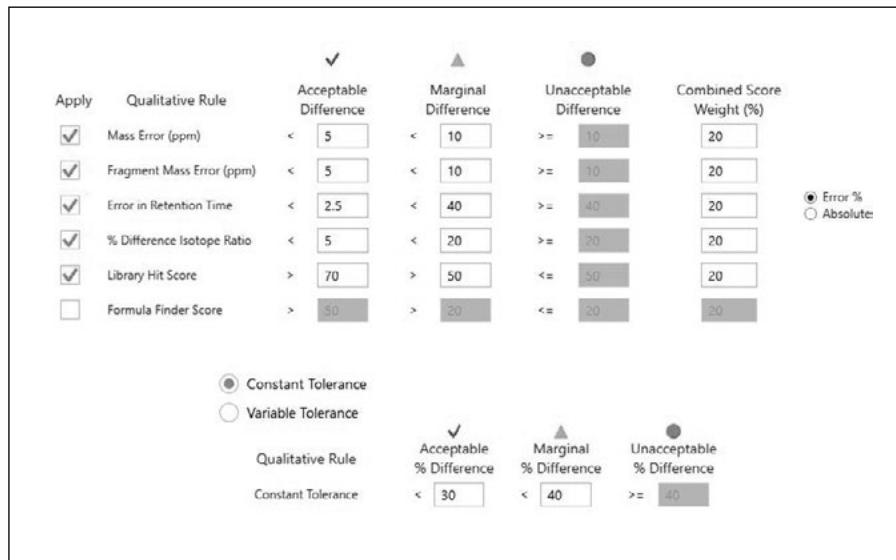


Figure 2. Settings for applied Qualitative Rules. (Top) Built-in flagging rules for mass error, retention time, isotope ratio and library score applied for easy filtering during data analysis. (Bottom) Ion ratio threshold settings. Expected ion ratios are automatically calculated from standards in data set.

Sensitivity enhancement with Zeno MS/MS

The use of the Zeno trap on the ZenoTOF 7600 system allows for >90% of duty cycle related losses to be recovered during MS/MS experiments across the entire mass range. With traditional orthogonal injection QTOF mass spectrometers, ion losses occur as a result of mating a continuous ion beam coming from the quadrupole ion guides with the pulsed nature of the TOF accelerator. To overcome this on the ZenoTOF 7600 system, a Zeno trap was added at the end of the Q2 collision cell assembly, where an ordered release of ions based on their potential energy allows for all ions to arrive at the TOF accelerator at the same time and location. For this reason, the sensitivity enhancements are both dependent on the upper limit of the MS/MS scan range and the mass of the fragment ion. Figure 1 shows the experimental gains experienced during this analysis overlaid with the theoretical gains based on the fragment masses and scan parameters used in this experiment. The Zeno trap yields a minimum of 5x intensity gain, with gains up to 13x as fragment masses decrease.

With Zeno MS/MS, frequently the case extracted ion chromatograms (XICs) show greater intensity com-

pared to XICs from the precursor ion traces, as observed in Figure 3. This is a result of comparing an MS/MS spectrum with >90% duty cycle to an MS spectrum with a typical duty cycle of 5-25%. Improvements can also be observed in MS/MS spectral quality for greater confidence during library confirmation. Since duty cycle, improvements are only a function of scan range and fragment mass; these gains are observed across all molecule types, independent of chemistry and ionization efficiency. Further, since the selectivity afforded by accurate mass MS/MS analysis often results in little to no chemical noise, the gains in signal-to-noise approach the gains observed in raw signal (Figure 4).

LLOQ assessment in olive oil

To assess the in-matrix quantitative performance of the ZenoTOF 7600 system, $n = 6$ replicates of a matrix matched curve was constructed in QuEChERS extracted olive oil ranging from 0.10 µg/kg to 0.10 mg/kg. Incorporating the 5x dilution during sample preparation, in-vial concentrations ranged from 0.02 to 20 ng/mL. The curve was assessed for linearity, accuracy and precision, mass accuracy and ion ratios according to SANTE/12862/2019 guidelines. Figure 5

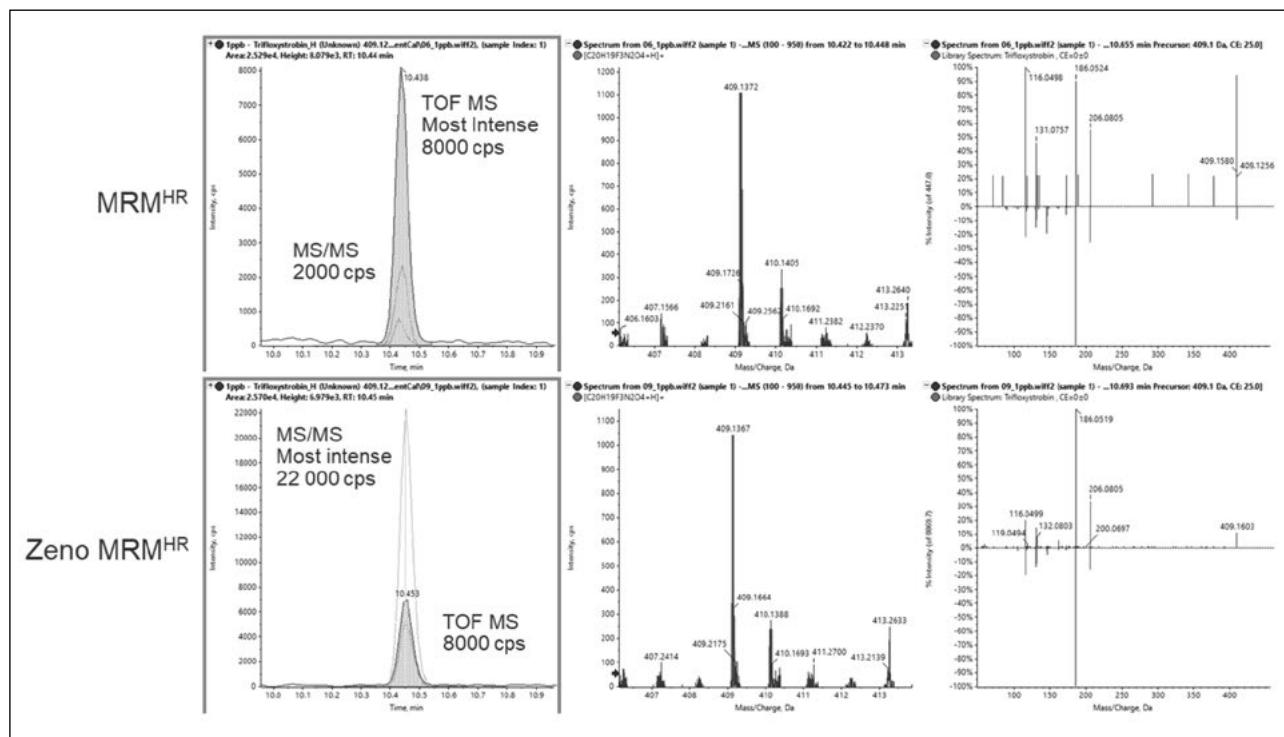


Figure 3. Example comparison between (top) normal MRM^{HR} acquisition and (bottom) Zeno MRM^{HR} acquisition for trifloxystrobin at 1 ng/mL. Between the two acquisitions, the TOF MS information remains constant: the TOF MS XICs (left, filled blue traces) have the same intensity and the MS spectrum (middle) remains the same. However, the MS/MS XIC (left, pink trace) gains approximately 11x intensity and the MS/MS spectral quality (right) improves significantly.

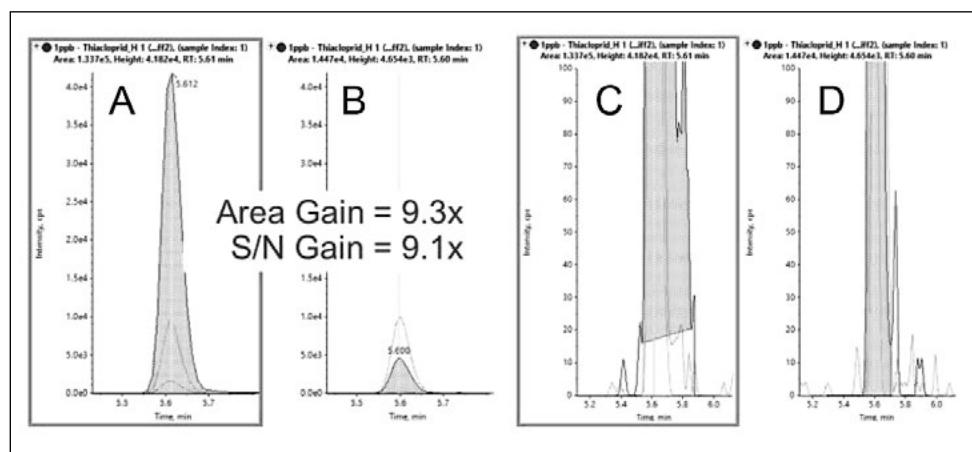


Figure 4. Example MS/MS sensitivity gains with Zeno MS/MS. A 9.3x area gain can be observed for thiocloprid between MS/MS acquired with (A) and without (B) the Zeno trap enabled, with negligible change to the noise regions (C, D, respectively). This results in a 9.1x gain in S/N.

shows the distribution of in-matrix LLOQs determined for the quantified pesticides. It can be observed that nearly all quantified pesticides have an LLOQ below 0.001 mg/kg, with the majority with LLOQs falling

between 0.0002 and 0.0005 mg/kg. Also, all quantified pesticides showed LLOQs at or below 0.005 mg/kg, meaning that the ZenoTOF 7600 system has enough sensitivity to meet nearly any global pesticide

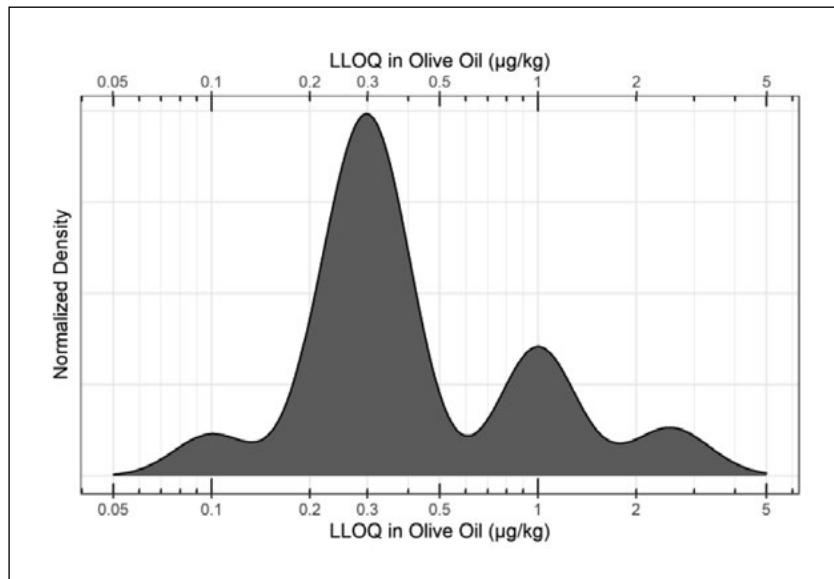


Figure 5. In-matrix LLOQ distribution for the ZenoTOF 7600 system. Calculated from $n = 6$ replicate injections of the olive oil matrix-matched curve using quantifier ion and processed according to SANTE/12862/219 guidelines. >90% of analytes meet two ion criteria below 10 ppb.

residue regulation, as most maximum residue limits are set as low as 0.010 mg/kg. Additionally, the use of accurate mass fragment ions for quantification cuts through nearly all noise and interferences, simplifying peak detection and integration to eliminate the need for manual peak review.

At the calculated LLOQs, the quality of qualitative information acquired remains consistent. Figure 6 highlights three example pesticides at their respective LLOQs. In each case, the fragment XICs (left, filled blue traces) show ample S/N for detection and improved S/N over the precursor XICs (pink traces). The ion ratio thresholds, adopted from the SANTE nominal mass requirement of $\pm 30\%$, are maintained at these low concentrations. With the additional sensitivity, mass error on fragments can also be maintained due to the improved ion statistics during detection, as well as the generation of clear and unambiguous MS/MS spectra for library confirmations, even in dirty matrices.

Comparison of organic and non-organic produce using Zeno MRM^{HR}

The developed quantitative method was also applied to a variety of fruits and vegetables in order to compare the relative pesticide burden between produce that was traditionally farmed and produce purchased

from an organic grocer. The twelve fruits and vegetables chosen were from the Environmental Working Group's "Dirty Dozen" list, an annual list of produce on which pesticides are most frequently detected.

Comparing the sum total of pesticides detected for each specific food, traditionally farmed produce showed a larger total pesticide burden, with the exception of celery, grapes and potatoes. For these exceptions, the organic produce showed a larger total pesticide concentration (Figure 7). For the non-organic produce, peaches and nectarines showed the largest total concentration, whereas potatoes showed the largest sum concentration for the organic produce and for produce overall. Sum total concentrations ranged from less than 0.001 mg/kg to greater than 7 mg/kg. Comparing the aggregate concentration distribution for each pesticide hit between all organic and non-organic produce, the organic produce showed a slightly lower average concentration, as seen in Figure 8.

Looking at the individual pesticide hits in Figure 9, a few key observations can be made. First, the most contaminated food, organic potatoes, was a result of a single hit: chlorpropham, a germination inhibitor commonly applied to potato crops. Second, when the same pesticide was detected in both organic and non- organic produce, the concentration was higher in the organic produce, with the excep-

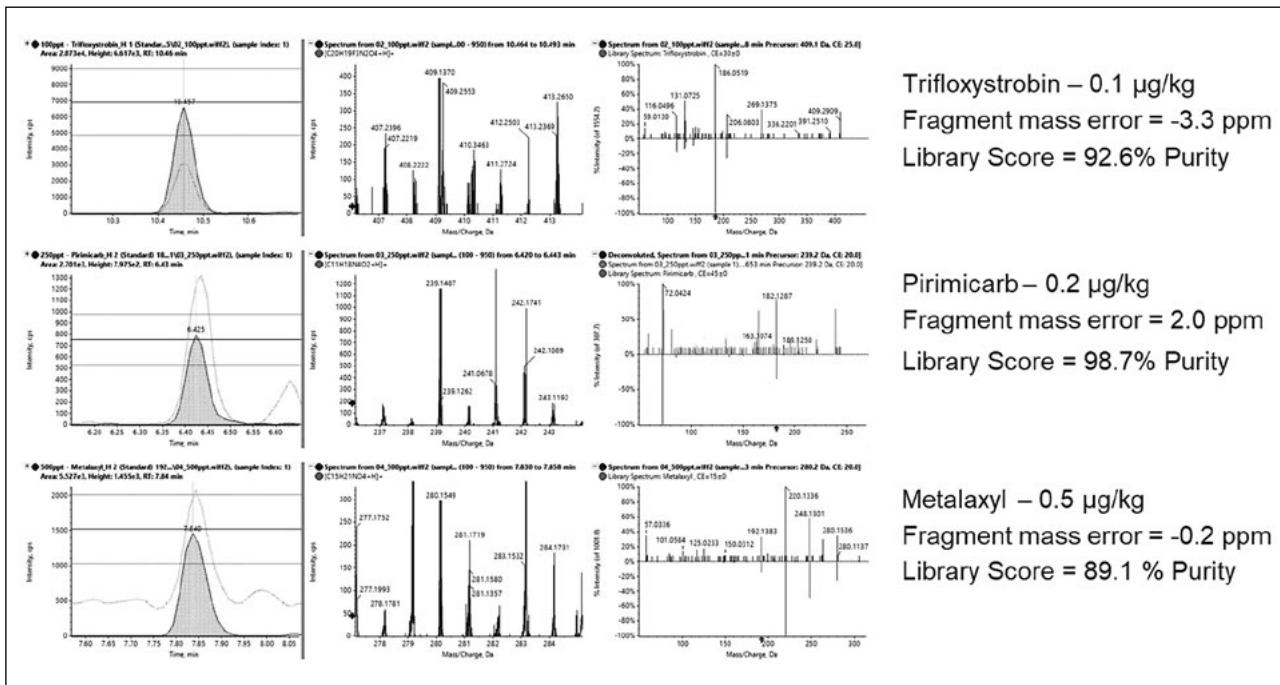


Figure 6. Zeno MRM^{HR} acquisition for three pesticides. The TOF MS data XICs (left, pink trace), the MRM^{HR} XIC (left, blue filled trace), the TOF MS spectrum (middle) and the MS/MS spectrum (right) is shown for three of the detected pesticides. Library matches are also shown for trifloxystrobin (top), Pirimicarb (middle) and Metalaxyl (bottom).

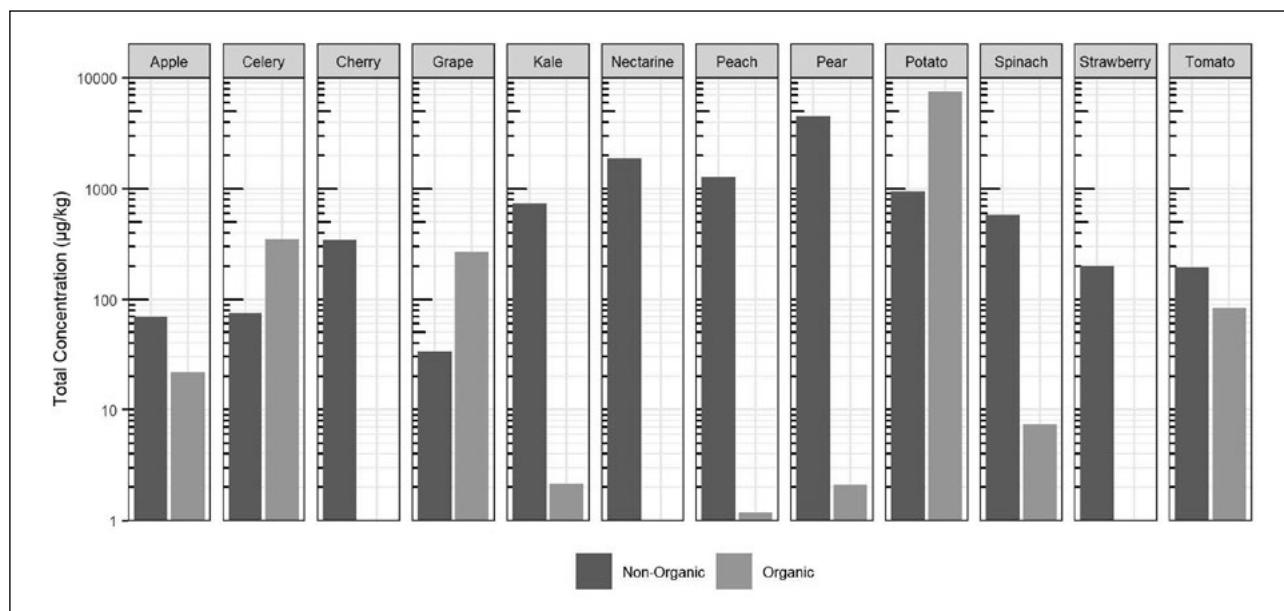


Figure 7. Comparison of sum total concentration of pesticides detected in non-organic and organic produce.

tion of pyrimethanil in pears. Third, although concentrations were detected as high as mg/kg levels, each hit was below the maximum residue levels set by Health Canada, as all produce was purchased in Canada. Overall, the differences between the organ-

ic and non-organic produce were not as delineated as most advertisements and product packaging for organic products claim. The levels detected are far below any concentration that may trigger acute or chronic health effects.

NOTAS TÉCNICAS

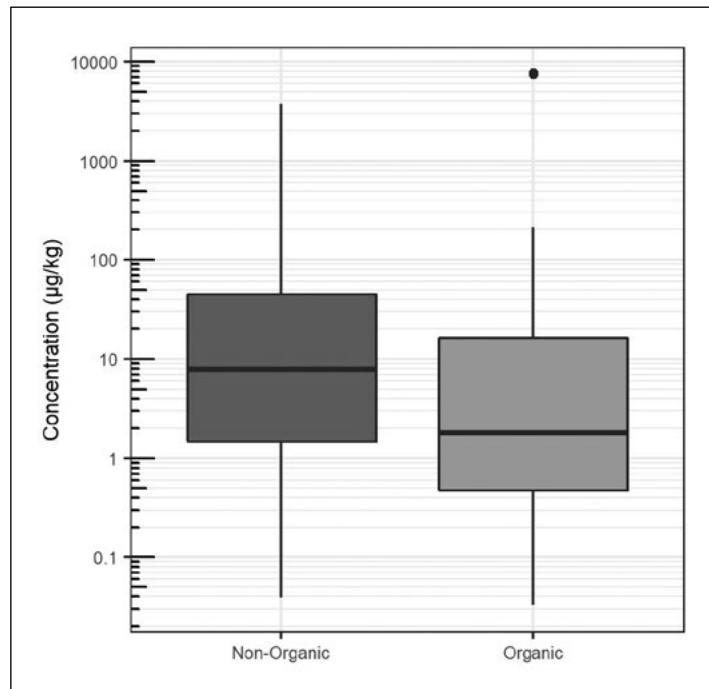


Figure 8. Aggregate concentration distribution of pesticides quantified in (blue) non-organic and (green) organic produce.

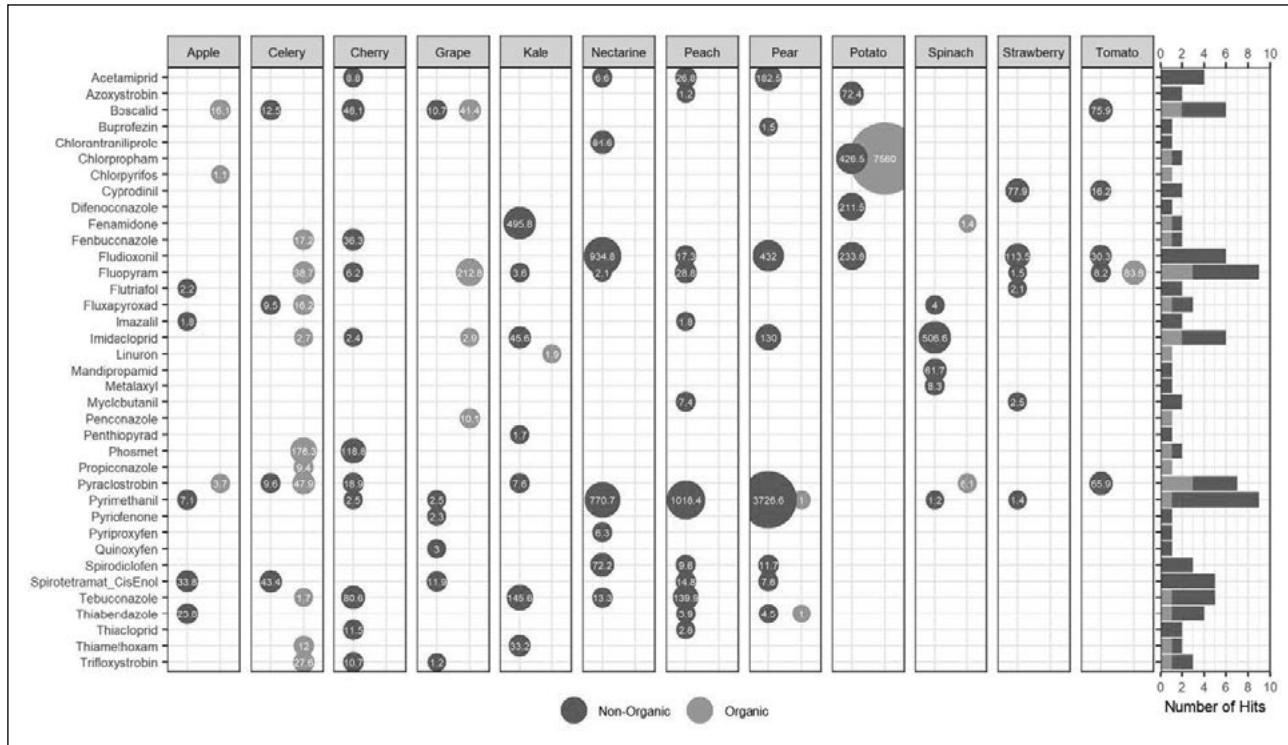


Figure 9. Individual pesticide hits in each food commodity. Inset numbers represent individual pesticide concentrations in µg/kg. Generally, non- organic produce contained a greater number of pesticide hits than organic produce, but organic produce still contained pesticide residues. All pesticide hits were quantified below Health Canada maximum residue limits for their respective commodity. The right panel shows the number of times each pesticide was detected, where pyrimethanil, fluopyram, pyraclostrobin and fludioxonil were detected most 9.

Conclusions

- Highly sensitive, quantitative analysis using the ZenoTOF 7600 system, with ample sensitivity to meet global pesticide regulations.
- Mass accuracy, library matching and ion ratios used for confirmation.
- Quantification using accurate mass fragment ions reduces chemical noise and chromatographic interferences, ensuring accurate and

precise peak integration, and minimizing manual peak review.

References

1. Qualitative flexibility combined with quantitative power
- Using the SCIEX ZenoTOF 7600 LC-MS/MS system, powered by SCIEX OS software. SCIEX technical note RUO-MKT-02-13053-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



A Werfen Company



ANÁLISIS DE VITAMINA E EN ACEITE DE PALMA USANDO CROMATOGRAFÍA DE FLUIDOS SUPERCRÍTICOS (SFC)

Kosuke Nakajima^{1,2} Mei hui³

¹Shimadzu Corporation, ²Shimadzu (Asia Pacific) Pte Ltd., ³Shimadzu Malaysia Sdn. Bhd.

Introducción

El aceite de palma contiene varios compuestos bioactivos naturales, incluidos los homólogos del tocoferol, conocido como Vitamina E. Actualmente, la manera más empleada para el análisis cuantitativo de los homólogos de tocoferol en el aceite de palma es la cromatografía de líquidos (LC) con fase normal. Sin embargo, esta estrategia requiere un tiempo de análisis de más de 15 min y consume una gran cantidad de disolvente orgánico. En este artículo se presenta un método de análisis por cromatografía de fluidos supercríticos (SFC) para la determinación de tocoferol en

aceite de palma usando el Nexera UC de Shimadzu. Además, se comparan los tiempos de análisis y el consumo de disolventes orgánicos mediante LC y SFC.



Cromatógrafo Fluidos Supercríticos (SFC) Nexera™ UC de Shimadzu.

Materiales y métodos

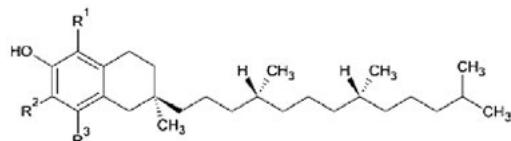
La Figura 1 muestra la estructura química de los homólogos del tocoferol. El tocoferol tiene cuatro homólogos principales y es necesario medirlos para el control de calidad en la producción de aceite de palma. Si empleamos LC, el disolvente orgánico empleado suele ser *n*-hexano. La Tabla 1 muestra las condiciones experimentales para dicho análisis.

NOTAS TÉCNICAS

Tabla 1. Condiciones experimentales por HPLC para el análisis de los homólogos del tocoferol.

Columna:	: Shim-pack™ CLC-CIL ¹ (250 mm × 4,6 mm I. D., 5 µm)
Fase móvil	: n-hexano/2-propanol (100:0,5)
Flujo	: 2mLmin ⁻¹
Temp. columna	: 40 °C
Vol. inyección	: 20 µL
Vial	: SCHIMADZU LabTotal™ para LC 1,5 mL, cristal ²
Detección	: PDA 292 nm

¹ P/N: 228-17872-92; ² P/N: 227-34001-01.



	Alpha	Beta	Gamma	Delta
R1	CH3	CH3	H	H
R2	CH3	H	CH3	H
R3	CH3	CH3	CH3	CH3

Fig. 1. Estructuras químicas de los homólogos del tocoferol.

El empleo de dióxido de carbono (pureza del 99,9%) como fase móvil en la cromatografía de fluidos supercríticos (SFC), nos permite ahorrar costes y reducir de manera notable el precio por análisis. Generalmente, la SFC ofrece mejores separaciones que LC y acorta los tiempos de análisis. Es destacable su idoneidad para la separación de compuestos quirales, por lo que es muy usada, entre otros, en laboratorios de la industria farmacéutica. Además, la SFC puede reemplazar a la LC con fase normal ya que el dióxido de carbono es similar al *n*-hexano. La Tabla 2 muestra las condiciones experimentales del método de SFC empleado. Se crearon calibrados con alpha-tocoferol en el rango de 0,8 a 500 mgL⁻¹. Las curvas de calibración del resto de los homólogos se hicieron entre 0,8 y 100 mgL⁻¹. La repetibilidad, linealidad de las curvas de calibración y los límites de detección (LOD), se recogen en la Tabla 3.

Resultados

Se analizaron cuatro tipos de aceites de palma para determinar la concentración de los homólogos de to-

Tabla 2. Condiciones experimentales por SFC para el análisis de los homólogos del tocoferol.

Columna:	: Shim-pack™ UC-X N H2 ³ (250 mm × 2,1 mm I. D., 5 µm)
Fase móvil	: A: CO ₂ ; B: Metanol
Flujo	: 4mLmin ⁻¹
Gradiente	: C conc. 1,5 % (0-2,5 min); 20 % (2,51-2,9 min); 1,5 % (2,91-3,0 min)
Temp. columna	: 40 °C
Vol. inyección	: 5 µL
Vial	: SCHIMADZU LabTotal™ para LC 1,5 mL, cristal ²
Ajustes BPR	15 Mpa, 50 °C
Detección	: PDA 292 nm

³ P/N: 227-30522-02.

Tabla 3. Repetibilidad, linealidad y LOD de los homólogos de tocoferol.

	Alpha	Beta	Gamma	Delta
%RSD (área pico, n = 6 (100 mgL ⁻¹))	0,24	0,37	0,21	0,65
Linealidad de la curva	0,9999	0,9999	0,9999	0,9999
LOD (mgL ⁻¹ , valores calculados)	0,4	0,6	0,6	0,7

coferol. Sobre 1 mL de aceite de palma se añadieron 9 mL de *n*-hexano y se mezclaron durante 3 min a temperatura ambiente con la ayuda de un vortex. Tras centrifugar la mezcla a 5000 g durante 5 min, se tomaron 5 mL del sobrenadante que se filtraron por un filtro de PTFE de 0,22 µm. Se inyectaron 5 µL del filtrado en SFC. Los resultados de los cuatro aceites analizados (Tabla 4) muestran que todos contienen una alta concentración de alpha-tocoferol, mientras que el aceite crudo es el que presenta mayor cantidad del resto de los homólogos.

Tabla 4. Resultados cuantitativos en mgL⁻¹ de los homólogos de tocoferol en aceites de palma analizados por SFC.

	Alpha	Beta	Gamma	Delta
Aceite palma 1 (crudo)	358,6	7,1	10,4	1,1
Aceite palma 2 (extracto)	17,0	0,6*	0,6*	ND
Aceite palma 3 (extracto)	20,1	0,7*	1,0	1,0
Aceite palma 4 (semilla)	11,1	1,0	0,6*	ND

* Valores de referencia al haber sido calculado por extrapolación de la curva de calibrado.

La Figura 2 muestra la comparación entre los cromatogramas obtenidos por LC fase normal y por SFC. En el análisis por LC se necesitan 15 min de tiempo total del cromatograma, mientras que por SFC la carrera cromatográfica está acabada en 3min, lo que supone una reducción de 4/5 en tiempo de análisis.

En lo que se refiere a consumo de disolventes, con el método por LC se consumen 30 mL de disolventes orgánicos (29,8 mL de *n*-hexano y 0,2 mL de 2-propanol), mientras que por SFC se consumen 0,5 mL de MeOH, único disolvente orgánico empleado. Además, la SFC consume 6,6 mL de CO₂.

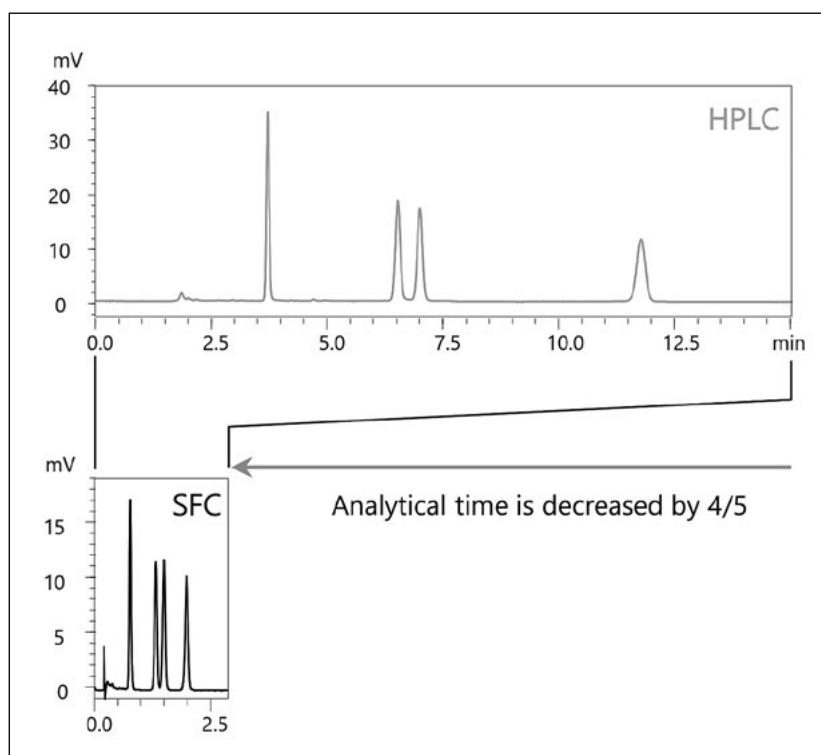


Fig. 2. Comparación de los chromatogramas obtenidos por LC y SFC.

Conclusión

En el análisis de los homólogos de tocoferol en aceite de palma, el empleo de SFC como alternativa al análisis por LC permite reducir drásticamente los tiempos de análisis y los consumos de disolventes orgánicos. De este modo, la SFC supone un considerable ahorro

en costes de análisis además de implicar un método de análisis significativamente más sostenible. El empleo de SFC no significa renunciar a acoplamientos a detectores de masas o colectores de fracciones. Tanto en su modo analítico como en su modo preparativo, el SFC Nexera UC de Shimadzu es compatible con las opciones mencionadas.

NOTAS TÉCNICAS



INSTRUMENT: PEGASUS® BT 4D TRUST YOUR RESULTS IN MINERAL OIL ANALYSIS

Improved Confidence with Superior Qualitative and Quantitative Information

Sebastiano Panto*, Giorgia Purcaro**, Nick Jones*

*LECO Corporation; **Analytical Chemistry Lab,
Gembloux Agro-Bio Tech, University of Liège,
Gembloux, 5030, Belgium

LECO Corporation; Saint Joseph, Michigan USA

Palabras clave: Aceite mineral, MOSH, MOAH,
Pegasus BT 4D, GCxGC-TOFMS

Introducción

Los hidrocarburos procedentes de aceites minerales (MOH) se han convertido en un asunto candente en diversos campos como la alimentación, el envasado y la cosmética. Durante los últimos años han salido a la luz varios escándalos importantes relacionados con contaminaciones por este tipo de compuestos, el más reciente en octubre de 2019, implicando fórmulas infantiles. Por tanto, urge un flujo de trabajo fiable y robusto para la identificación y cuantificación de MOH. De hecho, todo tipo de laboratorios, tanto públicos como privados, están buscando la armonización de las metodologías y los protocolos empleados para el análisis de estos contaminantes.

Los MOH proceden de diferentes fracciones del petróleo que se nombran en función de su uso específico: parafinas, parafinas líquidas, vaselina, aceite mineral o aceite parafínico, por nombrar algunos de ellos. Su ingesta por parte del consumidor podría provenir de diferentes fuentes. Por ejemplo, pueden ser usados como aditivos en alimentación, laxantes o lubricantes en medicina, emolientes en productos de consumo o en tintas de impresión y materiales de envasado para alimentos.^[1-3]

Los MOH se clasifican en dos clases principales: **MOSH** (hidrocarburos saturados de aceites minerales), que incluyen los lineales, ramificados y cicloalca-

nos alquilsustituidos, y **MOAH** (hidrocarburos aromáticos de aceites minerales) incluyendo hidrocarburos (poli) aromáticos alquilsustituidos como alquilbencenos o alquilnaftalenos.

Hasta la fecha, el método de referencia para el análisis de MOH es el acoplamiento de cromatografía líquida y gaseosa con detección por ionización de llama (LC-GC-FID), propuesto por Biederman *et al.*, en 2009.⁴ Aunque se esté usando ampliamente en muchos laboratorios, aún existe controversia acerca de la confianza en los datos obtenidos por esta técnica.⁵⁻⁷ De hecho, la falta de un método de confirmación con un detector selectivo (ej., MS) o de protocolos validados y una estandarización en la interpretación e integración de los cromatogramas finales, están constantemente alimentando el debate sobre la necesidad de métodos más precisos y robustos. En este sentido, se ha descrito que la interpretación e integración de los cromatogramas representan en torno al 20% de la incertidumbre en la determinación de MOSH y MOAH.⁸ Este alto porcentaje puede estar asociado a múltiples variables como la naturaleza del cromatograma que presenta jorobas poco resueltas en lugar de picos individuales, la necesidad de cuantificar esa joroba en un rango de carbono amplio (hasta C50) justo encima del sangrado de la columna y/o la necesidad de restar los picos sobre la joroba que derivan de interferencias. Estos factores dejan muy abierta la interpretación de los resultados.

En esta nota de aplicación describimos un novedoso flujo de trabajo que supone la reducción de la incertidumbre asociada a la integración e interpretación de los datos. Se ha empleado un sistema LC-GCxGC-TOFMS/FID en combinación con una nueva versión de software ChromaTOF®, diseñado e implementado para la aplicación MOSH/MOAH (Figura 1).

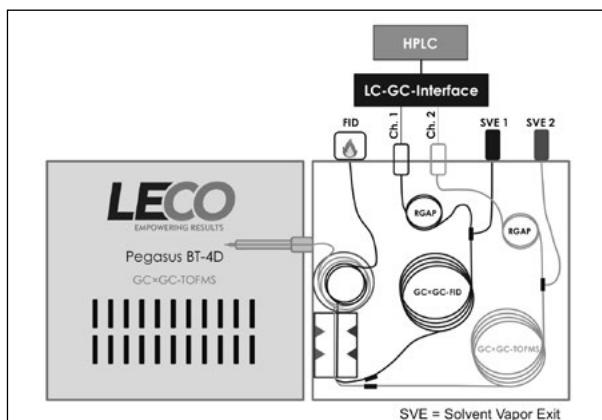


Figura 1. Esquema LC-GCxGC-TOFMS/FID.

Experimental

Todos los parámetros relevantes respecto a la plataforma LC-GCxGC-TOFMS/FID se muestran en la Tabla 1. De acuerdo con las guías publicadas^[9,10], para la cuantificación y definición de las fracciones se usaron patrones internos de MOSH y MOAH (Restek #31070) y patrones de tiempo de retención (Restek #31076).

Como muestra de referencia para verificar el funcionamiento del sistema, se empleó una disolución constituida por un aceite de parafina (Supelco #18512)

y una mezcla de alkanos (C8-C40, Supelco). Se analizaron también dos muestras de comida para animales usando la plataforma en modo 1D y 2D.

El procesado de datos se llevó a cabo mediante *ChromaTOF*, gracias a la versión del software especialmente dedicada a MOSH/MOAH. Las fracciones MOSH y MOAH de la misma muestra fueron transferidas simultáneamente, una al FID y la otra al *Pegasus BT 4D TOFMS*. Por tanto, son necesarios un total de dos análisis por cada muestra para adquirir las señales de GCxGC-TOFMS y GCxGC-FID de cada fracción.

Tabla 1. Parámetros instrumentales.

LC	1260 Infinity II (Agilent)
Column	Allure Silica 250 mm × 2,1 mm i.d. × 5 µm (Restek #9160572)
Detector	Variable Wavelength Detector at 230 nm
Conditions	Solvent A: Hexane; Solvent B: Dichloromethane. 0 min → 100 % A; 1,5-6 min → 65 % A → 0,3 mL/min → 6,10 min backflush → 100 % B at 0,5 mL/min (9 min)
Interface	CHRONEXT LC-GC (Axel Semrau)
Transfer conditions	MOSH = 2-3,5 min and MOAH = 4,4-5,9 min (450 µL each fraction)
Transfer gas pressures	90 kPa MOSH and 110 kPa MOAH
GC	LECO GC × GC Quadjet™ Thermal Modulator and FID
Columns	1D: Rxi-17 SiLMS, 15 m × 0,25 µm i.d. × 0,25 µm coating (Restek #14120) 2D: Rxi-1ms 2 m × 0,15 mm ID × 0,15 µm coating (Restek #14120)
Flows	2,5 mL/min @ TOFMS channel; 3,1 mL/min @ FID channel
Oven Program	60 °C (hold 8 min), ramp 8 °C/min to 350 °C (hold 5 min)
Secondary Oven	+5 °C (relave to the main oven temperature)
Modulator	+15 °C (relave to the secondary oven temperature)
Modulaon Period	10 s
Transfer line	340 °C
MS	LECO Pegasus BT 4D
Ion Source Temp	250 °C
Mass Range	40-600
Acquisition Rate	200 spectra/s
FID Condions	H ₂ : 30 mL/min; Air: 300 mL/min; Make-up gas (He): 25 mL/min. Temperature: 360 °C

Resultados y discusión

El objetivo de esta nota de aplicación era verificar la fiabilidad, exactitud y robustez de los datos producidos por el sistema GCxGC-TOFMS/FID comparado con los datos LC-GC-FID procesados e integrados de acuerdo con la recomendación dada por JRC.⁹ Previo a los análisis, el sistema se verificó inyectando el estándar de tiempo de retención MOSH/MOAH, confirmando que el factor de respuesta para cada componente respecto al C20 se encontraba en el intervalo 0,8-1,2.

Para las muestras reales, parecía evidente que la principal limitación del sistema LC-GCxGC-TOFMS/FID era la integración de toda joroba 3D generada por las contaminaciones de MOSH/MOAH, en particular, la eliminación de los picos sobresalientes en la parte superior. De hecho, la mayoría de las opciones comerciales del software GCxGC en el mercado tienen algoritmos basados en integraciones de picos 2D individuales en lugar de señales completas sin resolver. Además, en el caso de un pico individual sobresaliente de la joroba, la dificultad principal fue

NOTAS TÉCNICAS

considerar en la integración únicamente la parte del pico sobresaliente, sin eliminar la parte que se encontraba debajo. A pesar de los intentos anteriores de cuantificación de MOSH/MOAH utilizando GCxGC-FID para la confirmación, como sugirió la EFSA en 2012, este problema específico nunca se ha abordado adecuadamente.¹¹⁻¹⁴

Para superar estos inconvenientes, los ingenieros de software de LECO desarrollaron un algoritmo novedoso capaz de “recortar los picos sobresalientes” en la parte superior de la joroba. El algoritmo funciona con datos 1D (GC-FID) y 2D (GCxGC-FID) y permite una sustracción automática de la señal del blanco para excluir cualquier contribución del sangrado de la columna. En 1D, el algoritmo elimina automáticamente los picos estrechos bien formados en la parte superior de la joroba mediante la creación de una nueva línea que interpola adecuadamente la base de los picos recortados, conservando el resto de la señal (Figura 2).

Casi el mismo concepto ha sido aplicado en 2D: ChromaTOF reconstruye automáticamente un cromatograma 1D para cada punto 2D y elimina los picos sobre-salientes con el mismo algoritmo descrito más arriba. Entonces, se obtiene una nube “ limpia”, y se puede visualizar la correspondiente señal FID, tanto como un chromatograma 1D o bien 2D. En el primer caso, vista 1D

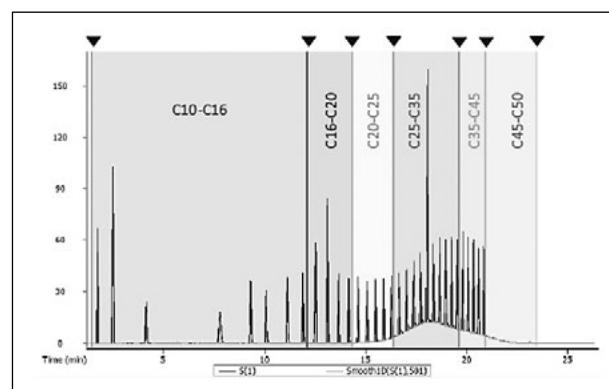


Figura 2. En azul, la señal de un aceite de parafina (Supelco #18512) fortificado con una mezcla de alcanos C8-C40 (Supelco). En rosa, la señal suavizada creada por ChromaTOF.

reconstruida, el usuario puede ejecutar una inspección más tradicional de los datos y evaluar el suavizado de los mismos. En el segundo caso, vista 2D, el usuario puede aprovechar toda la información útil contenida en el gráfico de contorno bidimensional y clasificar y cuantificar separadamente las subclases de MOAH (Figura 3).

La ventaja de una detección paralela con un TOFMS es la posibilidad de realizar búsquedas dirigidas y no dirigidas de los componentes. El espectro de masas permite una confirmación adicional sobre la identidad

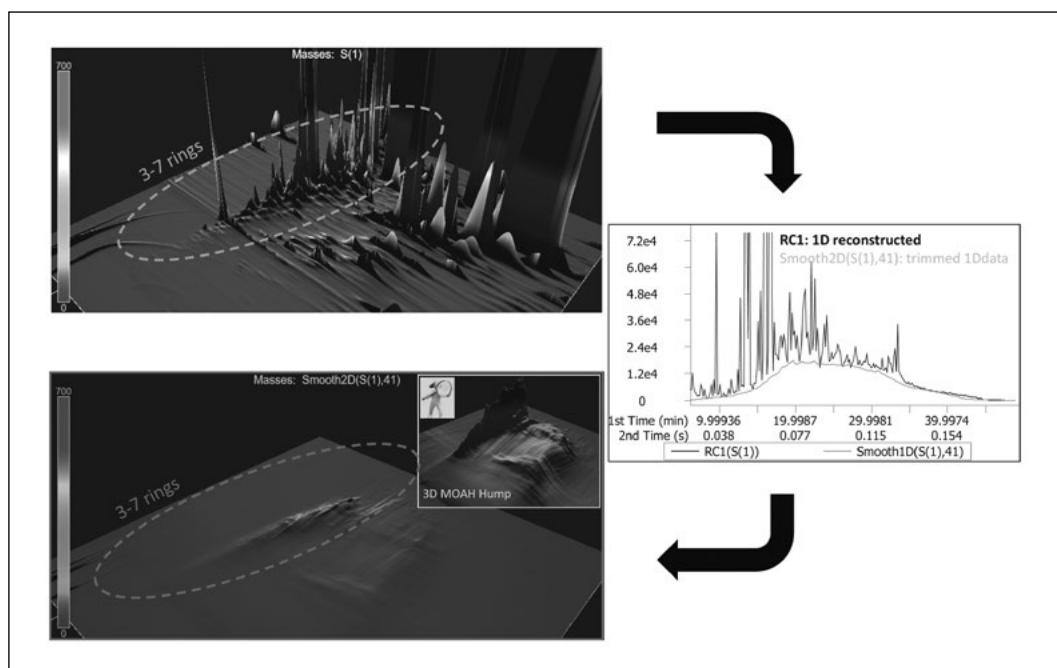


Figura 3. En el gráfico 3D superior se aprecia una muestra alimentaria contaminada por MOAH (3-7 anillos aromáticos). El mismo gráfico reprocesado por ChromaTOF para eliminar los picos sobre la joroba (gráfico 3D inferior). A la derecha, se ve un chromatograma 1D reconstruido para una profunda evaluación del proceso recorte de picos.

de los picos que se necesitan sustraer como interiores naturales (Figura 4, arriba). Además, el uso de "filtros espectrales" permite una confirmación más

rápida de la naturaleza química de los compuestos detectados. Esta característica proporciona un soporte extra para interpretaciones complejas, reduciendo la

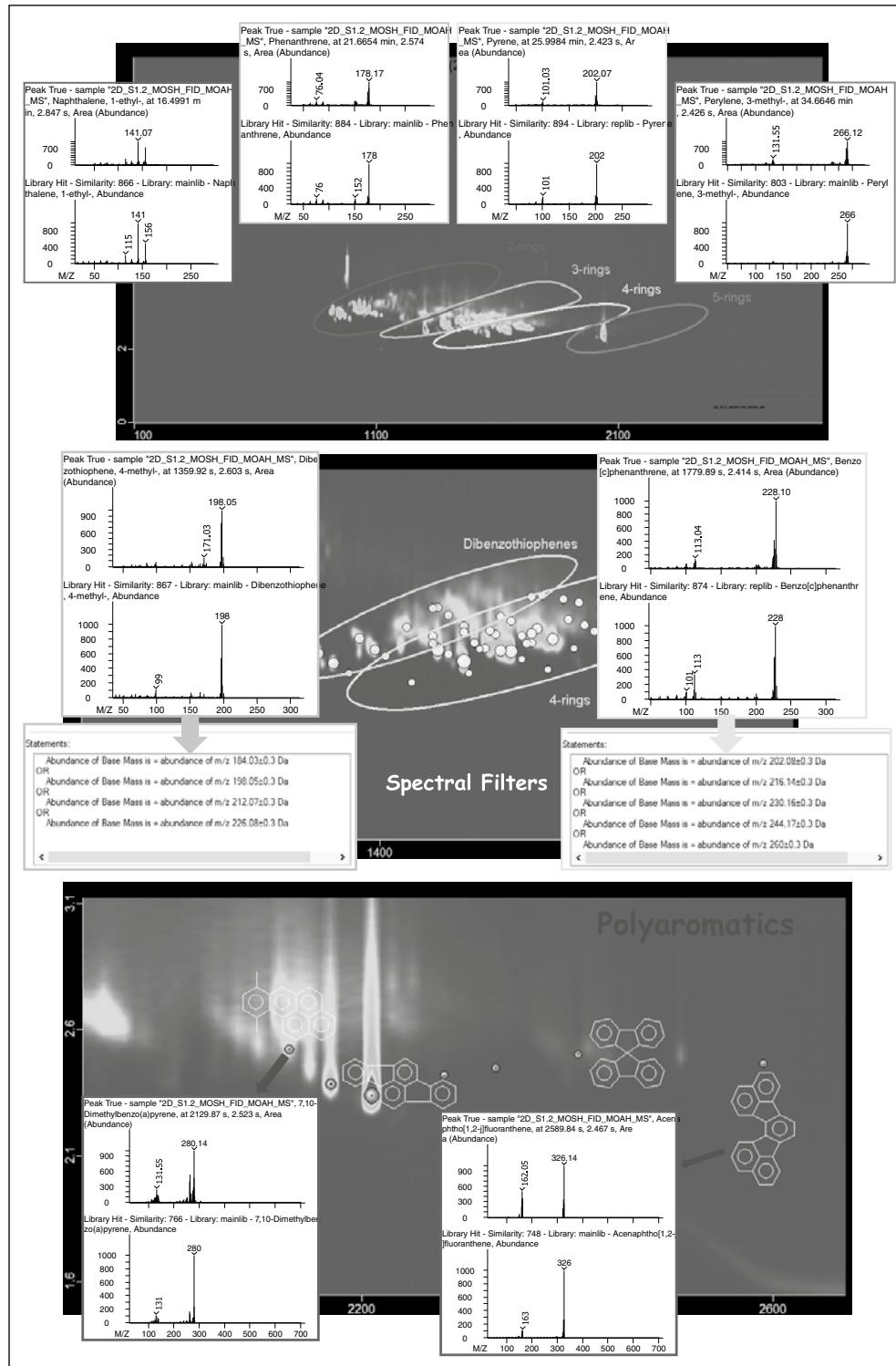


Figura 4. Arriba: GCxGC-TOFMS, clasificación de 2-5 anillos aromáticos, basada en sus fragmentos m/z característicos; Centro: aplicación de filtro de espectro específico para refinar la clasificación; Abajo: identificación de poliaromáticos (> 5 anillos).

NOTAS TÉCNICAS

incertidumbre (Figura 4, centro). Finalmente, la presencia de una clase específica de componentes (e.j., aromáticos de 3-7 anillos) es también fácilmente identificada empleando TOFMS, pues permite una evaluación en profundidad de la contaminación presente en una muestra específica (Figura 4, inferior).

Se probó la versión del software ChromaTOF para MOSH/MOAH analizando la mezcla de aceite de pa-

rafina-alcano por triplicado, tanto en 1D (LC-GC-FID) como en 2D (LC-GCxGC-TOFMS/FID). La comparación con el valor esperado de 3,7% y 2,2% en 1D y 2D mostró una concordancia general entre los dos métodos. Además, se analizaron dos muestras de alimentos para animales para comparar los resultados 1D y 2D. Los resultados, evaluados como la cantidad total de MOSH y MOAH en el rango C10-50, fueron comparables, como se muestra en la Figura 5.

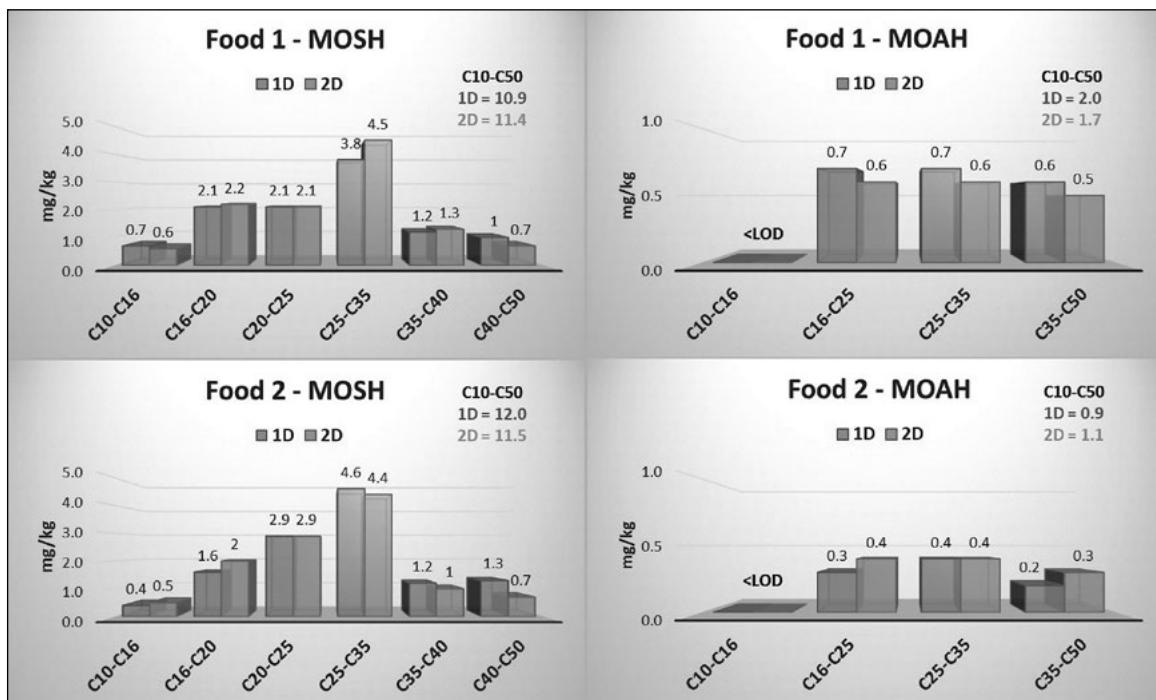


Figura 5. Comparación de datos cuantitativos obtenidos por LC-GC-FID y LC-GCxGC-TOFMS/FID. Los gráficos muestran una concordancia entre ambos métodos.

Conclusiones

La nota de aplicación demuestra el satisfactorio acoplamiento entre la metodología oficialmente recomendada para analizar MOSH y MOAH (i.e. LC-GC-FID) y la tecnología GCxGC-TOFMS/FID de LECO.

Este método unificado LC-GCxGC-TOFMS/FID, en combinación con la nueva versión de software ChromaTOF version exclusivamente dedicada al análisis MOSH/MOAH, reduce la incertidumbre derivada del uso de metodologías de separación y detección no selectivas. Los resultados mostrados en la Figura 5 demuestran claramente la confianza de los datos cuantitativos producidos por esta novedosa plataforma. Este trabajo debe considerarse como un avance de

vanguardia, ya que es necesario realizar más investigaciones para ampliar el conocimiento sobre esta amplia clase de contaminantes y sus interferencias comunes, ahora que su presencia puede confirmarse de manera más fiable.

Referencias

1. Grob, K., Artho, A., Biedermann, M., Egli, J. Food contamination by hydrocarbons from lubricating oils and release agents: determination by coupled LC-GC. *Food Addit. Contam.* 1991; 8:437-446. doi:10.1080/02652039109373993
2. Moret, S., Grob, K., Conte, L. S., Mineral oil polycyclic aromatic hydrocarbons in foods, e.g. from jute bags, by

- on-line LC-solvent evaporation (SE)-LC-GC-FID. Z Lebensm Unters Forsch A. 1997; 204:241-246. doi:10.1007/s002170050071
3. Castle, L., Nichol, J., Gilbert, J., Migration of mineral hydrocarbons into foods. 4. Waxed paper for packaging dry goods including bread, confectionery and for domestic use including microwave cooking. Food Addit. Contam. 1994; 11:79-89. doi:10.1080/02652039409374204
 4. M. Biedermann, K. Fiselier, K. Grob, Aromatic hydrocarbons of mineral oil origin in foods: method for determining the total concentration and first result, J. Agric. Food Chem. 57 (2009) 8711-8721. doi:10.1021/jf901375e
 5. L. W. Spack, G. Leszczyk, J. Varela, H. Simian, T. Gude, R. H. Stadler, Understanding the contamination of food with mineral oil: the need for a confirmatory analytical and procedural approach, Food Addit. Contam. - Part A Chem. Anal. Control. Expo. Risk Assess. 34 (2017) 1052-1071, doi: 10.1080/19440049.2017.1306655
 6. M. Biedermann, G. McCombie, K. Grob, O. Kappenstein, C. Hutzler, K. Pfaff, A. Luch, FID or MS for mineral oil analysis? J. Fur Verbraucherschutz Und Leb. 12 (2017) 363-365, doi: 10.1007/s00003-017-1127-8
 7. S. Bratinova, E. Hoekstra, H. Emons, C. Hutzler, O. Kappenstein, M. Biedermann, G. McCombie, The reliability of MOSH/MOAH data: a comment on a recently published article, J. Fur Verbraucherschutz Und Leb. (2020) 2-4, doi: 10.1007/s00003-020-01287-w.[18]
 8. Biedermann M., Grob K. On-line coupled high performance liquid chromatography-gas chromatography for the analysis of contamination by mineral oil. Part 2: Migration from paperboard into dry foods: Interpretation of chromatograms J. Chrom. A, 2012; 1255:76-99
 9. S. Bratinova, E. Hoekstra, Joint Research Center (JRC). Guidance on sampling, analysis and data reporting for the monitoring of mineral oil hydrocarbons in food and food contact materials. In the frame of Commission Recommendation (EU) 2017/84, 2019. doi:10.2760/208879
 10. BfR. Messung Von Mineralöl-Kohlenwasserstoffen in Lebensmitteln Und Verpackungsmaterialien in German]. <http://www.bfr.bund.de/cm/343/messung-von-mineraloel-kohlenwasserstoffen-in-lebensmitteln-und-verpackungsmaterialie.pdf>. Accessed November 13, 2017. Berlin, Germany: Bundesinstitut für Risikobewertung (BfR); 2011
 11. M. Biedermann, L. Barp, C. Kornauth, T. Würger, M. Rudas, A. Reiner, N. Concin, K. Grob, Mineral oil in human tissues, Part II: characterization of the accumulated hydrocarbons by comprehensive two-dimensional gas chromatography, Sci. Total Environ. 506-507 (2015) 644-655, doi: 10.1016/j.scitotenv.2014.07.038
 12. G. McCombie, K. Hötzer, J. Daniel, M. Biedermann, A. Eicher, K. Grob, Compliance work for polyolefins in food contact: results of an official control campaign, Food Control 59 (2016) 793-800, doi: 10.1016/j.foodcont.2015.06.058
 13. G., Purcaro, P. Q., Tranchida, L., Barp, S., Moret, L. S., Conte, L. Mondello, Detailed elucidation of hydrocarbon contamination in food products by using solid-phase extraction and comprehensive gas chromatography with dual detection, Anal. Chim. Acta. 773 (2013) 97-104, doi: 10.1016/j.aca.2013.03.002
 14. M., Zoccali, P. Q., Tranchida, L., Mondello, On-line liquid chromatography- comprehensive two-dimensional gas chromatography with dual detection for the analysis of mineral oil and synthetic hydrocarbons in cosmetic lip care products, Anal. Chim. Acta. 1048 (2019) 221-226, doi: 10.1016/j.aca.2018.10.069

LECO Corporation | 3000 Lakeview Avenue | St. Joseph, MI 49085 | Phone: 800-292-6141 | 269-985-5496
 info@eco.com • www.leco.com | ISO-9001:2015 Q-994 | *LECO* is a registered trademark of LECO Corporation.
Pegasus, ChromaTOF are registered trademarks of LECO Corporation.

Form No. 203-821-645

2/22—REVO

© 2022 LECO Corporation



ANALYSIS OF WATER SOLUBLE VITAMINS BY HPLC-DAD

Introduction

Vitamins are critical compounds, which are essential for normal metabolism function. They are naturally

found in many foods but are also often added to processed food products. Additionally, vitamin supplements are a growing trend among people whose diet is restricted. Vitamins are separated into two groups: water-soluble and fat-soluble. The most common water-soluble vitamin supplements are Thiamine (B1), Pyridoxine (B6), Cyanocobalamin (B12), Riboflavin (B2), Niacin (B3) Nicotinamide, Ascorbic Glucoside, Vitamin C and Erythorbic Acid.

Routine analysis of water-soluble vitamins can be challenging due to the unstable nature of the target analytes. Many factors can affect vitamin stability such

NOTAS TÉCNICAS

as exposure to heat, light, and air as well as interactions with other food components. By using reverse phase, high-pressure liquid chromatography (HPLC) with Diode Array Detector (DAD) a qualitative method for the detection of water-soluble vitamins was easily developed. For quantitative analysis, separate HPLC methods are recommended due to Vitamin C and Erythorbic Acid instability in which decomposition regularly occurs during sample preparation.

Experimental

A SCION 6000 HPLC with DAD was used with a C18 (5 μ m) reverse phase column for the simultaneous identification of nine target compounds.

Analytical standards were prepared with a range from 0.1 mg/L to 50 mg/L in tetrabutylammonium hydroxide. For the analysis of vitamins B1 and B6, hydrochloride salt was used. Samples included a vitamin enriched health drink and a nutritional supplement. Samples were diluted 1:10 before being filtered through a 0.45 μ m filter. Analytical conditions for the HPLC-DAD can be found in Table 1.

Table 1. Method Parameters.

Parameter	Setting
Column	C18 250 mm \times 4.6 mm \times 5 μ m
Column Temp	40 °C
Mobile Phase	Phosphate Buffer (pH 5.2) : Acetonitrile (90:10 v/v)
Phosphate Buffer	10 mM tetrabutylammonium hydroxide 10 mM monopotassium phosphate
Flow Rate	0.8 mL/min
Injection Vol	10 μ L
DAD	260 nm

Results

Excellent linearity was observed with all target compounds; R^2 value was 0.996 or greater. To ensure good linearity Vitamin C, Erythorbic Acid and Vitamin B12 must be prepared daily, due to the instability of the vitamins in the eluent. Figure 1 shows the linearity of Vitamin B6 which is representative of all target compounds with the exception of three above (R^2 was 0.996).

Table 2 lists each target compound and corresponding peak number for Figure 2. Figure 2 shows the chromatogram of the 5mg/L analytical standard.

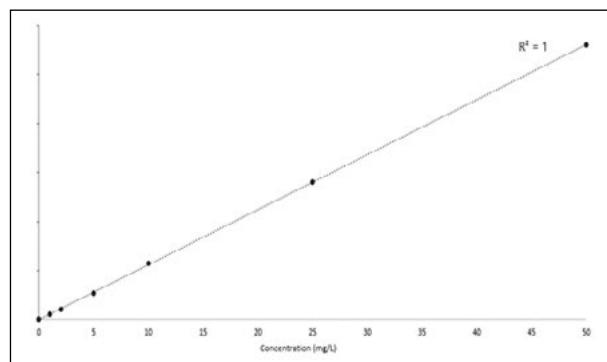


Figure 1. Calibration curve of Vitamin B6.

Table 2. Peak Identifiers.

Peak	Vitamin
1	B ₁
2	B ₆
3	Nicotinamide
4	B ₁₂
5	Ascorbic Glucoside
6	C
7	Erythorbic Acid
8	B ₂
9	Niacin

Figure 2 highlights the excellent separation and peak shape of each target Vitamin.

Figure 3 shows the chromatogram obtained when the vitamin enriched drink sample was analysed. Additionally, Figure 4 highlights the capability of the Compass CDS software to compare the absorption spectrum of the target analyte with the spectrum of the analytical standard, providing extra confidence of the results.

Figure 5 shows the chromatogram of the nutritional supplement sample whilst Figure 6 details the absorption spectrum comparison of Vitamin C to the analytical standard.

The nutritional supplement sample contained one more vitamin, Vitamin C, than the vitamin enriched health drink. The only vitamins present in both samples were Vitamin B1 and Nicotinamide. The absorbance spectrum comparisons confirm that the identified target compounds have exactly the same absorbance pattern as the corresponding standard for that compound, adding an extra level of confidence in the results.

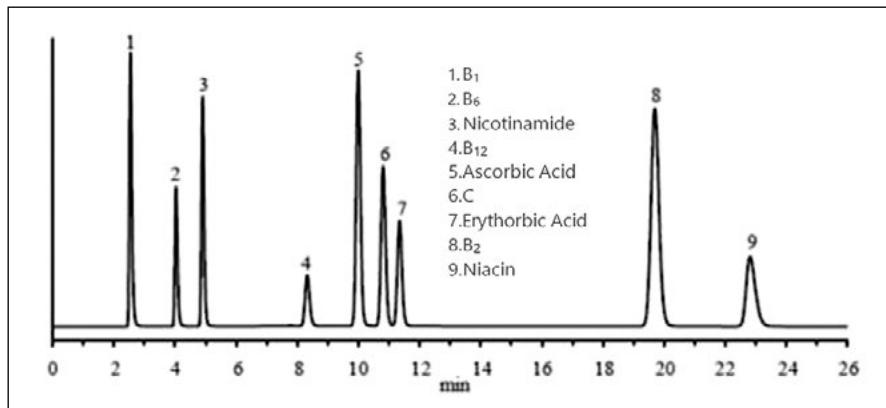


Figure 2. Chromatogram of 5 mg/L analytical standard.

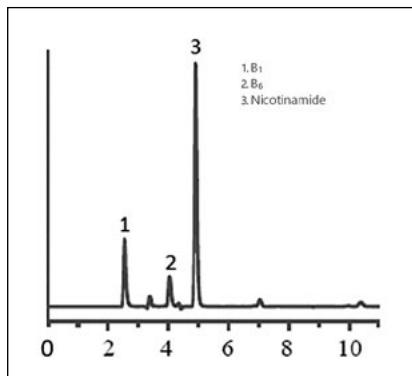


Figure 3. Chromatogram of vitamin enriched health drink.

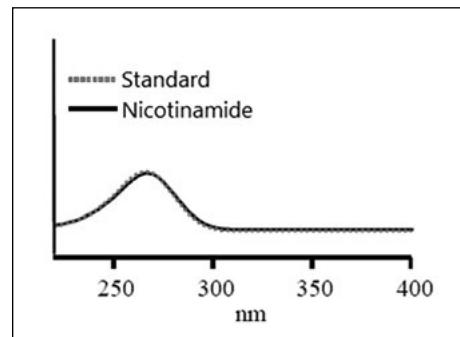


Figure 4. Absorption spectrum comparison of standard and health drink sample.

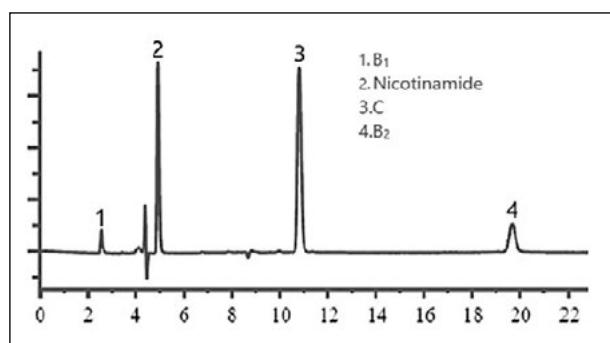


Figure 5. Chromatogram of nutritional supplement sample

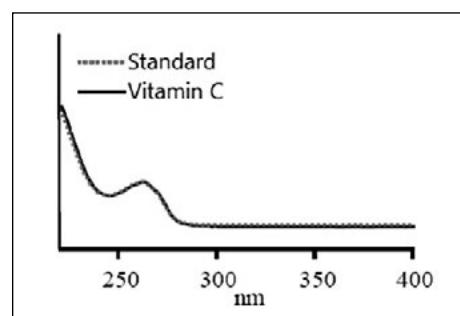


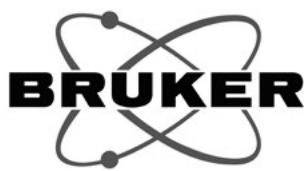
Figure 6. Absorption spectrum comparison of standard and nutritional supplement sample.

Conclusion

Simultaneous identification of nine water-soluble vitamins was easily achieved using the SCION HPLC with Diode Array Detection and a reverse phase C18 column. Sample preparation is a key factor that

must be considered during this application due to the unstable properties of Vitamin C and Erythorbic Acid. Excellent linearity was observed, even for the unstable vitamins. Compass CDS software allows easy comparison of absorbance spectra for confirmation in identification.

NOVEDADES TÉCNICAS



BRUKER; HACIA EL ANÁLISIS EN TIEMPO REAL

Nueva fuente de ionización DART

Introducción

Bruker continúa con su camino de innovación y desarrollo en la espectrometría de masas, ofreciendo enfoques nuevos que suponen un salto adelante en la capacidad de implementación de nuevas tecnologías. En esta dinámica se inscribe la adquisición por parte de Bruker de la tecnología de Análisis Directo en Tiempo Real (DART) de IonSense. La incorporación de esta tecnología al catálogo de soluciones de Bruker y la excelente sinergia que aporta con los instrumentos de Bruker, abre una nueva era en la aplicabilidad de la detección por MS sin acoplamiento cromatográfico.



Figura 1. Los nuevos sistemas DART EVOQ TQ avanzan hacia una respuesta rápida y accesible en múltiples análisis.

Dentro y fuera del laboratorio

El acoplamiento de ambas tecnologías DART y MS inicia una nueva era, donde el análisis ya no solamente es posible dentro del laboratorio, sino que potencialmente será posible en el lugar donde se requiera, extendiendo su aplicabilidad a nuevos campos de actuación como pueden ser los análisis de alimentos y bebidas, seguridad, toxicología, industrial, medio ambiente e industria farmacéutica.

Tecnología DART™

La tecnología DART™ permite el análisis de muchos tipos distintos de muestras, incluyendo sólidos, líquidos y gases, en segundos, con poca o ninguna preparación de muestras y, en la mayoría de casos, prescindiendo de etapas previas de separación cromatográfica.

Ofrece una ionización eficaz a presión atmosférica sin contacto con la muestra. Opera con la ayuda de un gas inerte que, mediante una descarga eléctrica seguida de una etapa de calentamiento, genera multitud de iones en fase vapor.

Análisis *in situ*

El acoplamiento de la tecnología DART con los sistemas de espectrometría de masas de Bruker permite un amplio abanico de soluciones en múltiples campos de aplicación. Quizá uno de las más destacados sea el acoplamiento con los sistemas de Triple Cuadrupolo EVOQ, ofreciendo de esta forma un analizador robusto, sensible y versátil para el análisis de compuestos conocidos. El sistema DART-EVOQ, permitirá el análisis de compuestos en aplicaciones agroalimentarias para determinar el grado de maduración para una cosecha

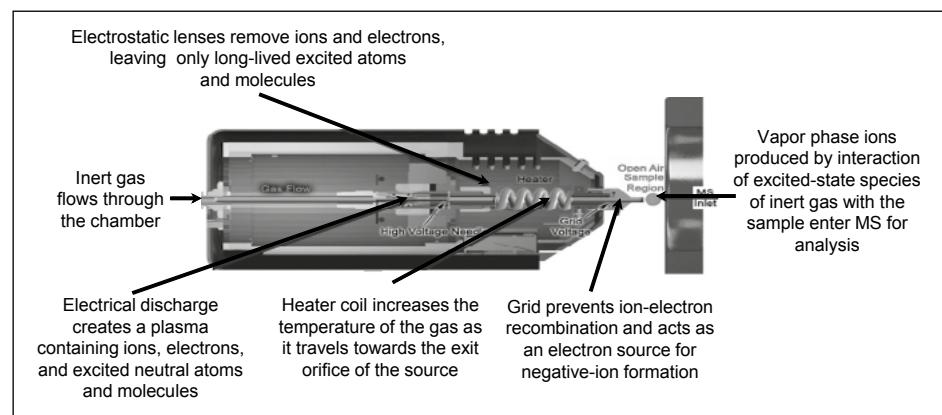


Figura 2. Esquema del sistema DART que permite la medida directa de la composición de una muestra mediante el acoplamiento con espectrometría de masas.

eficaz o el análisis de sustancias ilícitas en puntos de control en el campo toxicológico.

Es conocida la excelente correlación en muchos casos de los datos obtenidos mediante GC/MS o LC/MS con los obtenidos con el sistema DART, con la consiguiente mejora en tiempos de análisis, robustez y facilidad de uso, aumentando de esta manera el campo de aplicación de las metodologías GC-MS y LC-MS.

La extraordinaria potencialidad de este sistema no se limita a las aplicaciones mencionadas anteriormente. Su acoplamiento a técnicas avanzadas de alta resolución, así como los innovadores sistemas timsTOF, con una dimensión de separación adicional, abren un nuevo universo de soluciones ultra-rápidas en el campo metabolómico e incluso una herramienta potencialmente muy interesante para compuestos con baja estabilidad en disolución, o bien baja solubilidad en disolventes compatibles con ionización mediante electrospray, problemas habituales en cualquier laboratorio actual.

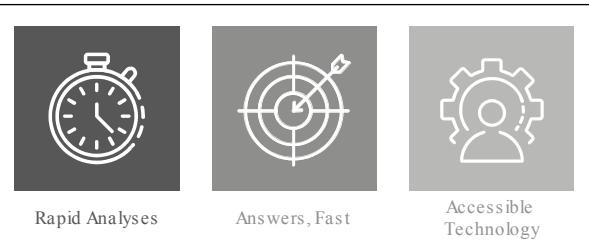


Figura 3. Detalle de acoplamiento sistema DART JumpShot a EVOQ MS.

Capacidad de automatización

La sencillez del sistema y su facilidad de uso ofrecen soluciones de alta productividad y automatización tanto en fase líquida como gas. Especialmente para la medida directa de sólidos, existe una serie de soluciones interesantes que automatizan la medida sobre papel, o incluso sobre comprimidos directamente para control de calidad e investigación en cualquier campo.

Conscientes del impacto medioambiental y las restricciones en el uso de determinados gases inertes, los sistemas DART-EVOQ incorporan tecnología de pulsos para el ahorro efectivo de gas, mejorando el nivel de sensibilidad. Estas mejoras permiten afrontar el análisis efectivo sobre placas de 96 pocillos, con el análisis de la placa completa en menos de 6 minutos, o con placas de 284 pocillos en menos de 25 minutos, siendo una técnica que puede aplicarse a análisis de cribado rápido "HTS" en múltiples campos de aplicación.



Conclusiones

Con esta incorporación, se consolida una evolución clara que potencia las soluciones rápidas y efectivas en mercados aplicados que incluyen alimentación y bebidas, medio ambiente, toxicología y fármacos.

Les mantendremos informados de las novedades que iremos presentando en este sentido y que estamos seguros están llamados a abrir nuevos campos y convertirse en soluciones estándar en un futuro próximo.

Bruker Española, S.A.

Parque Empresarial Rivas Futura
C/ Marie Curie, 5. Edificio Alfa
28521 Rivas-Vaciamadrid
Madrid – Spain
Tel.: 91 499 40 80
bdal.es@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



NUEVAS COLUMNAS KROMAPHASE CORE-SHELL

Scharlab amplía su catálogo de productos para cromatografía líquida con las nuevas Columnas KromaPhase Core-Shell Scharlau.

Las Columnas KromaPhase Core-Shell Scharlau están fabricadas con sílice de núcleo sólido no poroso rodeado por una capa de cubierta porosa de alta calidad que garantizan resultados óptimos.

La tecnología Core-Shell permite reducir el ensanchamiento de banda en los cromatogramas y, por tan-

to, obtener una mejor resolución. Gracias a las características de la silice Core-Shell es posible optimizar métodos cromatográficos y obtener resolución y tiempos propios de equipos de UPLC en equipos de HPLC convencionales. Esta optimización de métodos se traduce también en una reducción de la cantidad de disolvente usado.

Scharlab ofrece una amplia gama de Columnas y Precolumnas KromaPhase Core-Shell, con diferentes funcionalizaciones, diámetros internos, tamaños de poro y longitudes.

Todas las columnas y precolumnas son testada una a una después de su fabricación y se entregan con Certificado de análisis que muestra el cromatograma de control.

En caso necesario es posible también fabricar columnas a medida.



Descargue el folleto aquí:



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

Para publicar artículos en *CTA* **no** es necesario ser socio de la SECyTA.

El idioma de la revista y, por tanto de escritura de los artículos, es el castellano, aunque se admiten también artículos en inglés.

Los artículos pueden ser de los siguientes tipos:

- Trabajos originales de investigación.
- Revisiones bibliográficas.
- Artículos de divulgación.
- 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

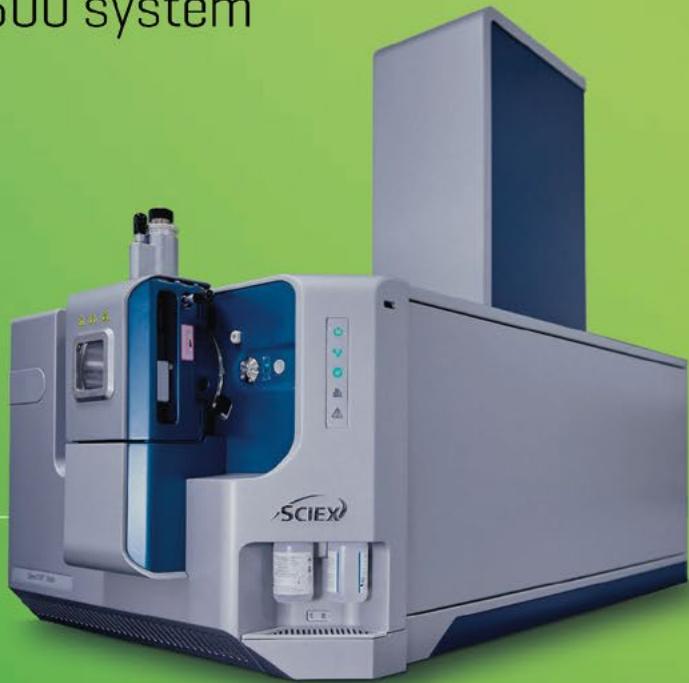
Instituto de Química Orgánica General, CSIC.
Juan de la Cierva, 3. 28006 Madrid.
Tel.: +34 912 587 559
mario@iqog.csic.es

BE **EXTRAORDINARY**

The Zeno revolution is now...

Introducing the SCIEX ZenoTOF 7600 system

Driven by the power of the
Zeno trap coupled with EAD
fragmentation technology.



This high-resolution accurate mass system encompasses the power of the Zeno trap with electron activated dissociation (EAD) or Collision Induced Dissociation (CID) technologies, allowing you to uncover structural information that was previously inaccessible.

- Reach MS/MS scan rates of up to 133Hz without sacrificing resolution
- Achieve sensitivity gains of up to 5-20x with Zeno trap pulsing
- Overcome duty cycle deficiencies injected to TOF
- Characterize large molecules including post-translation modification (PTMs)
- Understand molecular structures of entire compound classes

Now, you can be extraordinary.

Learn more at sciex.com/zenorevolution

XXI SCIENTIFIC MEETING

PALACIO DE EXPOSICIONES Y CONGRESOS CABO DE GATA CIUDAD DE ALMERÍA

ALMERÍA 25TH-27TH OCTOBER 2021

OF THE SPANISH SOCIETY
OF CHROMATOGRAPHY
AND RELATED TECHNIQUES

SECYTA
2022

SAVE
THE DATES



SECYTA

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AFINES



UNIVERSIDAD
DE ALMERÍA



ALMERÍA
CIUDAD