

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

SECYTA

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AFINES

50 1972-2022
ANIVERSARIO
GCTA

BOLETÍN DE LA SECYTA
VOLUMEN 43 NÚM. 2 (2022)
WWW.SECYTA.ORG

43

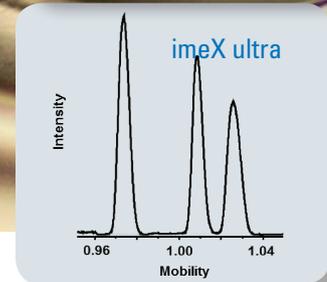
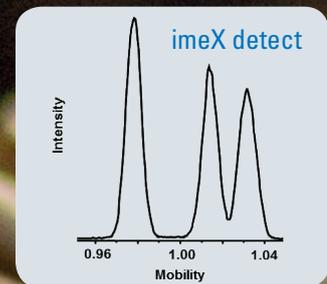
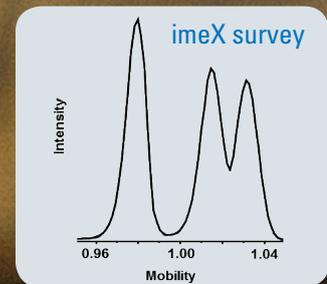


Bruker timsTOF™

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

Innovation with Integrity

TIMS-QTOF MS

Solo para investigación. No para uso diagnóstico.

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, 2022, Vol. 43, núm. 2

ISSN 1132-1369

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

ÍNDICE

62 EDITORIAL

ARTÍCULO

- 63 Aplicación de la movilidad iónica acoplada a espectrometría de masas (IMS-MS) en la separación y caracterización de mezclas isoméricas de oxilipinas. *S.M. Camuñas-Alberca, M.ª Morán-Garrido, J. Sáiz, A. Gradillas, C. Barbas*

NOTICIAS DE LA SECyTA

- 80 XXI Reunión Científica de la SECyTA (50ª Reunión Científica del GCTA)
81 XVI Edición de los Premios "José Antonio García Domínguez"
84 22ª Asamblea General de la SECyTA
94 50 aniversario GCTA
101 Premio SECyTA a la mejor Tesis Doctoral en Cromatografía y Técnicas Afines
103 Premios a socios
104 Homenaje a socios
105 Nuevos socios

INFORMACIONES

- 106 Proyecto IUPAC: Sostenibilidad de los métodos estándar oficiales de preparación de muestra
108 Congresos celebrados
111 Calendario de actividades
112 Nuevas Tesis Doctorales

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

- 114 Artículos de interés

DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS

- 118 Notas técnicas
138 Novedades técnicas



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

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

Depósito legal: M-1902-1975

Diseño y preimpresión: 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 terminado 2022 y, afortunadamente, lo cerramos con la satisfacción de haber podido encontrarnos al celebrar la XXI Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA 2022), del 25 al 27 de octubre de 2022. Creo que todos los que participamos coincidiremos en que nos quedó una reunión especial, al ser la primera en la que pudimos asistir personalmente después de la pandemia, encontrar a los amigos, compañeros, representantes de nuestras empresas patrocinadoras que una vez más nos apoyaron, y que están en esa misma categoría de amigos y compañeros. La alegría que se respiraba, la emoción, las conversaciones de ciencia y de vida estuvieron presentes desde el momento en que inauguramos la reunión. Quiero desde aquí dar de nuevo las gracias a la profesora Ana Agüera y a su equipo, con una organización científica y social magnífica en el marco incomparable del Parque Natural de Cabo de Gata, en mi querida Almería.

En esta ocasión tuvimos la oportunidad de disfrutar las conferencias plenarias de destacados especialistas, como el Prof. Nikolaos Thomaidis (National and Kapodistrian University of Athens, Grecia), el Prof. Tim Causon (University of Natural Resources and Life Sciences, Austria), el Prof. Javier Hernández (Universidad de La Laguna), el Prof. Michael Lämmerhofer (University of Tübingen, Alemania) y el Prof. Roberto Romero (Universidad de Almería). Contamos además con 20 comunicaciones orales senior, 90 comunicaciones en formato póster y una participación especialmente destacada de jóvenes investigadores, que presentaron 29 comunicaciones orales repartidas en 7 sesiones científicas. Como siempre agradecemos la presencia de nuestras empresas patrocinadoras, que apoyaron activamente la celebración de SECyTA 2022, presentando sus últimas novedades en la exposición comercial, seminarios y comunicaciones científicas. En este sentido, agradecemos a Bruker el patrocinio de la XVII edición de los **Premios José Antonio García-Domínguez**.

Este año tuvo como novedad la concesión del **Premio SECyTA a la mejor Tesis Doctoral en Cromatografía y Técnicas Afines**, en su primera edición, que, en esta ocasión, y de manera especial se entregó a las tesis seleccionadas correspondientes a los años 2020 y 2021. Es de destacar el alto nivel científico de las Tesis presentadas y desde aquí quiero agradecer el trabajo del Jurado, que sin duda llevaron a cabo una labor de selección muy compleja. Felicidades a los premiados y por supuesto a todos los que participaron, por el alto nivel y calidad de sus contribuciones.

Pero, además, si algo hizo aún más especial esta edición, fue la celebración en la cena de gala, del **50 Aniversario de la constitución del "Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines"**, origen de la actual SECyTA. Fue una noche cargada de emociones y recuerdos, en la que tuvimos la oportunidad por fin de entregar la **medalla de oro de la Sociedad a nuestro compañero y socio más antiguo, el Prof. José Carlos Díez-Masa**. Contamos además con la presencia de invitados que han sido cruciales en el desarrollo e impulso de nuestra Sociedad como el **Dr. Emilio Gelpí, la Dra. M.ª Teresa Galcerán, el Dr. Xavier Guardino, la Dra. M.ª José González**, sin olvidar al **Dr. Manuel Dabrio** y al **Dr. Miquel Gassiot**, que nos enviaron emotivos mensajes en la distancia. Fue una noche de fiesta en la que revisamos la historia de nuestra Sociedad a través de datos presentados por el Dr. F. Javier Santos e imágenes que pude recopilar con la ayuda del Dr. Javier Hernández Borges. Pudimos valorar el recorrido que se ha hecho en estos 50 años, siendo conscientes de la progresión y del excelente nivel científico al que hemos llegado en el ámbito de las técnicas separativas en España, en el que se vislumbra un futuro prometedor con la cantera de jóvenes investigadores que cada año en nuestras reuniones demuestran su valía y entusiasmo. Gracias a todos por formar parte de esta realidad que es la SECyTA.

¡Os deseo todo lo mejor para este año 2023!

Un abrazo,

ANA M. GARCÍA CAMPAÑA
Presidenta de SECyTA



ARTÍCULO

Aplicación de la movilidad iónica acoplada a espectrometría de masas (IMS-MS) en la separación y caracterización de mezclas isoméricas de oxilipinas

Sandra M. Camuñas-Alberca^{†1}, María Morán-Garrido^{†1}, Jorge Sáiz¹, Ana Gradillas¹, Coral Barbas^{1*}.

¹ Centro de Metabolómica y Bioanálisis (CEMBIO), Facultad de Farmacia, Universidad San Pablo-CEU, CEU Universities, Urbanización Montepríncipe, 28660 Boadilla del Monte, Madrid, Spain.

[†] Estos autores han contribuido a partes iguales en este manuscrito.

* Autor de correspondencia: cbarbas@ceu.es

RESUMEN

Las oxilipinas son lípidos bioactivos involucrados en una gran cantidad de procesos fisiológicos, incluyendo los procesos inflamatorios. En los últimos años, se ha perseguido activamente su caracterización en muestras biológicas, sin embargo, esto se ha visto obstaculizado debido a su baja abundancia o su diversidad estructural. La movilidad iónica (IMS) combinada con la cromatografía de líquidos (LC) y la espectrometría de masas (MS) han permitido aumentar la confianza en la anotación de lípidos y mejora la separación de isómeros y por ello puede considerarse una novedosa herramienta muy adecuada para identificar oxilipinas como potenciales biomarcadores. En este estudio, caracterizamos patrones de oxilipinas por LC-IMS-MS para generar una librería, incluyendo isómeros estructurales de posición. Varias de estas oxilipinas se identificaron al comparar la librería con muestras de plasma de pacientes con infección por COVID-19. Este flujo de trabajo nos permitirá obtener un mayor conocimiento sobre los procesos patológicos involucrados en esta enfermedad y otras enfermedades caracterizadas por procesos inflamatorios.

1. INTRODUCCIÓN

Las oxilipinas constituyen un amplio grupo de moléculas bioactivas derivadas de la oxidación enzimática o no enzimática (autooxidación) de los ácidos grasos poliinsaturados (PUFA), como el ácido linoleico (LA, C18:2, ω -6), el ácido dihomo-gamma linolénico (DGLA, C18:3 ω -6), el ácido alfa-linolénico (ALA, C18:3, ω -3), el ácido araquidónico (AA, C20:4, ω -6), el ácido eicosapentaenoico (EPA, C20:5, ω -3) y el ácido docosahexaenoico, (DHA, C22:6, ω -3) [1]. Las enzimas que participan en la síntesis de oxilipinas son la ciclooxigenasa (COX), la 15-hidroxi prostaglandina deshidrogenasa (15-PGDH), la lipoxigenasa (LOX), el citocromo P450 (CYP) y la epóxido hidrolasa soluble (sEH) [1]. Como muestra la **Figura 1**, los productos

finales de la oxidación enzimática de los PUFA incluyen un gran número de oxilipinas que difieren en el número de átomos de carbono, grupos funcionales oxigenados (e.g., hidroxilo (-OH), epóxido (-O-) y carbonilo (=O)), y en el tipo de isomería, (e.g., posición del grupo oxigenado y/o de los dobles enlaces presentes).

El interés creciente en el estudio de las oxilipinas se debe a que están implicadas en la regulación de múltiples procesos biológicos tales como el flujo sanguíneo, las contracciones del músculo liso, la señalización celular, la inflamación y la resolución de la misma [1,2] lipoxigenase, and cytochrome P450 pathways, resulting in the formation of prostaglandins, thromboxanes, mono-, di-, and tri-hydroxy fatty acids (FAs).

Recientemente, las técnicas “ómicas” han permitido descubrir y caracterizar un gran número de oxilipinas [3-5]. En la actualidad, gracias a la cromatografía líquida de ultra alta resolución (UHPLC) acoplada a espectrometría de masas en tándem (MS/MS), pueden analizarse e identificarse simultáneamente más de un centenar de estos compuestos [3]. Sin embargo, su análisis representa un gran reto analítico, debido a su baja abundancia, inestabilidad química y térmica y el desconocimiento de su diversidad en matrices biológicas. Además, se caracterizan por una gran complejidad química —que da lugar a una amplia variedad de propiedades físicas como la solubilidad y la polaridad— y se presentan como mezclas ricas en especies isoméricas [6]. Diferentes isómeros pueden además tener funciones biológicas diferentes. Esto ocurre por ejemplo con los isómeros 15- y 20-HETE, que poseen actividad antiinflamatoria [7] y proinflamatoria [8], respectivamente.

Las oxilipinas están involucradas en varias patologías y se ha explorado su papel como potenciales biomarcadores en cáncer [9], trastornos metabólicos [10] y enfermedades cardiovasculares [11], entre otras enfermedades, aumentando su interés en clínica. En

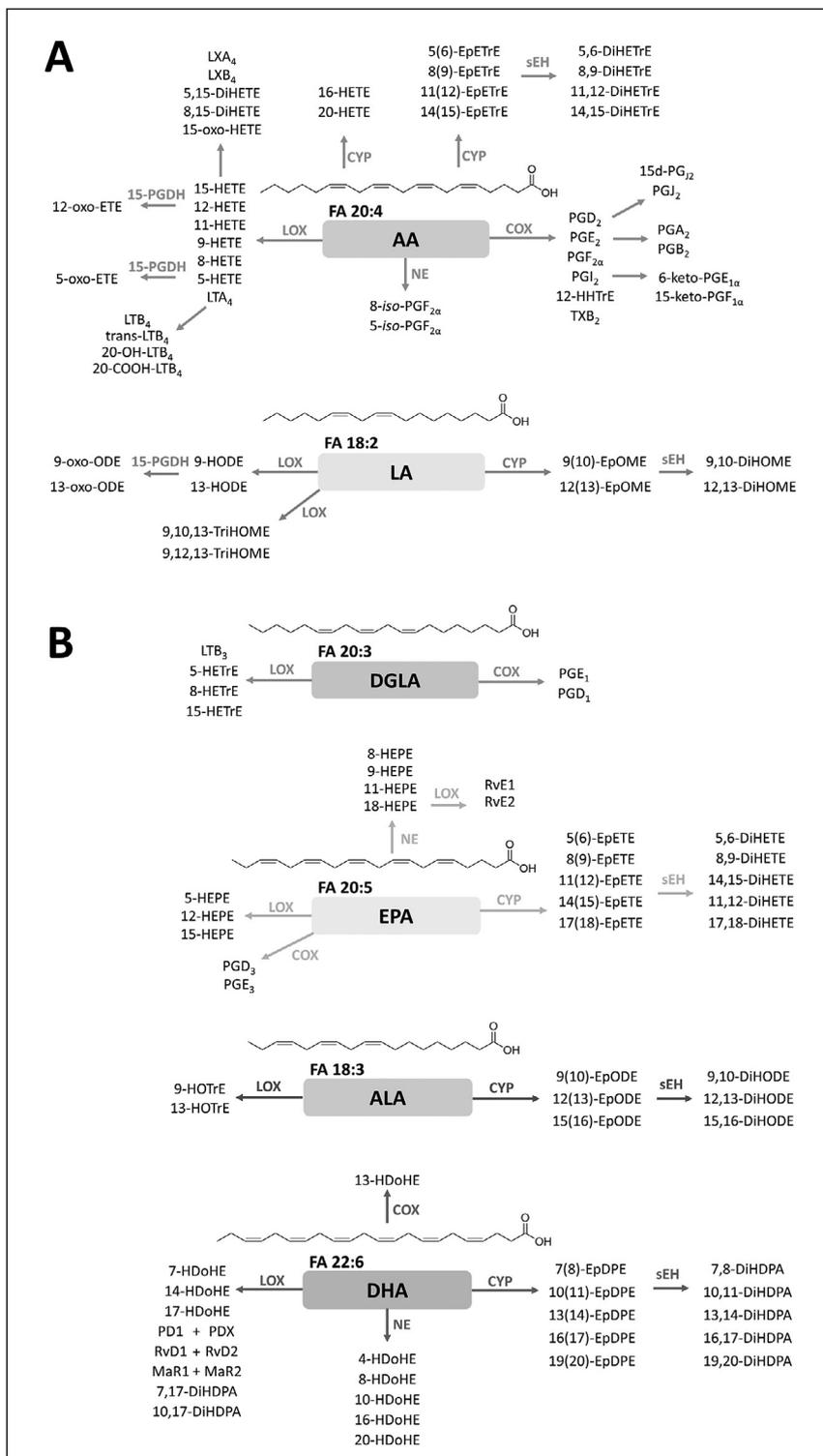


Figura 1. Esquema general de las principales rutas biosintéticas de las oxilipinas. La figura muestra las oxilipinas producidas a partir de sus precursores **(A)** ácidos omega-6 (ω -6), que son el ácido araquidónico (AA), ácido linoleico (LA) y ácido dihomo-gamma linolénico (DGLA), y **(B)** ácidos omega-3 (ω -3), que son el ácido eicosapentaenoico (EPA), ácido alfa-linolénico (ALA) y ácido docosahexaenoico (DHA). Cabe señalar que varias oxilipinas, como la 13-HDoHE, pueden formarse por vías tanto enzimáticas como de autooxidación, pero en la figura sólo se muestra una vía. Los nombres de las oxilipinas se indican al final del artículo en la sección de Abreviaturas.

este aspecto, la correcta caracterización de cada uno de los isómeros de las oxilipinas es clave para permitir un mejor conocimiento de las rutas metabólicas afectadas en las enfermedades.

Recientemente, se ha implementado la espectrometría de movilidad iónica (IMS) en los estudios de lipídica con el fin de mejorar la caracterización de los lípidos dada su amplia complejidad y heterogeneidad estructural [12,13]. Esta técnica permite la separación de iones, en fase gaseosa, según su carga, tamaño y conformación espacial bajo la influencia de un campo eléctrico a la vez que colisionan con las moléculas de un gas inerte [14,15]. Para realizar análisis de lípidos, como las oxilipinas, la IMS se suele acoplar a cromatografía de líquidos (LC) y a espectrometría de masas (MS), proporcionando una tercera dimensión de separación. Hay diferentes equipos de IMS que se pueden agrupar según la forma en la que separan los iones. El más común es la espectrometría de movilidad iónica de tubo de deriva (DTIMS). En este equipo el campo eléctrico que dirige a los iones al detector es constante y lineal, y la movilidad de los iones se mide según el tiempo que permanecen en el tubo de deriva hasta llegar al detector. El tiempo que emplean los iones en llegar al detector se denomina tiempo de llegada o tiempo de deriva (DT) [14,16]. Derivado del DT se calcula la sección transversal de colisión (CCS) que proporciona información sobre la configuración espacial de los iones. Otros equipos comunes de IMS son la espectrometría de movilidad iónica de onda viajera (TWIMS), de iones atrapados (TIMS) y de campo asimétrico (FAIMS), también denominada de movilidad diferencial (DMS), cuyas diferencias radican principalmente en el campo eléctrico y la dirección del gas inerte [17].

La metodología IMS-MS presenta tres aplicaciones o ventajas principales: (i) el filtrado de la señal para la adquisición de espectros de barrido (MS) y de fragmentación (MS/MS) de mayor calidad [16]; (ii) la determinación de un parámetro adicional, CCS; a los ya proporcionados por análisis LC-MS como son la masa exacta (m/z) y tiempo de retención (RT) [16,18-21]; y (iii) mayor resolución entre isómeros dada a la tercera dimensión de separación [16,22-24]. Todo ello permite que la combinación LC-IMS-MS sea una aproximación ventajosa para el estudio de oxilipinas en diversas situaciones fisiológicas y patológicas. Recientemente, en el volumen 43, número 1 del boletín de la SECyTA, se ha publicado una explicación detallada de las ventajas que presenta el uso de la IMS para la identificación de moléculas pequeñas [25] y que complementa y respalda nuestro estudio.

En el presente trabajo hemos realizado la descripción de los procesos de adquisición y procesamiento de datos para el análisis de las oxilipinas de grupo funcional hidroxilo mediante UHPLC-ESI(\pm)-DTIMS-QTOF-MS, con el fin de calcular los valores $^{DT}CCS_{N_2}$, llevar a cabo un filtrado de señales y conseguir la separación de isómeros de posición utilizando mezclas de estándares comerciales. Todo ello ha llevado a la obtención de una librería interna, la cual se ha utilizado en muestras de plasma de pacientes con infección por COVID-19 para la caracterización de las mezclas isoméricas presentes en ellas.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Reactivos y patrones

El acetonitrilo y metanol de calidad HPLC se adquirieron de Fisher Scientific®, el agua purificada mediante un sistema Milli-Qplus185 y el ácido acético glacial (AnalaR® NORMAPUR®) de VWR Chemicals. El Agilent Tuning Mix (*Part Number*: G1969-85000) empleado para el cálculo de los valores $^{DT}CCS_{N_2}$ por IMS se obtuvo de Agilent Technologies®.

Los patrones de oxilipinas se compraron a Cayman Chemical (Ann Arbor, MI, USA) y son los siguientes: 5-HETE (Cat #34210), 8-HETE (Cat #34340), 9-HETE (Cat #34400), 11-HETE (Cat #34500), 12-HETE (Cat #34550), 15-HETE (Cat #34700), 20-HETE (Cat #90030), 9-HODE (Cat #38400), 13-HODE (Cat #38600), 9,10-DiHOME (Cat #53400), 12,13-DiHOME (Cat #10009832), 9,10,13-TriHOME (Cat #26768), 9,12,13-TriHOME (Cat #10005143), 4-HDoHE (Cat #33200), 17-HDoHE (Cat #33650), 9-HOTrE (Cat #39420) y 13-HOTrE (Cat #39620).

Preparación de muestras biológicas

Las muestras de plasma de pacientes hospitalizados con infección por SARS-CoV-2 provienen del banco de muestras del CEMBIO. La preparación para su análisis se llevó a cabo siguiendo un protocolo descrito previamente [26] en el que la precipitación de proteínas y la extracción de metabolitos se realizó añadiendo una mezcla fría (-20 °C) de metanol/etanol (1:1, v/v) al plasma (3:1, v/v). La muestra se mezcló en vórtex durante 1 minuto, se mantuvo a 4 °C durante 5 minutos y se volvió a mezclar por vórtex. Por último, se centrifugó a $15.700 \times g$ durante 20 min a 4 °C. El sobrena-

dante, una vez filtrado con un filtro de nylon de 0,22 μm , se analizó por UHPLC-ESI(\pm)-DTIMS-QTOF-MS.

Instrumentación

Todas las muestras se analizaron en un equipo de movilidad iónica DTIMS Agilent 6560 IM-QTOF-MS con N_2 como gas inerte en la región de IMS, acoplado a un sistema de UHPLC Agilent 1290 Infinity II (Agilent Technologies®, Santa Clara, EE.UU.).

La separación cromatográfica de las oxilipinas se llevó a cabo en una columna Agilent Eclipse Plus C18 (2,1 mm \times 150 mm; 1,8 μm) mantenida a una temperatura de 45 °C. La fase móvil A era una disolución acuosa al 0,1% de ácido acético mientras que la fase móvil B era acetonitrilo/metanol (80:15, v/v) con ácido acético al 0,1%. El gradiente cromatográfico comenzó con un 35% de B a los 0-2 min, un 85% a los 12-15 min, un 100% de B a los 15,10-17 min y un 35% a los 17,10-19 min.

Las condiciones en la fuente de ionización fueron las siguientes: temperatura del gas 300 °C, flujo de gas 10 L/min, presión del nebulizador 35 psi, temperatura de SheathGas 350 °C, flujo del SheathGas 11 L/min, VCap 4000 V, voltaje de la boquilla 1000 V, voltaje del fragmentador 400 V, voltaje del skimmer 65V, OctopoleRFPeak 750. La adquisición de datos por IMS-MS se realizó con el modo de multiplexado de 4 bits para el modo barrido, tanto en ionización negativa como positiva por *electrospray* (ESI). Para la fragmentación MS/MS se utilizó el modo de fragmentación dirigida utilizando la disociación inducida por colisión (CID), con una energía de colisión de 20eV en ESI(-). El programa utilizado para la adquisición de los datos pertenece al paquete de Agilent MassHunter Workstation (Agilent Technologies®).

Procesado de datos

Con el software PNNL PreProcessor se llevó a cabo el demultiplexado de los datos. Para el cálculo de $^{\text{DT}}\text{CCS}_{\text{N}_2}$ de oxilipinas se realizó la recta de calibrado a partir de los componentes de la Agilent Tuning Mix y se aplicó a los archivos de datos con el software IMS-MS Browser del paquete Agilent MassHunter Workstation (Agilent Technologies®). Para realizar la librería interna de $^{\text{DT}}\text{CCS}_{\text{N}_2}$ para los patrones de oxilipinas, los valores de $^{\text{DT}}\text{CCS}_{\text{N}_2}$ se obtuvieron en análisis indepen-

dientes en 3 días diferentes y se calcularon la media y la desviación estándar relativa (RSD).

La caracterización de las oxilipinas en las muestras de plasma se realizó por comparación con los valores RT, m/z y $^{\text{DT}}\text{CCS}_{\text{N}_2}$ de nuestra librería interna. Las diferencias máximas permitidas para indicar su presencia en las muestras fueron de 0,15 minutos en RT, 10 ppm en la masa exacta, y 1% de error de $^{\text{DT}}\text{CCS}_{\text{N}_2}$.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Adquisición de datos con IMS-MS para el análisis de oxilipinas

Los equipos de IMS-MS pueden funcionar en los modos normales de los espectrómetros de MS: el modo de barrido y el modo de fragmentación de iones MS/MS.

Modo barrido MS

En el modo de barrido los iones atraviesan el tubo de deriva y llegan al detector, lo que permite analizar todos los iones en un rango de masas determinado. Este modo se utiliza para obtener una visión amplia de la composición de una muestra, ya que el sistema registra las abundancias y los DT de todos los m/z medidos. En la **Figura 2** se muestra el análisis de una mezcla de patrones comerciales de oxilipinas en modo de barrido de iones. En esta imagen se puede ver el tiempo de retención de cada uno de los compuestos, su m/z , el DT y la abundancia de todos los patrones de la mezcla.

Filtrar a través de la selección de un RT, una m/z y un DT concreto permite adquirir un espectro de MS significativamente más limpio. Sin embargo, debido a la naturaleza del equipo sólo entran en el tubo de deriva una pequeña proporción de los iones generados en la fuente, lo que disminuye la sensibilidad del análisis. Para solucionar este problema se utiliza una celda de captura de iones antes del tubo de deriva en la que los iones se acumulan durante un periodo de tiempo y se liberan, posteriormente, de forma controlada [27]. Esta estrategia aumenta el número de iones que llegan al detector, pero puede dar lugar a la saturación del detector [28]. Para evitar eso se ha desarrollado el modo de trabajo multiplexado, en el que múltiples paquetes de iones se introducen en la IMS siguiendo una secuencia de pulsos. Por ejemplo, cuando se visualiza un ion en un mapa de abundancia que muestra m/z y

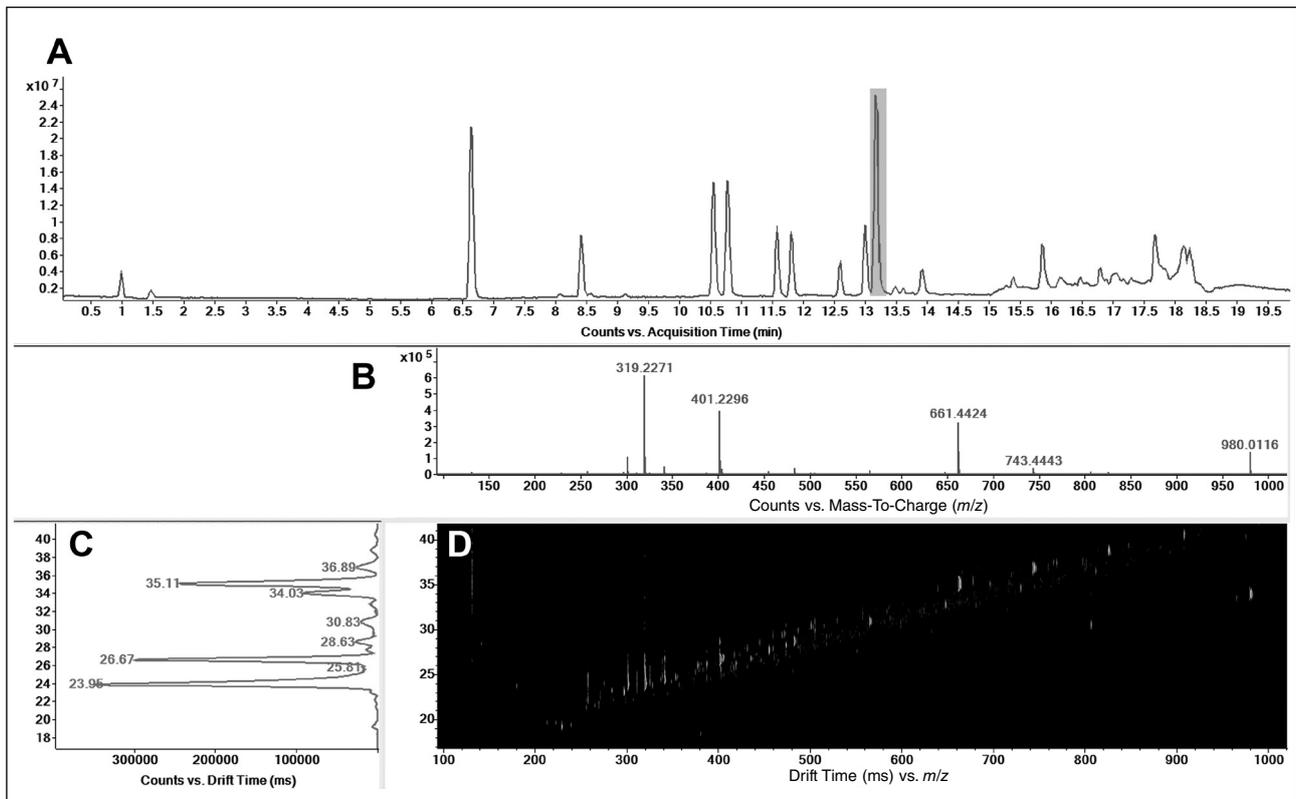


Figura 2. Cromatograma (LC) con (A) los tiempos de retención (RT) de todos los patrones de la muestra. Al seleccionar el pico situado en 13,0-13,5 se obtienen (B) las masas exactas (m/z) obtenidos por espectrometría de masas. (C) Los tiempos de deriva (DT) de los iones a ese RT aparecen en el lado izquierdo. (D) El gráfico simula la intensidad de los iones dispuestos según su m/z y DT. Software IM-MS Browser, perteneciente al paquete MassHunter Workstation de Agilent Technologies®.

el DT, se mostrarán ocho señales a diferentes tiempos de deriva (**Figura 3**). Sin embargo, para el cálculo del CCS y la interpretación de los datos, las señales se tienen que combinar con un software específico en un proceso llamado demultiplexado [28,29].

Las ventajas de un análisis multiplexado incluyen (i) la reducción del ruido, (ii) el aumento de la sensibilidad, y (iii) la menor probabilidad de saturación de los picos [27,29,30]. Así, realizar análisis de lípidos con el modo multiplexado en muestras complejas puede aumentar la búsqueda de *features* en la deconvolución del análisis, proporcionando una anotación más segura, especialmente de los lípidos poco abundantes como las oxilipinas [31]. En nuestro caso, realizamos el análisis de oxilipinas en modo multiplexado, tanto en los patrones como en las muestras, y utilizamos el software PNNL Preprocesor [32] para demultiplexar, que además permite hacer suavizado, reducción de ruido y reparación de saturación, lo que proporciona mayor sensibilidad y calidad a los espectros. Esto se observa en la **Figura 4**, al comparar un análisis lipídico

mediante UHPLC-ESI(-)-DTIMS-QTOF-MS sin multiplexar, con un análisis multiplexado y tratado con el software correspondiente. Se observa que el ruido se reduce considerablemente.

Modo fragmentación MS/MS

En el modo MS/MS los iones se fragmentan en una celda de colisión y los fragmentos llegan al detector. Estos proporcionan información esencial para la elucidación estructural y la identificación de lípidos [33,34]. Los análisis MS/MS pueden clasificarse en: dirigidos (*targeted*) y no dirigidos (*untargeted*). En la MS/MS dirigida, se crea una lista de iones de interés y el equipo sólo fragmenta esas masas. Mientras que en los análisis no dirigidos los iones se fragmentan sin ser seleccionados previamente. En este caso se pueden diferenciar dos modos de adquisición diferentes. El modo de adquisición dependiente de datos (DDA) o adquisición independiente de datos (DIA) [35].

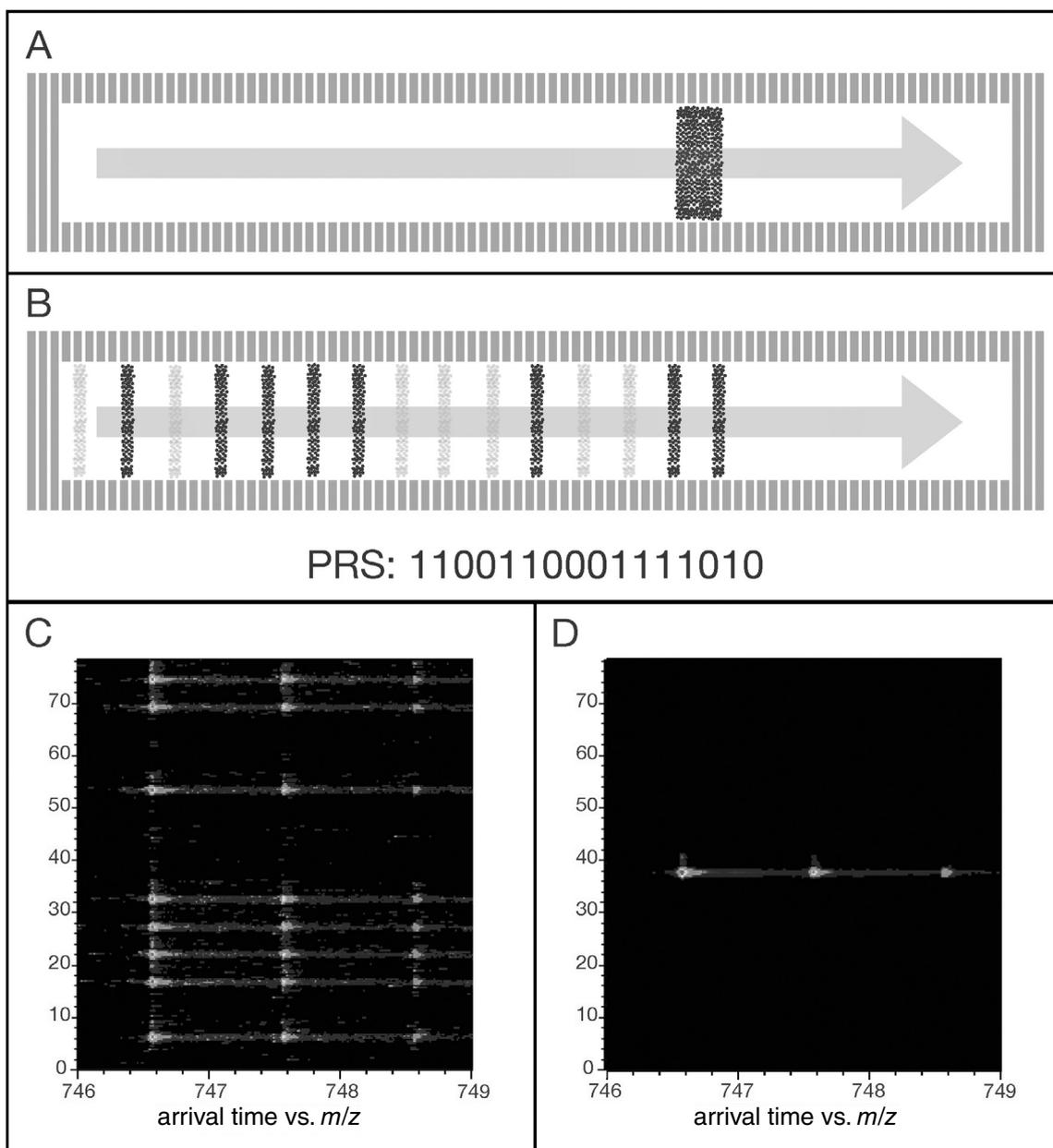


Figura 3. (A) Representación de un pulso en IMS, en el que los iones se desplazan de izquierda a derecha, hacia el detector. (B) Representación de una secuencia de pulsos (PRS; Secuencia Pseudoaleatoria) en un análisis con multiplexado, con pequeños paquetes de iones que se dirigen al detector. Las ocho bandas oscuras representan los ocho paquetes de iones pulsados (1), mientras que las bandas borrosas más claras representan eventos en los que los iones no se liberan (0). La anchura de las bandas oscuras representa la cantidad de iones en cada pulso. (C) Resultado de un análisis multiplexado para un valor de m/z en el que se pueden observar ocho pulsos de iones. (D) Los mismos datos después del demultiplexado, en la que todos los pulsos se combinan en uno mediante un software específico. Figura adaptada de Moran-Garrido *et al.* 2022.

En el análisis DDA, se realizan dos tipos de análisis consecutivos. Primero, se realiza un barrido de IMS-MS, a partir del cual se escogen los iones más abundantes. En un segundo análisis, el cuadrupolo aísla esos iones uno a uno y los fragmenta. Este proceso no

se encuentra automatizado en IMS-MS, como ocurre en el modo iterativo realizado en análisis en QTOF [36], por lo que se crean listas de exclusión manuales [37]. Por otro lado, en el análisis DIA los iones se fragmentan sin ninguna selección previa. En DIA tam-

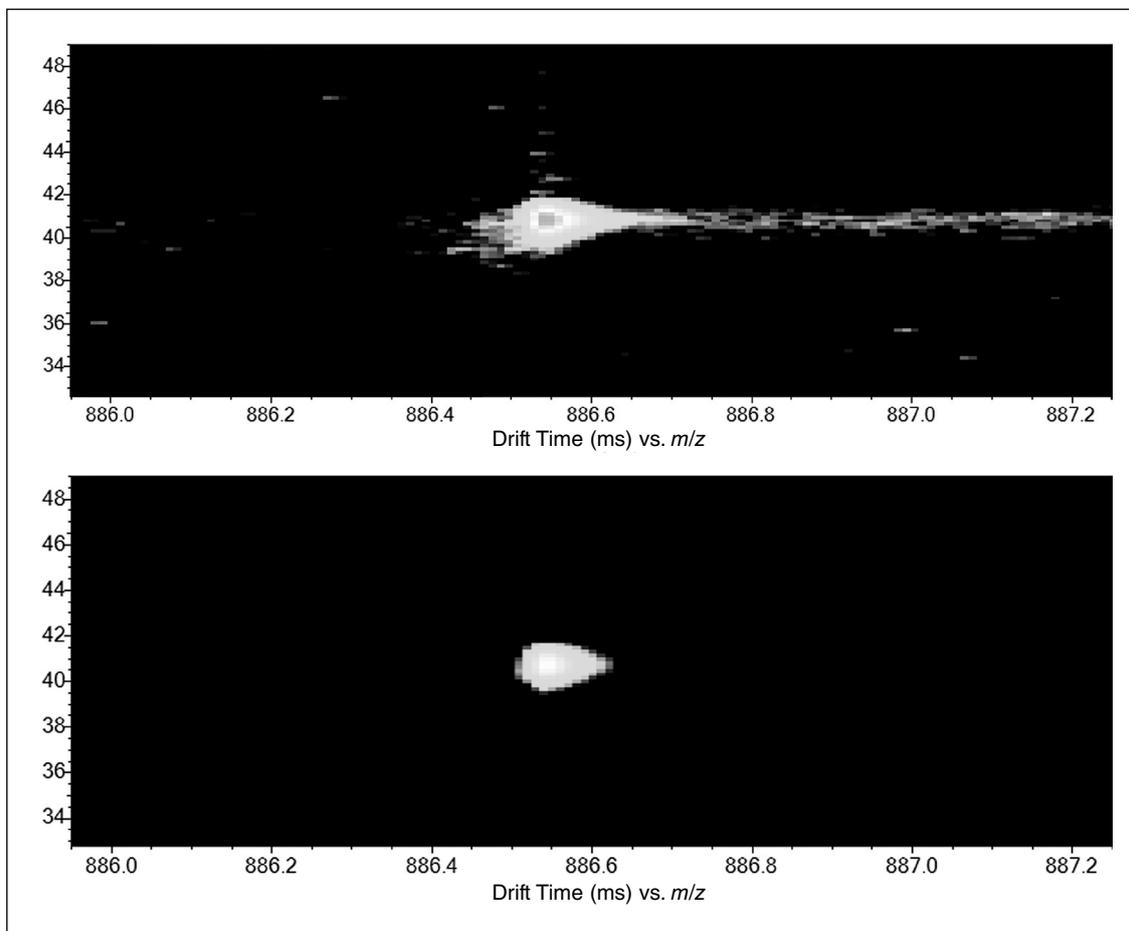


Figura 4. Gráficos de tiempos de deriva (DT) y masa exacta (m/z) para una oxilipina en su forma esterificada de isoprostano 11,12-PEIPC (1-palmitoil-(11,12-epoxiisoprostano E2)-sn-glicero-3-fosfocolina), en un análisis lipidómico con el uso de UHPLC-ESI(-)-DTIMS-QTOF-MS. Software IM-MS Browser, perteneciente al paquete MassHunter Workstation de Agilent Technologies®.

bién se ejecutan dos tipos consecutivos de análisis: en el primero todos los iones se transfieren al detector sin fragmentación, mientras que en el siguiente se produce la fragmentación. Para ello, el cuadrupolo no filtra ninguna masa, y actúa sólo como guía de iones. Por lo tanto, siempre que tengan el mismo RT y DT, varios precursores se fragmentan a la vez [37].

Cada enfoque tiene sus propias características, lo que se traduce en ventajas y desventajas en la identificación de metabolitos y la elucidación estructural. Para aprovechar al máximo la IMS-MS/MS, se sugiere combinar los análisis DDA y DIA, ya que combinando ambos análisis, se consigue potencialmente una mayor cobertura del lipidoma [35]. Sin embargo, para el estudio de oxilipinas, se utiliza generalmente el análisis en DIA, que se ha utilizado con éxito en la identificación de lípidos en diferentes estudios, porque permite una mejor identificación lipídica y no requiere

tanto tiempo en el análisis. Como es el caso de Hinz et al. [4] que caracterizaron mediante esta metodología oxilipinas en plaquetas humanas, y de Hellhake et al. [5] que lo hicieron en diferentes matrices biológicas relevantes (e.g., cultivos de células, plasma y suero humanos).

3.2. Filtrado de señales de los espectros adquiridos por IMS-MS/MS

Dependiendo del equipo y su configuración, la separación por IMS puede situarse antes o después de la fragmentación de los iones. En nuestro caso, el equipo 6560 IMS-QTOF-MS de Agilent tiene la separación por IMS antes de la celda de colisión lo que permite filtrar los espectros MS/MS en función del DT del ion precursor. Así, los espectros de MS/MS son más limpios, con menos ruido y libres de interferencias. Esto

permite una interpretación más fiable de los patrones fragmentación —permitiendo la determinación de los iones fragmento mayoritarios y diagnósticos— facilitando los procesos de identificación de lípidos [18,21,35,38].

La **Figura 5** muestra un ejemplo de la fragmentación MS/MS de la oxilipina 11-HETE en una muestra de plasma en el que se aprecian las diferencias de los espectros MS/MS al incorporar IMS al análisis y solamente con el empleo de LC-MS/MS. Al tratarse de una oxilipina que se encontraba poco abundante en la muestra, el análisis LC-MS/MS (**Figura 5B**) proporciona un espectro con alto nivel de ruido e interferencias, dificultando la correcta identificación del compuesto. Sin embargo, al incluir la separación por IMS antes de la fragmentación y filtrando el espectro según el DT de 11-HETE, se obtiene un espectro de MS/MS limpio en el que se pudo identificar perfectamente

te los fragmentos, y ello facilitó tanto la identificación de iones fragmento característicos como la caracterización final de la oxilipina (**Figura 5A**).

3.3. Cálculo de los valores de CCS para la caracterización de oxilipinas

Una de las principales ventajas de la IMS-MS es el cálculo de los valores de CCS de los iones analizados. El CCS es una propiedad física de los iones que depende de su tamaño, su forma y de la naturaleza físico-química de su interacción con otro ion cuando se encuentran en fase gaseosa [39]. Está definido por el “área efectiva” del ion que puede colisionar con el gas inerte bajo la influencia de un campo eléctrico. Se calcula a partir del tiempo que tardan los iones en recorrer el tubo de deriva del IMS con la ecuación de Mason-Schamp [16], y es directamente proporcional al tamaño o configuración espacial de los iones. Es decir, los iones más grandes y con estructuras más extendidas tienen un CCS mayor que los más pequeños o compactos.

Existen dos métodos para calcular el CCS de los iones en DTIMS. El primero —también conocido como “*Stepped-Field*”— sólo se permite el cálculo para un único compuesto en cada análisis, lo que limita su uso [40]. Y, el segundo —también conocido como “*Single Field*”— utiliza una regresión lineal con valores CCS de compuestos de referencia. Con este modo se pueden calcular los CCS de todos los iones de una muestra siempre que se analice en las mismas condiciones que los compuestos de referencia. Este método es más práctico y por ello, más utilizado [40,41].

Al ser un valor específico de cada ion, incluirlo en los análisis de MS ayuda a reducir el número de identificaciones erróneas y aumentar el nivel de confianza de las diferentes anotaciones, además, su alta reproducibilidad en diferentes laboratorios e instrumentos, lo convierte en un parámetro fiable para utilizarlo en la anotación de lípidos [19]. Para ello, se necesitan bases de datos de CCS que permitan la comparación con los valores de patrones medidos experimentalmente o predichos teóricamente, de la misma manera que se hace con los RT, m/z o patrones de fragmentación. De ahí, la importancia de crear bases de datos o librerías con los valores de CCS de diferentes compuestos. La **Tabla 1** resume las bases de datos metabolómicas actuales disponibles que proporcionan valores experimentales de CCS.

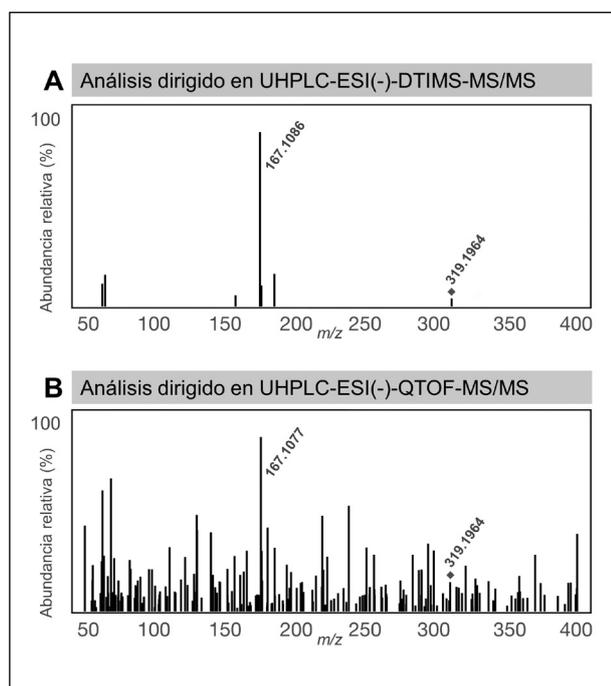


Figura 5. Adquisición de espectros en un análisis MS/MS dirigido para 11-HETE en una muestra de plasma en modo de ionización negativa por *electrospray*, ESI(-). El ion *pseudomolecular* empleado fue el [M-H], siendo la masa exacta del precursor (marcado con un rombo) 319.2279, con su ion fragmento mayoritario 167.1086. El análisis dirigido se llevó a cabo en un equipo Agilent 6560 IMS-QTOF-MS para reflejar la obtención de espectros significativamente más limpios (**A**) empleando la movilidad iónica en comparación con (**B**) el uso único de la espectrometría de masas.

Tabla 1. Características de las bases de datos con valores de CCS experimentales utilizadas en metabolómica. Tabla adaptada de Moran-Garrido *et al.* 2022. DTIMS: Espectrometría de Movilidad Iónica de Tubo de Deriva, TWIMS: Espectrometría de Movilidad Iónica de Onda Viajera.

	CCS Compendium	CCSBase	Pacific Northwest National Laboratory	LipidMaps	AllCCS	Metlin
Tamaño del conjunto de datos experimentales	3.728 valores (1.714 compuestos)	12.578 valores (5.077 compuestos)	> 500 valores	456 valores (217 compuestos)	3.359 valores (2.193 compuestos)	Se desconoce
Número de aductos recogidos	17 ¹	45 ²	9 ³	11 ⁴	15 ⁵	Se desconoce
Diversidad de compuestos	14 superclases, 80 clases y 157 subclases	Pequeñas moléculas, lípidos, péptidos y carbohidratos	Metabolitos primarios y secundarios y xenobióticos	7 clases lipídicas	14 superclases, 144 clases y 257 subclases	Se desconoce
Técnica de IMS empleada	DTIMS y TWIMS	DTIMS y TWIMS	DTIMS	DTIMS	DTIMS y TWIMS	Se desconoce
Gas inerte	Nitrógeno (N ₂)	Nitrógeno (N ₂)	Nitrógeno (N ₂)	Nitrógeno (N ₂)	Nitrógeno (N ₂)	Se desconoce
Aparecen en CCS compendium	Sí	Sí	No	No	Sí	Se desconoce
Acceso	Libre	Libre	Libre	Libre	Libre, bajo registro	Bajo licencia

Aunque las bases de datos experimentales son las preferidas por los investigadores, la falta de valores calculados experimentalmente hace que se hayan desarrollado diferentes modelos de *machine learning* para predecir CCS, y así utilizar este parámetro en la anotación [42]. Algunos ejemplos de bases de datos de CCS únicamente predichos o combinadas con datos experimentales son MetCCS [43], LipidCCS [44], DeepCCS [45], CCSBase [46], AllCCS [47], ISICLE [48], HPCCS [49] o DarkChem [50]. Además, algunas de las bases de datos más utilizadas para anotar metabolitos como HMDB [51] o Metlin [52] ya han incorporado valores de CCS para filtrar las anotaciones. Por otra parte, a partir de los modelos de predicción están surgiendo varias herramientas computacionales, como MS-Dial [53], Lipid4DAnalyzer [54] o CEU Mass Mediator [55], que permiten la anotación automatizada a partir de la información procedente de un análisis de LC-IMS-MS/MS (*m/z*, RT, CCS e iones fragmento MS/MS) [16].

A pesar del creciente número de bases de datos de CCS experimentales y de la continua mejora de las herramientas computacionales para predecir estos valores, no hay una gran cantidad de datos sobre oxilipinas. La base de datos CCS Compendium [56] únicamente recoge un total de 22 oxilipinas con sus valores

de CCS, que provienen de un único trabajo [57]. Además, los valores teóricos de CCS de las herramientas de predicción no parecen indicar que estos valores sean lo suficientemente distintos para diferenciar entre isómeros.

Debido a la escasez de estudios de oxilipinas y la baja cobertura de las mismas en los existentes, hemos creado una librería interna con 17 patrones comerciales de oxilipinas (7 que provienen a partir de AA, 6 de LA, 2 de DHA y 2 de ALA) que, siguiendo las indicaciones de Picache *et al.*, para la determinación de CCS por CCS Compendium [56], se analizaron por IMS-MS en tres días diferentes. Se determinó el ^{DT}CCS_{N₂ de cada uno de los patrones utilizando el método de calibrado "Single-Field". El RSD calculado de cada uno de los ^{DT}CCS_{N₂ en los dos modos de ionización utilizados fue menor a 0,5%, indicando la buena reproducibilidad del método. Esta librería interna, además del ^{DT}CCS_{N₂, tiene información del RT, *m/z*, y fragmentación por MS/MS, para así mejorar la caracterización de las oxilipinas en muestras biológicas con un mayor nivel de confianza. La **Figura 6** es la representación gráfica de la librería de CCS en ESI(-), donde se ven los ^{DT}CCS_{N₂ de cada patrón frente a su *m/z* para el ion *pseudomolecular* [M-H]⁻, el mayoritario observado.}}}}

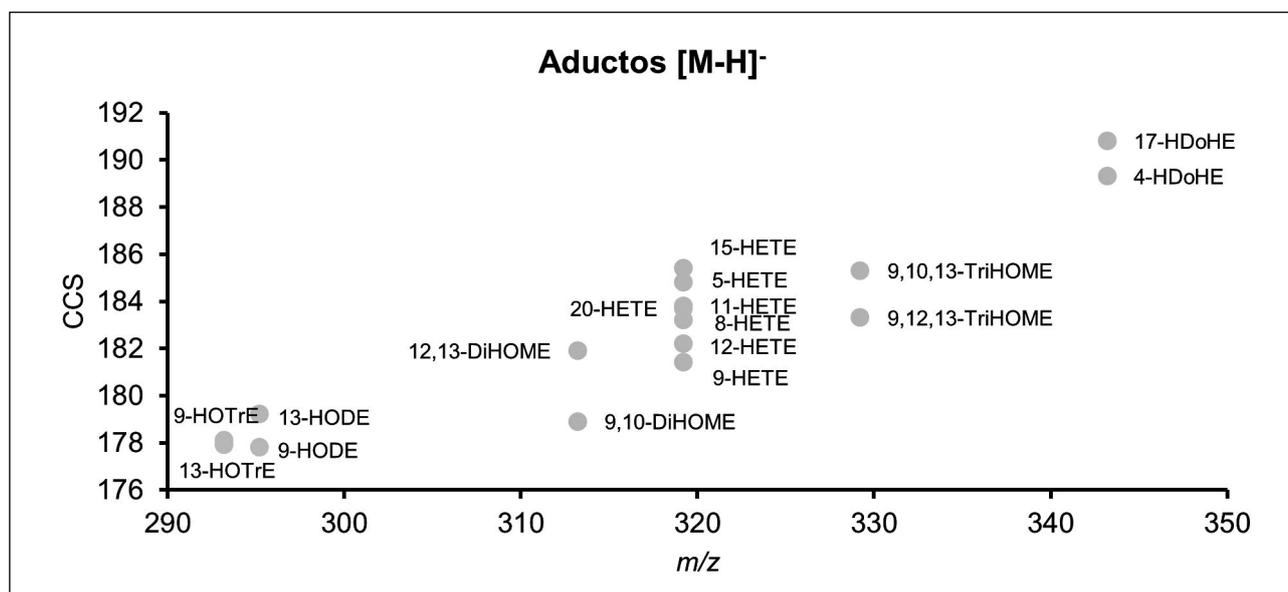


Figura 6. Gráfico representativo de la librería interna creada para los patrones de oxilipinas en modo de ionización negativa por *electrospray*, ESI(-). Se incluyen los 17 patrones para los cuales se han calculado los valores $^{DT}CCS_{N_2}$ y se han determinado su m/z . En el gráfico se representa la media de las medidas realizadas en 3 días diferentes.

3.4. Separación de mezclas isoméricas de oxilipinas por IMS-MS

Se ha conseguido separar varios isómeros de oxilipinas mediante flujos de trabajo en modo MS/MS con transiciones específicas [58,59], procesos de derivatización [60] o con columnas quirales para isómeros ópticos [61-63]. Sin embargo, para hacerlo se requieren protocolos largos, modos de trabajo específicos o conocimiento previo de la composición muestra. El uso de transiciones específicas ha permitido separar isómeros de posición de grupo funcional como el 8- y 12-HETE; el 9- y 12-HETE [58]; el 9- y 13-HODE; y 9- y 13-EpOME [59]. Aun así, sigue siendo complejo abarcar la separación de todos los posibles isómeros y de todas las posibles oxilipinas en una muestra biológica con el empleo de esta única metodología.

La IMS-MS, se posiciona como una opción prometedora para el análisis de estos compuestos, incluso para compuestos con pequeñas diferencias en su estructura [4,5,24]. En nuestro análisis en ESI(-) (**Figura 6**), se puede ver como se distinguen ciertos isómeros como el 12,13- y el 9,10-DiHOME, con una diferencia de $^{DT}CCS_{N_2}$ de 1,7% en las muestras de patrones. Sin embargo, para la mayoría de ellos el $^{DT}CCS_{N_2}$ del ion *pseudomolecular* [M-H]⁻ no es lo suficientemente diferente para poder distinguirlos en muestras biológicas ya que para ello se requiere al

menos un 2% en ΔCCS . La mayor diferencia en este modo de análisis la encontramos únicamente entre el 9- y el 15-HETE con 2,2%, pero no para otras parejas de regioisómeros, como entre el 9- y 13-HOTrE; o el 11- y 20-HETE.

En un estudio realizado por Kyle et al. [24] se observó que, aunque la mayoría de los análisis de oxilipinas se llevan a cabo en ionización negativa debido a su estructura química, es la ionización positiva con la formación de aductos con iones metálicos lo que permite la mejor separación de isómeros. Esta resolución aumentada se debe a los cambios de movilidad entre las formas isoméricas como resultado de los cambios conformacionales inducidos por la diferente coordinación del ion metálico en la formación del aducto [64]. Por lo tanto, los patrones incluidos en nuestra librería se midieron en ESI(+) los aductos de sodio [M+Na]⁺ de las oxilipinas (**Figura 7**).

Aunque la ionización no es tan eficiente en este modo de ionización, la separación de los aductos sodiados de isómeros es mayor. En la **Figura 7** se representa el $^{DT}CCS_{N_2}$ frente al m/z para estas especies. De manera general, y tras la observación de las figuras 6 y 7, se puede deducir que la formación de aductos es especialmente interesante para los cambios en movilidad y, por lo tanto, mejor separación en el caso de oxilipinas con un único grupo hidroxilo que difieren

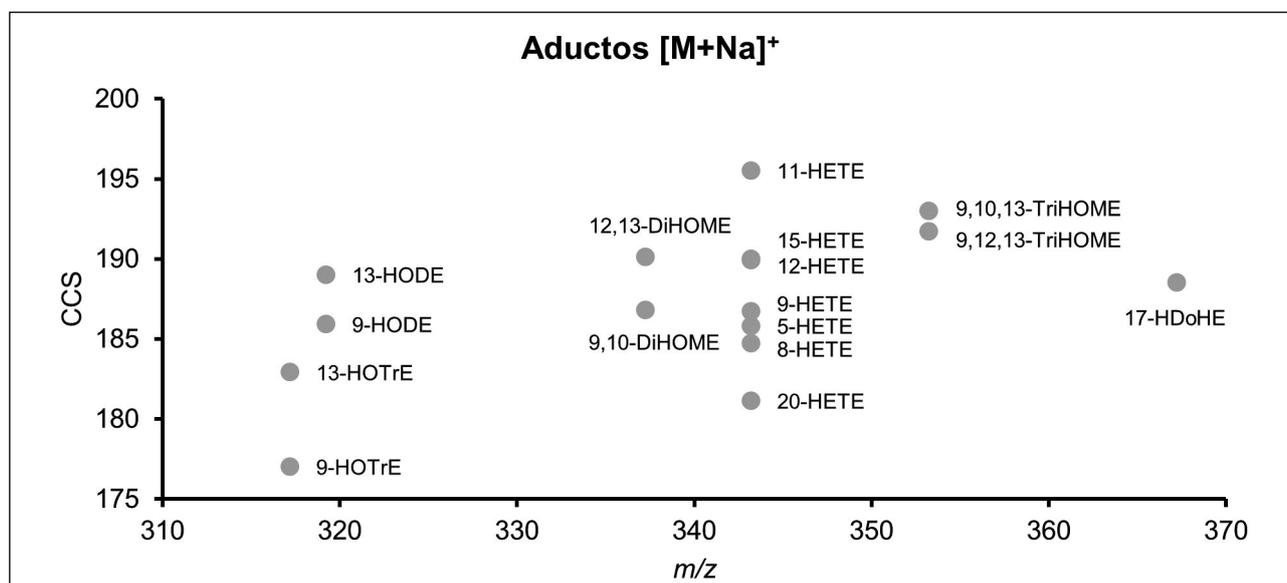


Figura 7. Gráfico representativo de la librería interna creada para los patrones de oxilipinas en modo de ionización positiva por *electrospray*, ESI(+). Se incluyen los 17 patrones para los cuales se han calculado los valores $^{DT}CCS_{N_2}$ y se han determinado su m/z . En el gráfico se representa la media de las medidas realizadas en 3 días diferentes. Para 4-HDoHE no se observó su aducto sodiado.

en su posición (i.e., 9- y 13-HETE, así como 9- y 13-HOTrE presentan mejor resolución). Sin embargo, para los isómeros de oxilipinas con dos o más grupos hidroxilo (i.e., DiHOME y TriHOME) se prefiere la formación del ion *pseudomolecular* en ESI(-).

Los isómeros 9- y 13-HOTrE muestran el aumento en resolución más evidente. La diferencia de $^{DT}CCS_{N_2}$ para los iones $[M-H]^-$ es de 0,1%, mientras que para las especies sodiadas es de 3,2%. En el caso concreto de 11- y el 20-HETE, la diferencia para las especies iónicas $[M-H]^-$ es de 0,05%, mientras que este valor aumenta a 7,6% para $[M+Na]^+$. Estas diferencias son particularmente importantes en las oxilipinas que coeluyen en el método cromatográfico empleado y no presentan un gran ΔCCS con el empleo de otros iones, como ocurre con 8- y el 12-HETE (RT 13,2 min). La diferencia de CCS con sodio es de 2,9% (**Figura 8A**).

Curiosamente, las oxilipinas 9- y 13-HODE, compuestos coeluyentes en la LC, presentan valores de $^{DT}CCS_{N_2}$ muy similares para ambos tipos de especies estudiadas (i.e., $[M-H]^-$ y $[M+Na]^+$). Por lo tanto, investigamos otros posibles aductos, como el $[M+2Na-H]^+$, que resultó ser uno de los más abundantes en el análisis por ESI(+). Con esta nueva especie, estos dos isó-

meros presentan una diferencia de 4,9% (**Figura 8B**) en sus valores de $^{DT}CCS_{N_2}$ frente al 1,7% del $[M+Na]^+$.

3.5. Caracterización de oxilipinas en muestras de plasma humano

Para comprobar la utilidad de la IMS-MS aplicada a nuestra librería de oxilipinas con los valores de $^{DT}CCS_{N_2}$, analizamos muestras de plasma de pacientes hospitalizados por COVID-19. La COVID-19 es una infección vírica respiratoria, declarada pandemia por la Organización Mundial de la Salud (OMS), causada por el coronavirus conocido como Síndrome Respiratorio Agudo Severo Coronavirus 2 (SARS-CoV-2), responsable de más de 639 millones de casos y 6,63 millones de muertes en todo el mundo [65] hasta noviembre de 2022.

La sintomatología de la infección puede ser muy variada, desde muy leve sin síntomas a muy grave e incluso mortal. Se ha visto que una de las características principales de la enfermedad es la activación excesiva de la respuesta inflamatoria, especialmente en pacientes con manifestación clínica grave, llegando a ser esta más destructiva que la actividad del virus. Esto sugiere que la respuesta inflamatoria mediada por oxilipinas podría ser indicativa de la severidad de la enfermedad [66]. Varios grupos han estudiado metabo-

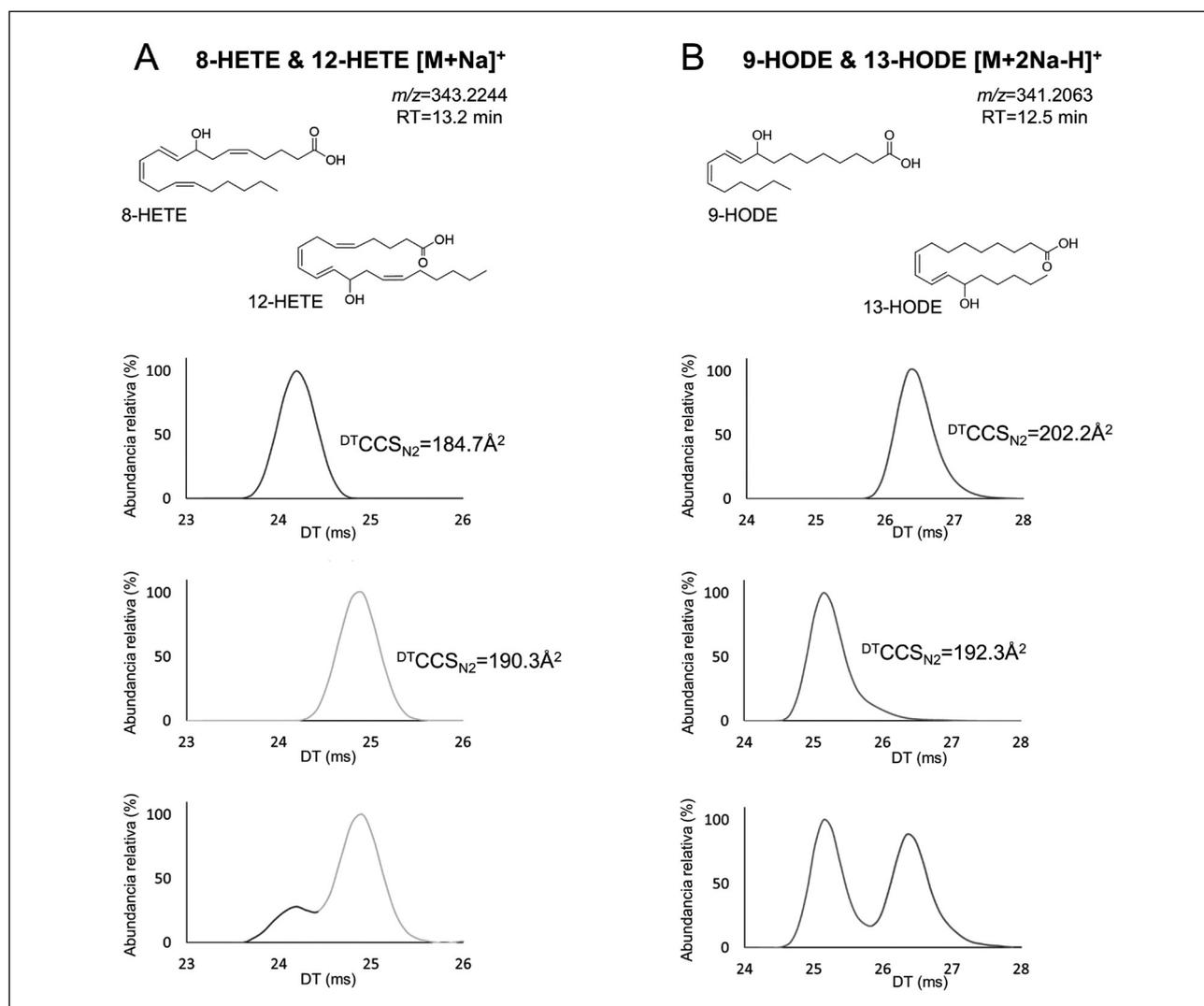


Figura 8. Separación de isómeros de oxilipinas en ESI(+) en muestras de patrones aislados y en mezcla (mobilogramas situados en la parte inferior de la figura). **(A)** Los aductos de sodio [M+Na]⁺ permitieron la separación entre 8- y 12-HETE. **(B)** Los aductos dobles de sodio [M+2Na-H]⁺ permitieron la separación de 9- y 13-HODE. Esto se traduce en diferencias significativas en sus valores de $DTCCS_{N_2}$, de gran utilidad para la posterior caracterización de las oxilipinas en muestras biológicas.

litos relevantes en la patogénesis de la COVID-19, sin embargo, ninguno se ha centrado en estudiar las oxilipinas como potenciales biomarcadores de pronóstico [67]. Conocer las oxilipinas implicadas en la infección podría ayudar a clasificar a los pacientes según su potencial severidad y así permitir un tratamiento temprano y más efectivo.

El análisis del plasma por UHPLC-ESI-DTIMS-QTOF-MS se realizó en modo de ionización positiva. Se compararon los m/z , RT y valores $DTCCS_{N_2}$ de las *features* que aparecían en la muestra tras el proceso de deconvolución, con los valores recogidos en nuestra librería

interna. Tras la comparación se caracterizaron 3 oxilipinas isómeras, 8-, 11-, y 12-HETE (**Tabla 2**), siendo 8- y 12-HETE coeluyentes en la LC. En estos tres casos, los valores de $DTCCS_{N_2}$ fueron clave para su correcta asignación en cada una de las *features*. Estos resultados muestran el gran potencial que presenta la incorporación de la IMS a los análisis convencionales de LC-MS para muestras biológicas. La mejor separación y caracterización de los isómeros con esta metodología aumenta la cobertura de las oxilipinas en muestras biológicas y, por lo tanto, permite un mejor conocimiento de las oxilipinas involucradas en la infección por SARS-CoV-2.

Tabla 2. Oxilipinas caracterizadas en muestras de plasma de pacientes con COVID-19 tras su análisis en UHPLC-ESI(+)-DTIMS-QTOF-MS. Un total de 3 isómeros de HETE (ácidos hidroxí-eicosatetraenoicos) fueron encontrados y correctamente anotados en las muestras. Las diferencias que se utilizaron para realizar la asignación fueron de 10 ppm en la masa exacta (m/z), 0,15 minutos en el tiempo de retención (RT), y 1% de error en los valores de secciones transversales de colisión ($^{DT}CCS_{N2}$). ID: Identificación.

Feature obtenida	Posible oxilipina	Error ppm	Error RT (min)	Error $^{DT}CCS_{N2}$ (%)	ID
1	8-HETE	8,16	0,06	0,90	✓
	11-HETE	8,16	0,12	4,69	✗
	12-HETE	8,16	0,07	1,86	✗
2	8-HETE	8,16	0,04	4,85	✗
	11-HETE	8,16	0,14	0,96	✓
	12-HETE	8,16	0,06	1,98	✗
3	8-HETE	3,50	0,14	2,92	✗
	11-HETE	3,50	0,32	2,78	✗
	12-HETE	3,50	0,12	0,11	✓

4. CONCLUSIONES

La implementación de la IMS en combinación con otras técnicas analíticas más frecuentes, como la LC y MS, ha demostrado ser una gran herramienta para mejorar la identificación de lípidos, incluyendo las oxilipinas. La IMS-MS aporta mejoras a diferentes niveles. Primero, en la adquisición de los datos se observan mejoras sustanciales en los espectros de MS, gracias a la posibilidad de multiplexar la señal, que reduce el ruido y amplía el rango dinámico de los análisis. En segundo lugar, disponer el IMS previo a la celda de colisión y MS permite realizar un filtrado de la señal, no sólo por m/z y RT, sino también por el DT, lo que proporciona espectros de fragmentación MS/MS significativamente más limpios. En tercer lugar, la separación basada en la configuración espacial permite mejorar la resolución entre isómeros y su identificación en muestras complejas. Por último, la determinación de los valores CCS aumenta la confianza en la anotación al disponer de un parámetro adicional que puede diferir entre isómeros. Sin embargo, las bases de datos de CCS experimentales aún no incluyen un gran número de oxilipinas para que puedan servir de referencia en análisis no dirigidos. Por lo tanto, es recomendable la realización de librerías internas para poder llevar a

cabo estos experimentos en muestras biológicas. Es la integración de todas estas librerías lo que permitiría aumentar las bases de datos que, siendo accesibles y públicas para la comunidad científica, permitirán obtener más información sobre el papel de estas moléculas en diferentes estados fisiológicos y patológicos.

Es importante destacar que IMS-MS lleva asociado una mayor complejidad en el procesamiento de los datos, así como un aumento en el tiempo requerido para ello. Además, en cuanto a la separación de isómeros, es altamente probable que para cada pareja de ellos se requiera un modo de trabajo específico y así poder resolverlos en el análisis. Como ocurre, por ejemplo, con la formación de aductos metálicos, que se ha visto ventajosa en ejemplos concretos. Actualmente, no existe ninguna norma que nos permita conocer cómo obtener la mejor resolución entre isómeros y únicamente se puede determinar experimentalmente, por lo que resulta muy interesante investigar la formación de varios aductos e incluirlos en librerías de referencia accesibles.

A pesar de las complicaciones en el análisis, el uso de IMS-MS aporta grandes ventajas en estudios de lipidómica que pueden llevar al establecimiento de ciertas oxilipinas como posibles biomarcadores de enfermedades. Su implementación en la clínica provocaría una mejora sustancial a la hora de diagnosticar, estudiar la evolución y tratar las enfermedades con componente inflamatorio, siendo un ejemplo de ello el aquí mostrado: la COVID-19.

5. ABREVIATURAS

15-PGDH: 15-Hidroxiprostaglandina Deshidrogenasa.
 AA: Ácido Araquidónico.
 ALA: Ácido Alfa-Linolénico.
 CCS: Sección Transversal de Colisión.
 CID: Disociación Inducida por Colisión.
 COVID-19: Enfermedad por Coronavirus 2019.
 COX: Ciclooxygenasa.
 CYP: Citocromo P450.
 DDA: Adquisición Dependiente de Datos.
 DGLA: Ácido Dihomo-Gamma Linolénico.
 DHA: Ácido Docosahexaenoico.
 DIA: Adquisición Independiente de Datos.
 DiHDPA: Ácido Dihidroxi-Docosapentaenoico.
 DiHETE: Ácido Dihidroxi-Eicosatetraenoico.
 DiHETRe: Ácido Dihidroxi-Eicosatrienoico.
 DiHODE: Ácido Dihidroxi-Octadecadienoico.
 DiHOME: Ácido Dihidroxi-Octadecenoico.

DMS: Espectrometría de Movilidad Diferencial.
 DT: Tiempo de Deriva.
^{DT}CCS_{N₂}: Sección Transversal de Colisión. adquirido en instrumentación DTIMS con N₂ como gas.
 DTIMS: Espectrometría de Movilidad Iónica de Tubo de Deriva.
 EPA: Ácido Eicosapentaenoico.
 EpDPE: Ácido Epoxi-Docosapentaenoico.
 EpETE: Ácido Epoxi-Eicosatetraenoico.
 EpETrE: Ácido Epoxi-Eicosatrienoico.
 EpODE: Ácido Epoxi-Octadecadienoico.
 EpOME: Ácido Epoxi-Octadecenoico.
 ESI: Electrospray.
 FA: Ácido Graso.
 FAIMS: Espectrometría de movilidad iónica de campo asimétrico.
 HDoHE: Ácido Hidroxdocosahexaenoico.
 HEPE: Ácido Hidroxi-Eicosapentaenoico.
 HETE: Ácido Hidroxi-Eicosatetraenoico.
 HHTrE: Ácido Hidroxi-Heptadecatrienoico.
 HODE: Ácido Hidroxi-Octadecadienoico.
 HOTrE: Ácido Hidroxi-Octadecatrienoico.
 ID: Identificación.
 IMS: Espectrometría de Movilidad Iónica.
 LA: *Ácido Linoleico*.
 LC: Cromatografía Líquida.
 LOX: Lipooxigenasa.
 LT: Leucotrieno.
 LX: L Lipoxina.
 MaR: Maresina.
 MS/MS: Espectrometría de Masas en Tándem.
 MS: Espectrometría de Masas.
 NE: No Enzimática.
 oxo-ETE: Ácido Oxo-Eicosatrienoico.
 PD: Protectina.
 PG: Prostaglandina.
 PRS: Secuencia Pseudoaleatoria.
 PUFA: Ácidos Grasos Poliinsaturados.
 QTOF: Cuadrupolo Tiempo de Vuelo.
 RSD: Desviación Estándar Relativa.
 RT: Tiempo de Retención.
 Rv: Resolvina.
 SARS-CoV-2: Síndrome Respiratorio Agudo Severo Coronavirus 2.
 sEH: Epóxido Hidrolasa Soluble.
 TIMS: Espectrometría de Movilidad Iónica de Iones Atrapados.
 TriHOME: Ácido Trihidroxi-Octadecenoico.
 TWIMS: Espectrometría de Movilidad Iónica de Onda Viajera.
 TX: Tromboxano.
 UHPLC: Cromatografía Líquida de Ultra Alta Resolución.

6. BIBLIOGRAFÍA

- [1] M. Gabbs, S. Leng, J. G. Devassy, M. Monirujjaman, H. M. Aukema, Advances in Our Understanding of Oxylipins Derived from Dietary PUFAs, *Adv. Nutr.* 6 (2015) 513-540. <https://doi.org/10.3945/an.114.007732>.
- [2] S. C. Dyal, L. Balas, N. G. Bazan, J.T. Brenna, N. Chiang, F. da Costa Souza, J. Dalli, T. Durand, J.-M. Galano, P. J. Lein, C. N. Serhan, A. Y. Taha, Polyunsaturated fatty acids and fatty acid-derived lipid mediators: Recent advances in the understanding of their biosynthesis, structures, and functions, *Prog. Lipid. Res.* 86 (2022) 101165. <https://doi.org/10.1016/j.plipres.2022.101165>.
- [3] C. Gladine, M. Fedorova, The clinical translation of eicosanoids and other oxylipins, although challenging, should be actively pursued, *J. Mass Spectrom. Adv. Clin. Lab.* 21 (2021) 27-30. <https://doi.org/10.1016/j.jmsacl.2021.08.003>.
- [4] C. Hinz, S. Liggi, G. Mocciano, S. Jung, I. Induruwa, M. Pereira, C. E. Bryant, S. W. Meckelmann, V. B. O'Donnell, R. W. Farndale, J. Fjeldsted, J. L. Griffin, A Comprehensive UHPLC Ion Mobility Quadrupole Time-of-Flight Method for Profiling and Quantification of Eicosanoids, Other Oxylipins, and Fatty Acids, *Anal. Chem.* 91 (2019) 8025-8035. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.8b04615>.
- [5] S. Hellhake, S. W. Meckelmann, M. T. Empl, K. Rentmeister, W. Wißdorf, P. Steinberg, O. J. Schmitz, T. Benter, N. H. Schebb, Non-targeted and targeted analysis of oxylipins in combination with charge-switch derivatization by ion mobility high-resolution mass spectrometry, *Anal. Bioanal. Chem.* 412 (2020) 5743-5757. <https://doi.org/10.1007/s00216-020-02795-2>.
- [6] A. Villaseñor, J. Godzien, T.C. Barker-Tejeda, C. Gonzalez-Riano, Á. López-López, D. Dudzik, A. Gradillas, C. Barbas, Analytical approaches for studying oxygenated lipids in the search of potential biomarkers by LC-MS, *TrAC - Trends Anal. Chem.* 143 (2021) 116367. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2021.116367>.
- [7] Y. Tian, J. Gou, H. Zhang, J. Lu, Z. Jin, S. Jia, L. Bai, The anti-inflammatory effects of 15-HETE on osteoarthritis during treadmill exercise, *Life Sci.* 273 (2021) 119260. <https://doi.org/10.1016/j.lfs.2021.119260>.
- [8] A. Hamers, C. P. Primus, C. Whitear, N. A. Kumar, M. Masucci, S. A. Montalvo Moreira, K. Rathod, J. Chen, K. Bubb, R. Colas, R. S. Khambata, J. Dalli, A. Ahluwalia, 20-hydroxyeicosatetraenoic acid (20-HETE) is a pivotal endogenous ligand for TRPV1-mediated neurogenic inflammation in the skin, *Br. J. Pharmacol.* 179 (2022) 1450-1469. <https://doi.org/10.1111/bph.15726>.
- [9] M. Chocholoušková, R. Jirásko, D. Vrána, J. Gatěk, B. Melichar, M. Holčápek, Reversed phase UHPLC/ESI-MS determination of oxylipins in human plasma: a case study of female breast cancer, *Anal. Bioanal. Chem.* 411 (2019) 1239-1251. <https://doi.org/10.1007/s00216-018-1556-y>.

- [10] M. Loef, L. van de Stadt, S. Böhringer, A. C. Bay-Jensen, A. Mobasher, J. Larkin, F. P. J. G. Lafeber, F. J. Blanco, I. K. Haugen, F. Berenbaum, M. Giera, A. Ioan-Facsinay, M. Kloppenburg, The association of the lipid profile with knee and hand osteoarthritis severity: the IMI-APPROACH cohort, *Osteoarthr. Cartil.* 30 (2022) 1062-1069. <https://doi.org/10.1016/j.joca.2022.05.008>.
- [11] M. A. Nayeem, Role of oxylipins in cardiovascular diseases, *Acta Pharmacol. Sin.* 39 (2018) 1142-1154. <https://doi.org/10.1038/aps.2018.24>.
- [12] K. L. Leaptrot, J. C. May, J. N. Dodds, J. A. McLean, Ion mobility conformational lipid atlas for high confidence lipidomics, *Nat. Commun.* 10 (2019) 985. <https://doi.org/10.1038/s41467-019-08897-5>.
- [13] H. C. Köfeler, R. Ahrends, E. S. Baker, K. Ekroos, X. Han, N. Hoffmann, M. Holčápek, M. R. Wenk, G. Liebisch, Recommendations for good practice in MS-based lipidomics, *J. Lipid Res.* 62 (2021) 100138. <https://doi.org/10.1016/j.jlr.2021.100138>.
- [14] J. C. May, J. A. McLean, Ion Mobility-Mass Spectrometry: Time-Dispersive Instrumentation, *Anal. Chem.* 87 (2015) 1422-1436. <https://doi.org/10.1021/ac504720m>.
- [15] V. Gabelica, E. Marklund, Fundamentals of ion mobility spectrometry, *Curr. Opin. Chem. Biol.* 42 (2018) 51-59. <https://doi.org/10.1016/j.cbpa.2017.10.022>.
- [16] J. N. Dodds, E. S. Baker, Ion Mobility Spectrometry: Fundamental Concepts, Instrumentation, Applications, and the Road Ahead, *J. Am. Soc. Mass Spectrom.* 30 (2019) 2185-2195. <https://doi.org/10.1007/s13361-019-02288-2>.
- [17] V. D'Atri, T. Causon, O. Hernandez-Alba, A. Mutabazi, J.-L. Veuthey, S. Cianferani, D. Guillarme, Adding a new separation dimension to MS and LC-MS: What is the utility of ion mobility spectrometry?, *J. Sep. Sci.* 41 (2018) 20-67. <https://doi.org/10.1002/jssc.201700919>.
- [18] P. R. Baker, A. M. Armando, J. L. Campbell, O. Quehenberger, E. A. Dennis, Three-dimensional enhanced lipidomics analysis combining UPLC, differential ion mobility spectrometry, and mass spectrometric separation strategies, *J. Lipid Res.* 55 (2014) 2432-2442. <https://doi.org/10.1194/jlr.D051581>.
- [19] G. Paglia, P. Angel, J.P. Williams, K. Richardson, H.J. Olivos, J. W. Thompson, L. Menikarachchi, S. Lai, C. Walsh, A. Moseley, R. S. Plumb, D. F. Grant, B. O. Palsson, J. Langridge, S. Geromanos, G. Astarita, Ion Mobility-Derived Collision Cross Section As an Additional Measure for Lipid Fingerprinting and Identification, *Anal. Chem.* 87 (2015) 1137-1144. <https://doi.org/10.1021/ac503715v>.
- [20] G. Paglia, A. J. Smith, G. Astarita, Ion mobility mass spectrometry in the omics era: Challenges and opportunities for metabolomics and lipidomics, *Mass Spectrom. Rev.* 41 (2022) 722-765. <https://doi.org/10.1002/mas.21686>.
- [21] K. M. Hines, L. Xu, Lipidomic consequences of phospholipid synthesis defects in *Escherichia coli* revealed by HILIC-ion mobility-mass spectrometry, *Chem. Phys. Lipids.* 219 (2019) 15-22. <https://doi.org/10.1016/j.chemphyslip.2019.01.007>.
- [22] M. Groessl, S. Graf, R. Knochenmuss, High resolution ion mobility-mass spectrometry for separation and identification of isomeric lipids, *Analyst.* 140 (2015) 6904-6911. <https://doi.org/10.1039/C5AN00838G>.
- [23] A. P. Bowman, R. R. Abzalimov, A. A. Shvartsburg, Broad Separation of Isomeric Lipids by High-Resolution Differential Ion Mobility Spectrometry with Tandem Mass Spectrometry, *J. Am. Soc. Mass Spectrom.* 28 (2017) 1552-1561. <https://doi.org/10.1007/s13361-017-1675-2>.
- [24] J. E. Kyle, N. Aly, X. Zheng, K. E. Burnum-Johnson, R. D. Smith, E.S. Baker, Evaluating lipid mediator structural complexity using ion mobility spectrometry combined with mass spectrometry, *Bioanalysis.* 10 (2018) 279-289. <https://doi.org/10.4155/bio-2017-0245>.
- [25] D. Izquierdo-Sandoval, J. V. Sancho, T. Portolés, Benefits of Collision Cross Section (CCS) data obtained by UPLC-ESI-IMS-QTOF MS and GC-APGCIMS-QTOF for small molecules identification in screening applications, *Cromatografía y Técnicas Afines.* (2022) 3-14.
- [26] M. Ciborowski, J. Teul, J. L. Martin-Ventura, J. Egido, C. Barbas, Metabolomics with LC-QTOF-MS Permits the Prediction of Disease Stage in Aortic Abdominal Aneurysm Based on Plasma Metabolic Fingerprint, *PLoS ONE.* 7 (2012) e31982. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0031982>.
- [27] S. A. Prost, K. L. Crowell, E. S. Baker, Y. M. Ibrahim, B. H. Clowers, M. E. Monroe, G. A. Anderson, R. D. Smith, S. H. Payne, Detecting and Removing Data Artifacts in Hadamard Transform Ion Mobility-Mass Spectrometry Measurements, *J. Am. Soc. Mass Spectrom.* 25 (2014) 2020-2027. <https://doi.org/10.1007/s13361-014-0895-y>.
- [28] T.J. Causon, L. Si-Hung, K. Newton, R. T. Kurulugama, J. Fjeldsted, S. Hann, Fundamental study of ion trapping and multiplexing using drift tube-ion mobility time-of-flight mass spectrometry for non-targeted metabolomics, *Anal. Bioanal. Chem.* 411 (2019) 6265-6274. <https://doi.org/10.1007/s00216-019-02021-8>.
- [29] T. Reinecke, C. N. Naylor, B. H. Clowers, Ion multiplexing: Maximizing throughput and signal to noise ratio for ion mobility spectrometry, *TrAC - Trends Anal. Chem.* 116 (2019) 340-345. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2019.03.014>.
- [30] M. E. Belov, M. A. Buschbach, D. C. Prior, K. Tang, R. D. Smith, Multiplexed Ion Mobility Spectrometry-Orthogonal Time-of-Flight Mass Spectrometry, *Anal. Chem.* 79 (2007) 2451-2462. <https://doi.org/10.1021/ac0617316>.
- [31] K. M. da Silva, E. Iturrospe, J. Heyrman, J. P. Koelmel, M. Cuykx, T. Vanhaecke, A. Covaci, A. L. N. van Nuijs, Optimization of a liquid chromatography-ion mobility-high resolution mass spectrometry platform for untargeted lipidomics and application to HepaRG cell extracts, *Talanta.* 235 (2021) 122808. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2021.122808>.

- [32] A. Bilbao, B. C. Gibbons, S. M. Stow, J. E. Kyle, K. J. Bloodsworth, S. H. Payne, R. D. Smith, Y. M. Ibrahim, E. S. Baker, J. C. Fjeldsted, A Preprocessing Tool for Enhanced Ion Mobility–Mass Spectrometry-Based Omics Workflows, *J. Proteome Res.* 21 (2022) 798–807. <https://doi.org/10.1021/acs.jproteome.1c00425>.
- [33] A. C. Schrimpe-Rutledge, S. G. Codreanu, S. D. Sherrrod, J. A. McLean, Untargeted Metabolomics Strategies - Challenges and Emerging Directions, *J. Am. Soc. Mass Spectrom.* 27 (2016) 1897–1905. <https://doi.org/10.1007/s13361-016-1469-y>.
- [34] H. C. Köfeler, T. O. Eichmann, R. Ahrends, J. A. Bowden, N. Danne-Rasche, E. A. Dennis, M. Fedorova, W. J. Griffiths, X. Han, J. Hartler, M. Holčápek, R. Jirásko, J. P. Koelmel, C. S. Ejsing, G. Liebisch, Z. Ni, V. B. O'Donnell, O. Quehenberger, D. Schwudke, A. Shevchenko, M. J. O. Wakelam, M. R. Wenk, D. Wolrab, K. Ekroos, Quality control requirements for the correct annotation of lipidomics data, *Nat. Commun.* 12 (2021) 4771. <https://doi.org/10.1038/s41467-021-24984-y>.
- [35] C. Zhang, T. Zuo, X. Wang, H. Wang, Y. Hu, Z. Li, W. Li, L. Jia, Y. Qian, W. Yang, H. Yu, Integration of Data-Dependent Acquisition (DDA) and Data-Independent High-Definition MSE (HDMSE) for the Comprehensive Profiling and Characterization of Multicomponents from *Panax japonicus* by UHPLC/IM-QTOF-MS, *Molecules.* 24 (2019) 2708. <https://doi.org/10.3390/molecules24152708>.
- [36] J. P. Koelmel, X. Li, S. M. Stow, M.J. Sartain, A. Murali, R. Kemperman, H. Tsugawa, M. Takahashi, V. Vasiliou, J. A. Bowden, R.A. Yost, T. J. Garrett, N. Kitagawa, Lipid Annotator: Towards Accurate Annotation in Non-Targeted Liquid Chromatography High-Resolution Tandem Mass Spectrometry (LC-HRMS/MS) Lipidomics Using a Rapid and User-Friendly Software, *Metabolites.* 10 (2020) 101. <https://doi.org/10.3390/metabo10030101>.
- [37] J. Pezzatti, V. González-Ruiz, J. Boccard, D. Guillaume, S. Rudaz, Evaluation of Different Tandem MS Acquisition Modes to Support Metabolite Annotation in Human Plasma Using Ultra High-Performance Liquid Chromatography High-Resolution Mass Spectrometry for Untargeted Metabolomics, *Metabolites.* 10 (2020) 464. <https://doi.org/10.3390/metabo10110464>.
- [38] V. Shah, J. M. Castro-Perez, D. G. McLaren, K. B. Herath, S. F. Previs, T. P. Roddy, Enhanced data-independent analysis of lipids using ion mobility-TOFMS^E to unravel quantitative and qualitative information in human plasma: Enhanced data-independent analysis of lipids, *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 27 (2013) 2195–2200. <https://doi.org/10.1002/rcm.6675>.
- [39] Ruwan.T. Kurulugama, E. Darland, F. Kuhlmann, G. Stafford, J. Fjeldsted, Evaluation of drift gas selection in complex sample analyses using a high performance drift tube ion mobility-QTOF mass spectrometer, *Analyst.* 140 (2015) 6834–6844. <https://doi.org/10.1039/C5AN00991J>.
- [40] V. Gabelica, A.A. Shvartsburg, C. Afonso, P. Barran, J. L. P. Benesch, C. Bleiholder, M. T. Bowers, A. Bilbao, M. F. Bush, J. L. Campbell, I. D. G. Campuzano, T. Causton, B. H. Clowers, C. S. Creaser, E. De Pauw, J. Far, F. Fernandez-Lima, J. C. Fjeldsted, K. Giles, M. Groessl, C. J. Hogan, S. Hann, H. I. Kim, R. T. Kurulugama, J. C. May, J. A. McLean, K. Pagel, K. Richardson, M. E. Ridgeway, F. Rosu, F. Sobott, K. Thalassinos, S. J. Valentine, T. Wyttenbach, Recommendations for reporting Ion Mobility Mass Spectrometry measurements, *Mass Spec Rev.* 38 (2019) 291–320. <https://doi.org/10.1002/mas.21585>.
- [41] J.Y. Lee, A. Bilbao, C. R. Conant, K. J. Bloodsworth, D. J. Orton, M. Zhou, J. W. Wilson, X. Zheng, I. K. Webb, A. Li, K. K. Hixson, J. C. Fjeldsted, Y. M. Ibrahim, S. H. Payne, C. Jansson, R. D. Smith, T. O. Metz, AutoCCS: automated collision cross-section calculation software for ion mobility spectrometry–mass spectrometry, *Bioinformatics.* 37 (2021) 4193–4201. <https://doi.org/10.1093/bioinformatics/btab429>.
- [42] R. Costalunga, S. Tshepelevitsh, H. Sepman, M. Kull, A. Kruve, Sodium adduct formation with graph-based machine learning can aid structural elucidation in non-targeted LC/ESI/HRMS, *Anal. Chim. Acta.* 1204 (2022) 339402. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2021.339402>.
- [43] Z. Zhou, J. Tu, X. Xiong, X. Shen, Z. J. Zhu, LipidCCS: Prediction of Collision Cross-Section Values for Lipids with High Precision To Support Ion Mobility–Mass Spectrometry-Based Lipidomics, *Anal. Chem.* 89 (2017) 9559–9566. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.7b02625>.
- [44] Z. Zhou, X. Xiong, Z. J. Zhu, MetCCS predictor: a web server for predicting collision cross-section values of metabolites in ion mobility-mass spectrometry based metabolomics, *Bioinformatics.* 33 (2017) 2235–2237. <https://doi.org/10.1093/bioinformatics/btx140>.
- [45] P.L. Plante, É. Francovic-Fontaine, J. C. May, J. A. McLean, E.S. Baker, F. Laviolette, M. Marchand, J. Corbeil, Predicting Ion Mobility Collision Cross-Sections Using a Deep Neural Network: DeepCCS, *Anal. Chem.* 91 (2019) 5191–5199. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.8b05821>.
- [46] D. H. Ross, J. H. Cho, L. Xu, Breaking Down Structural Diversity for Comprehensive Prediction of Ion-Neutral Collision Cross Sections, *Anal. Chem.* 92 (2020) 4548–4557. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.9b05772>.
- [47] Z. Zhou, M. Luo, X. Chen, Y. Yin, X. Xiong, R. Wang, Z.J. Zhu, Ion mobility collision cross-section atlas for known and unknown metabolite annotation in untargeted metabolomics, *Nat. Commun.* 11 (2020) 4334. <https://doi.org/10.1038/s41467-020-18171-8>.
- [48] S. M. Colby, D. G. Thomas, J. R. Nuñez, D. J. Baxter, K. R. Glaesemann, J. M. Brown, M. A. Pirrung, N. Govind, J. G. Teeguarden, T. O. Metz, R. S. Renslow, ISi-CLE: A Quantum Chemistry Pipeline for Establishing *in Silico* Collision Cross Section Libraries, *Anal. Chem.* 91 (2019) 4346–4356. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.8b04567>.
- [49] L. Zanotto, G. Heerdt, P. C. T. Souza, G. Araujo, M. S. Skaf, High performance collision cross section calculation-HPCCS, *J. Comput. Chem.* 39 (2018) 1675–1681. <https://doi.org/10.1002/jcc.25199>.

- [50] S. M. Colby, J. R. Nuñez, N. O. Hodas, C. D. Corley, R. R. Renslow, Deep Learning to Generate *in Silico* Chemical Property Libraries and Candidate Molecules for Small Molecule Identification in Complex Samples, *Anal. Chem.* 92 (2020) 1720-1729. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.9b02348>.
- [51] D. S. Wishart, A. Guo, E. Oler, F. Wang, A. Anjum, H. Peters, R. Dizon, Z. Sayeeda, S. Tian, B. L. Lee, M. Berjanskii, R. Mah, M. Yamamoto, J. Jovel, C. Torres-Calzada, M. Hiebert-Giesbrecht, V.W. Lui, D. Varshavi, D. Varshavi, D. Allen, D. Arndt, N. Khetarpal, A. Sivakumaran, K. Harford, S. Sanford, K. Yee, X. Cao, Z. Budinski, J. Liigand, L. Zhang, J. Zheng, R. Mandal, N. Karu, M. Dambrova, H. B. Schiöth, R. Greiner, V. Gautam, HMDB 5.0: the Human Metabolome Database for 2022, *Nucleic Acids Res.* 50 (2022) D622-D631. <https://doi.org/10.1093/nar/gkab1062>.
- [52] C. A. Smith, E. J. Want, G. O'Maille, R. Abagyan, G. Siuzdak, XCMS: Processing Mass Spectrometry Data for Metabolite Profiling Using Nonlinear Peak Alignment, Matching, and Identification, *Anal. Chem.* 78 (2006) 779-787. <https://doi.org/10.1021/ac051437y>.
- [53] H. Tsugawa, K. Ikeda, M. Takahashi, A. Satoh, Y. Mori, H. Uchino, N. Okahashi, Y. Yamada, I. Tada, P. Bonini, Y. Higashi, Y. Okazaki, Z. Zhou, Z.-J. Zhu, J. Koelmel, T. Cajka, O. Fiehn, K. Saito, M. Arita, M. Arita, MS-DIAL 4: accelerating lipidomics using an MS/MS, CCS, and retention time atlas, *BioRxiv.* (2020) 2020.02.11.944900. <https://doi.org/10.1101/2020.02.11.944900>.
- [54] X. Chen, Y. Yin, Z. Zhou, T. Li, Z.-J. Zhu, Development of a combined strategy for accurate lipid structural identification and quantification in ion-mobility mass spectrometry based untargeted lipidomics, *Anal. Chim. Acta.* 1136 (2020) 115-124. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2020.08.048>.
- [55] A. Gil-de-la-Fuente, J. Godzien, S. Saugar, R. Garcia-Carmona, H. Badran, D.S. Wishart, C. Barbas, A. Otero, CEU Mass Mediator 3.0: A Metabolite Annotation Tool, *J. Proteome Res.* 18 (2019) 797-802. <https://doi.org/10.1021/acs.jproteome.8b00720>.
- [56] J. A. Picache, B. S. Rose, A. Balinski, K. L. Leaprot, S. D. Sherrod, J. C. May, J. A. McLean, Collision cross section compendium to annotate and predict multi-omic compound identities, *Chem. Sci.* 10 (2019) 983-993. <https://doi.org/10.1039/C8SC04396E>.
- [57] X. Zheng, N. A. Aly, Y. Zhou, K. T. Dupuis, A. Bilbao, V. L. Paurus, D. J. Orton, R. Wilson, S. H. Payne, R. D. Smith, E. S. Baker, A structural examination and collision cross section database for over 500 metabolites and xenobiotics using drift tube ion mobility spectrometry, *Chem. Sci.* 8 (2017) 7724-7736. <https://doi.org/10.1039/C7SC03464D>.
- [58] I. Willenberg, A.I. Ostermann, N. H. Schebb, Targeted metabolomics of the arachidonic acid cascade: current state and challenges of LC-MS analysis of oxylipins, *Anal. Bioanal. Chem.* 407 (2015) 2675-2683. <https://doi.org/10.1007/s00216-014-8369-4>.
- [59] Z. X. Yuan, S. Majchrzak-Hong, G. S. Keyes, M. J. Iadarola, A. J. Mannes, C. E. Ramsden, Lipidomic profiling of targeted oxylipins with ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, *Anal. Bioanal. Chem.* 410 (2018) 6009-6029. <https://doi.org/10.1007/s00216-018-1222-4>.
- [60] A.M. Abdel-Mawgoud, F. Lépine, E. Déziel, A chiral high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry method for the stereospecific analysis of enoyl-coenzyme A hydratases/isomerases, *J. Chromatogr. A.* 1306 (2013) 37-43. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2013.07.049>.
- [61] D. Fuchs, M. Hamberg, C. M. Sköld, Å. M. Wheelock, C. E. Wheelock, An LC-MS/MS workflow to characterize 16 regio- and stereoisomeric trihydroxyoctadecenoic acids, *J. Lipid Res.* 59 (2018) 2025-2033. <https://doi.org/10.1194/jlr.D087429>.
- [62] A. Toewe, L. Balas, T. Durand, G. Geisslinger, N. Ferreirós, Simultaneous determination of PUFA-derived pro-resolving metabolites and pathway markers using chiral chromatography and tandem mass spectrometry, *Anal. Chim. Acta.* 1031 (2018) 185-194. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2018.05.020>.
- [63] M. Cebo, X. Fu, M. Gawaz, M. Chatterjee, M. Lämmerhofer, Enantioselective ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry method based on sub-2µm particle polysaccharide column for chiral separation of oxylipins and its application for the analysis of autoxidized fatty acids and platelet releasates, *J. Chromatogr. A.* 1624 (2020) 461206. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2020.461206>.
- [64] B. M. Zietek, Y. Mengerink, J. Jordens, G. W. Somsen, J. Kool, M. Honing, Adduct-ion formation in trapped ion mobility spectrometry as a potential tool for studying molecular structures and conformations, *Int. J. Ion Mobil. Spec.* 21 (2018) 19-32. <https://doi.org/10.1007/s12127-017-0227-6>.
- [65] E. Mathieu, H. Ritchie, L. Rodés-Guirao, C. Appel, C. Giattino, J. Hasell, B. Macdonald, S. Dattani, D. Beltekian, E. Ortiz-Espina, M. Roser, Coronavirus Pandemic (COVID-19), 2020. <https://ourworldindata.org/coronavirus> (accessed November 24, 2022).
- [66] J. Paces, Z. Strizova, D. Smrz, J. Cerny, COVID-19 and the Immune System, *Physiol. Res.* (2020) 379-388. <https://doi.org/10.33549/physiolres.934492>.
- [67] O. E. Albóniga, D. Jiménez, M. Sánchez-Conde, P. Vizcarra, R. Ron, S. Herrera, J. Martínez-Sanz, E. Moreno, S. Moreno, C. Barbas, S. Serrano-Villar, Metabolic Snapshot of Plasma Samples Reveals New Pathways Implicated in SARS-CoV-2 Pathogenesis, *J. Proteome Res.* 21 (2022) 623-634. <https://doi.org/10.1021/acs.jproteome.1c00786>.

NOTICIAS DE LA SECyTA

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

Durante los días 25 a 27 de octubre de 2022 se ha celebrado en Almería la XXI Reunión Científica de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA). Esta edición tiene un carácter especial, ya que la última reunión que se celebró de manera presencial fue la de 2019 en Santiago de Compostela. La organización de la reunión fue dirigida y coordinada por Ana Agüera, de la Universidad de Almería, quien contó con la colaboración de Patricia Plaza en la Secretaría Técnica y del Comité Organizador formado por personal de la Universidad de Almería y de la Junta de la SECyTA.

La Reunión se celebró a lo largo de dos días y medio, con un intenso programa que se dividió en 7 sesiones: análisis ambiental; nuevos desarrollos en instrumentación; técnicas acopladas; análisis clínico y farmacéutico y quimiometría; análisis de alimentos; técnicas ómicas; y preparación de muestras.

En total se presentaron 5 conferencias plenarias impartidas por científicos de prestigio internacional. El primer día se expusieron dos de ellas. La primera, a cargo del **Prof. Nikolaos Thomaidis**, de la Universidad Nacional y Capodistriana of Atenas (Grecia), con el título de *Advances on wide-scope target and suspect HRMS screening of environmental samples*. La segunda fue impartida por el **Prof. Tim Causon**, de la Universidad de Recursos Naturales y Ciencias de la Vida (Austria), sobre *Ion Mobility: A Complementary Separation Dimension for LC and MS*. El segundo día tuvimos la oportunidad de escuchar en la primera plenaria al **Prof. Michael Lämmerhofer**, de la Universidad de Tübingen (Alemania), con la conferencia titulada *Column coupling, two-dimensional liquid chromatography, multidetector and hyphenated approaches for pharmaceutical analysis*. La segunda conferencia plenaria del día corrió a cargo del **Prof. Roberto Romero-González**, de la Universidad de Almería (España), con el título *From targeted to non-targeted analysis in food safety: What's Up, Doc?*. Finalmente, la quinta conferencia plenaria titulada *Microplastics as contaminants of environmental concern: Challenges in their determination and analysis* fue presentada el último día por el **Prof. Javier Hernández Borges**, de la Universidad de La Laguna (España).

Además, en la reunión de Almería se presentaron 20 comunicaciones orales senior, 90 comunicaciones

en formato póster y una participación especialmente destacada de 29 comunicaciones orales presentadas por jóvenes investigadores. También hay que señalar la exposición comercial, con distintas novedades de las empresas del sector, quienes también participaron presentaciones orales y seminarios de instrumentación analítica.

El día 26, tras concluir la sesión vespertina, tuvo lugar la Asamblea General de la SECyTA, en la que la presidenta, así como el secretario y el tesorero expusieron sus respectivos informes. También se volvió a alentar la participación de todos los socios en el boletín mediante distintas opciones: artículos, revisiones bibliográficas, resúmenes de las tesis presentadas en el último año, etc. Finalmente, intervino el Prof. Grimalt para dar a conocer algunos datos de dónde y cuándo se celebrará la próxima reunión científica de 2023. En concreto, se celebrará en Palma de Mallorca, entre los días 16 y 18 de octubre y la organizarán los Profesores Manuel Miró y el propio Joan Grimalt. Durante la Asamblea tuvo lugar la votación de todos los socios presentes o que hubieran enviado su voto por correo postal o electrónico para la renovación de 1 Vicepresidencia, el Tesorero y 4 vocales. En este caso, todos los candidatos fueron elegidos para cubrir los diferentes cargos: Francisco Javier Santos, como Vicepresidente, Juan Vicente Sancho, como Secretario, y como vocales, Nuria Fontanals, Manuel Gayo, José Antonio González y Miguel Ángel Pérez.

Tras la Asamblea, tuvo lugar la Cena de Gala, en el restaurante "La Jábega", en donde, aparte de una cena excelente, se hizo un homenaje al Dr. José Carlos Díez-Masa, expresidente de la SECyTA, a quien se le hizo entrega de una medalla conmemorativa. Además, en esta Reunión se ha dado la circunstancia de que se cumplían los 50 años de la creación del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (el 27 de octubre de 1972) dentro de la Real Sociedad Española de Física y Química y, con motivo de esa efeméride, se invitó al acto a socios muy relevantes del Grupo, así como de la Sociedad, quienes, en un acto muy emotivo, se dirigieron a los asistentes con palabras de recuerdo sobre las circunstancias que se dieron para la creación del Grupo y, también, de la importancia de mantener la pujanza, ahora ya dentro de la SECyTA.

Como es habitual, esta edición también contó con la XVI edición de los premios "José Antonio García Domínguez", patrocinados por Bruker, a las dos mejores comunicaciones orales y las dos mejores en formato póster, en ambos casos de jóvenes investigadores, cuyos ganadores se hicieron públicos tras la conferencia final, antes de la ceremonia de despedida de la reunión. En esta ocasión, se aprovechó para hacer entrega de los recién creados Premios a la Mejor Tesis Doctoral SECyTA en su 1ª Edición para las tesis presen-

tadas en 2020 y en 2021, que ya se habían dado a conocer a los ganadores y hecho públicas el pasado 19 de octubre a través de la web y redes sociales.

No podemos concluir este resumen sin hacer resaltar la alta calidad de las presentaciones en sus dos modalidades y agradecer el gran esfuerzo y el cuidado por parte de la organización de la Reunión.

EL COMITÉ EDITORIAL DE CTA

XVII EDICIÓN PREMIOS "JOSÉ ANTONIO GARCÍA DOMÍNGUEZ"

En el marco de la XXI Reunión Científica de la SECyTA (50ª Reunión Científica del GCTA), celebrada en Almería del 25 al 27 de octubre de 2022, se otorgaron los premios José Antonio García Domínguez a las mejores comunicaciones orales y tipo cartel presentadas en dicha reunión, patrocinados, como en ediciones anteriores, por la empresa Bruker. Tras debatir los méritos científicos de las presentaciones, los jurados encargados de fallar los premios, tomaron por unanimidad los siguientes acuerdos:

1^{er} Premio a la mejor comunicación oral (500 €)

SIMULTANEOUS ANALYSIS OF HIGHLY POLAR AND MULTIRESIDUE-TYPE PESTICIDES BY HEART-CUTTING 2D-LCMS

*Irene Caño-Carrillo**, Ana B. Martínez-Piernas, Bienvenida Gilbert-López, Juan F. García-Reyes and Antonio Molina-Díaz

Analytical Chemistry Research Group (FQM-323), Department of Physical and Analytical Chemistry, University of Jaén, Campus Las Lagunillas, 23071, Jaén, Spain. *icano@ujaen.es, Tel: +34 953211710

The increasing use of pesticides in food production has raised the demand for multi-residue methodologies capable to cover compounds with a wide range of polarity due to the difficulty associated to highly polar pesticides not amenable to common multi-residue extraction methods [1]. Previous strategies have proposed the analysis of polar and non-polar pesticides in a single run using a parallel column configuration, although the need to inject a sample aliquot with the appropriate solvent composition for each column could be an aspect to optimize [2]. For this purpose, the present work propos-

es the development of a multi-residue pesticide method by online two-dimensional liquid chromatography based on heart-cutting methodology, combining hydrophilic interaction liquid chromatography (HILIC) in the first dimension (1D) and reversed-phase chromatography (RP) in the second dimension (2D). The aim of this study was to transfer in a single cut the void volume from the HILIC separation (non-polar pesticides) to the 2D for analysis under RPLC conditions, allowing a simultaneous visualization of the 1D and 2D contents in a single analysis. The coupling between both dimensions was achieved by a multiple heart-cutting (MHC) interface equipped with an ASM (Active Solvent Modulation) valve. However, the main disadvantage of this interface is that the algorithm that controls the MHC system starts the 2D analysis as soon as possible, meaning that only the fractions transferred to the 2D will be analysed while the rest of the information from the 1D effluent will be lost [3]. Consequently, to avoid the loss of information and to be able to analyse both dimensions in a single run, the coupling of a column selection valve to the MHC system is proposed. Hence, simultaneous analysis of polar and multi-residue-type pesticides can be achieved with the advantage of acquiring all data in a single file without resorting to additional software and with no sophisticated instrumentation, just by using a column selection valve.

Acknowledgements

The authors acknowledge funding from Regional Government of Andalucía, Spain (Project Ref. PY2018-1211). I.C.C. and B.G.L. acknowledge funding support from the State Investigation Agency (AEI) of Spain and from the Spanish Ministerio de Ciencia through the FPU program (ref. FPU20/02933) and Ramón y Cajal program (RYC2019-026581-I), respectively.

References

- [1] M. Anastassiades, D.I. Kolberg, E. Eichorn, A. Benkstein, S. Lukacevic, D. Mack, C. Wildgrube, I. Sigalova, D. Dörk, A. Barth, (QuPpe-Method). Version 12, 2021. <http://www.quppe.eu/>
- [2] J. Robles-Molina, B. Gilbert-López, J.F. García-Reyes, A. Molina-Díaz, *Journal of Chromatography A*, 1517 (2017) 108-116.
- [3] R.D. Brynish, J. Alex, D. Subham, T.A. Angel, *Current Analytical Chemistry*, 17 (2021) 339-354.

2º Premio a la mejor comunicación oral (400 €)

FINGERPRINTING BY GAS CHROMATOGRAPHY AND HIGH-RESOLUTION MASS SPECTROMETRY (GC-ORBITRAP-HRMS): A PROMISING TOOL FOR ORIGIN AND PROCESSING AUTHENTICATION OF THYME

Araceli Rivera-Pérez, Roberto Romero-González, Antonia Garrido Frenich*

Research Group "Analytical Chemistry of Contaminants" (FQM 170), Department of Chemistry and Physics, University of Almería, E-04120, Almería, Spain. *arp800@ual.es, Tel: +34 950 015 168.

Thyme is one of the most widely consumed aromatic herbs in Europe due to its organoleptic and medicinal properties [1]. Intentional mislabelling and food fraud activities are increasingly occurring in thyme as a result of its high economic value and the complexity of the supply chains of the condiment industry. Bearing in mind the lack of current methods focused on thyme quality control, assessing its authenticity and traceability in terms of geographical origin and post-harvest processing has become a current challenging task. In this context, this study presents a novel metabolomics approach based on fingerprinting by gas chromatography (GC) coupled with advanced high-resolution mass spectrometry (HRMS) detection for reliable discrimination of thyme samples according to their geographical origin (Spain, Morocco, and Poland) and processing practices (sterilized vs. non-sterilized thyme) [2]. In this study, multivariate data analysis was carried out using supervised statistical models. They provided reliable sample clustering according to the tested classes. High-quality model parameters (R2 and Q2 values > 0.97) and high predictive ability for further samples were achieved (correct classification rate of 100%). Furthermore, this untargeted approach led to the identification of 24 key volatile metabolites (13 metabolites were confirmed) with high discriminant potential, which may be used as marker compounds for origin and process-

ing traceability of the samples, including monoterpenoids, diterpenoids, sesquiterpenoids, alkenylbenzenes, among others. The findings highlighted the impact of the region of production and the post-harvest processing on the metabolomic composition of thyme. Consequently, these metabolic data may be exploited for the authentication of the product. This study encourages the implementation of this metabolomics workflow as a powerful tool for the authenticity assessment of other high-value condiments.

Acknowledgments

ARP acknowledges the Grant FPU18/05133 funded by MCIN/AEI/ 10.13039/501100011033. The authors also thank Sabater Spices (Murcia, Spain) for providing the samples used in this study.

References

- [1] E. D. van Asselt, J. L. Banach, H. J. van der Fels-Klerx, *Food Control*, 83 (2018), 7-17.
- [2] A. Rivera-Pérez, R. Romero-González, A. Garrido-Frenich, *Food Chemistry*, 393 (2022), 133377.

1º Premio al mejor póster (300 €)

ENANTIOMERIC SEPARATION OF DRUGS BY NANO-LIQUID CHROMATOGRAPHY USING A CHIRAL COLUMN OF AMYLOSE TRIS(3-CHLORO-5-METHYLPHENYL)CARBAMATE). APPLICATION OF A LIQUID-LIQUID MICROEXTRACTION SYSTEM TO WATER SAMPLES

Sandra Salido-Fortuna^{1,2}, María Castro-Puyana², María Luisa Marina², Alessandra Gentili¹, Chiara Dal Bosco¹, Giovanni D'Orazio³, Salvatore Fanali⁴*

¹ University of "La Sapienza", Department of Chemistry, Rome, Italy. ² Universidad de Alcalá, Departamento de Química Analítica, Química Física e Ingeniería Química, 28871 Alcalá de Henares (Madrid), Spain. ³ CNR, Istituto per i Sistemi Biologici, Rome, Italy. ⁴ Teaching Committee of Ph.D. School in Natural Science and Engineering, University of Verona, Italy. *s.salido@uah.es, Tel: +34 918 854 971.

In recent years, the development of innovative analytical strategies for the enantiomeric separation of chiral compounds has been attracting the scientific attention due to the different properties that each enantiomer could exhibit. In fact, nano-Liquid Chromatography (nano-LC), combining the advantages of working with a LC system and using the capillary column, is a great separation technique for both fast

studies on enantiomeric analysis and test beds of novel stationary phases. In addition, the sample pre-treatment is another point due to the present need of establishing simple, cheap, and environmentally sustainable procedures. In this work, the enantioseparation of different drugs was carried out by nano-LC with a chiral polysaccharide-based column. Specifically, it was evaluated the effect of different salts added to the mobile phase (consisting of ACN/water or MeOH/water, 9:1 v/v, at pH 7.0 and 10.0) on the chiral separation of 10 drugs from different families (alprenolol, oxprenolol, propranolol, metoprolol, mianserin, tolperisone, venlafaxine, lorazepam, oxazepam and temazepam). In general, using a MeOH-containing mobile phase at pH 10.0, a greater number of enantiomers were separated. Subsequently, the effect of the concentration of ammonium carbonate in the MeOH/water (9:1 v/v, pH 10.0) mobile phase from 10 to 75 mM was studied with the aim of simultaneously separate as many enantiomers as possible. Also, a liquid-liquid microextraction system (using isoamyl acetate as the green solvent) was performed to isolate alprenolol, mianserin, tolperisone, and temazepam from real samples of environmental interest (tap water and Tiber River in Rome). Good recoveries (>70%) were achieved for most of the drugs analyzed, except for tolperisone for which low recoveries (~40%) were obtained.

Acknowledgements

Authors thank the Spanish Ministry of Science and Innovation for project PID2019-104913GB-I00 and Prof. Bezhan Chankvetadze (Tbilisi State University, Tbilisi, Georgia) for the donation of the chiral stationary phase used in this study. S.S.F. thanks the University of Alcalá for her pre-doctoral contract and the grant to stay at the University of "La Sapienza".

2º Premio al mejor póster (200 €)

OPTIMIZATION OF A GREEN EXTRACTION PROCEDURE TO OBTAIN POLYPHENOLIC COMPOUNDS FROM THE WINE INDUSTRY BY-PRODUCTS

Aly Castillo, María Celeiro, Laura Rubio, Carmen García-Jares, Marta Lores*

LIDSA-CRETUS. Department of Analytical Chemistry, Nutrition and Food Science, Universidade de Santiago de Compostela, E-15782, Campus Vida, Santiago de Compostela, Spain. *alyjesus.castillo.zamora@usc.es, Tel: +34 881 814 269

EU agri-food export trade has been led in the last decade by the wine sector, being one of the most important agro-industrial activities in the world[1]. However, more than 5 million tonnes of marc, the main by-product of this industry, are generated each year. Several studies have addressed the reuse of this derivative based on its bioactive power represented by its high polyphenolic content, generating small doses of extract with potential incorporation in the food industry, cosmetics, and its reincorporation in the wine sector[2]. The main objective of this work is focused on the evaluation and optimization of a scalable process with minimum energy requirements MSAT (Medium Scale Ambient Temperature) for obtaining polyphenolic extracts from the white grape marc employing generally recognized as safe (GRAS) solvents including propylene glycol (Pg), ethanol (EtOH) and ethyl lactate (EtLc), as well as their hydro-organic mixtures. In a first approach, through a response surface matrix, the operational parameters, extractive volume, marc mass and its ratio with a dispersant were optimized, looking for an efficient process able to generate higher volumes of extract and bioactivity. In this way, the highest total polyphenolic content (5918 mgGAE·L⁻¹) and antioxidant activity (44 mMTE) values were achieved at a maximum operational volume of 100 mL. On the other hand, to obtain an extract suitable for nutraceutical purposes, the affinity profile towards the main polyphenolic compounds and carbohydrates was explored by HPLC-MS/MS and UHPLC-QTOF, respectively. The overall response of the bioactive activity as well as the individual phenolic profile was obtained by using EtLc>EtOH>Pg, whereas the isovolumetric mixture EtLc/water showed the highest concentrations for the polyphenols: quercetin (5.4 mg·L⁻¹), quercetin-3-glucuronide (22.4 mg·L⁻¹), kaempferol (1.0 mg·L⁻¹) and quercetin-3-glucoside (26.0 mg·L⁻¹) together with a lower concentration of reducing sugars, favouring their potential use of the extracts in a solid formulation.

Acknowledgements

This research received funding from the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme under grant agreement No 101036768.

References

- [1] European Commission: DG Agriculture and Rural Development. Agri-food trade in 2020. The European Commission, 2021.
- [2] M. Gómez-Brandón, M. Lores, H. Insam, J. Domínguez, *Critical Reviews in Biotechnology*, 39 (2019) 437-450.

ACTA DE LA 22ª ASAMBLEA GENERAL DE LA SECyTA

La 22ª Asamblea General de la SECyTA, que contó con la asistencia de 103 socios, se celebró el día 26 de octubre de 2022, a las 18:00 h, en el Palacio de Exposiciones y Congresos Cabo de Gata (Calle de los Juegos de Casablanca, 1 – 04131 Retamar, Almería) con el siguiente orden del día:

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

Desarrollo de la sesión y acuerdos adoptados

En primer lugar, la Presidenta da la bienvenida a todos los asistentes a la 22ª Asamblea General de la SECyTA y expresa su más sincero agradecimiento a los miembros de los Comités Científico y sobre todo Organizador de la XXI Reunión Científica de la SECyTA por su tesón a lo largo de estos tres años y por el excelente trabajo realizado. Además, la Presidenta también comenta a los socios la satisfacción de poder celebrar en esta edición en Almería los 50 años de la constitución del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines, precursor de la SECyTA. Asimismo, tendremos el honor y el privilegio de tener entre nosotros a miembros destacados que formaron y forman parte de esta Sociedad para esta celebración del 50 aniversario. Algunos de ellos ya nos acompañan en esta Asamblea como los Drs. María José González y José Carlos Díez Masa, además de los Drs. Emilio Gelpí, Xavier Guardino y María Teresa Galcerán, que nos acompañaran posteriormente en la cena de Gala del congreso.

1. Lectura y aprobación del acta de la Reunión anterior

La presidenta indica a los asistentes que el borrador del Acta de la 21ª Asamblea General de la SECyTA celebrada el año pasado de modo virtual on-line se puso a disposición de todos los socios para que pudiera ser consultada en la web de la SECyTA. En este momento la Presidenta pregunta si alguno de los asis-

tentes quiere hacer alguna modificación al Acta o si algún socio quiere que se lea el Acta en su totalidad. Al no haber ninguna intervención por parte de los socios presentes, se procede a aprobar el Acta de la 21ª Asamblea General de la SECyTA.

Antes de continuar con el punto 2 del orden del día, la Presidenta solicita a los socios asistentes que se adelante el punto 5º, "Elecciones de la Junta de Gobierno", de forma que se pueda realizar la votación durante el transcurso de la Asamblea.

5. Elecciones a la Junta de Gobierno

La presidenta indica a los asistentes que los miembros de la Junta de Gobierno que cesan en sus cargos de acuerdo con los Estatutos de la Sociedad son los siguientes: Tesorero (D. Jordi Díaz Ferrero) y 3 vocales (D. José Antonio González, D. Miguel Ángel Pérez y D.ª Núria Fontanals) y, por renuncia de su cargo, un vicepresidente (D. Francisco Javier Santos) y un vocal (D. Josep Monge).

El calendario aprobado por la Junta de Gobierno de la SECyTA el 7 de septiembre de 2022 y enviado a los socios para proceder a la renovación de los cargos fue el siguiente:

- 9 de septiembre de 2022: Envío de la convocatoria de elecciones por correo electrónico a los socios de la SECyTA e inicio del periodo de presentación de las candidaturas.
- 10 de octubre de 2022: Fecha límite para la presentación de candidaturas.
- 11 de octubre de 2022: Comunicación a la Presidenta y a los miembros de la Junta de Gobierno de los candidatos presentados.
- 12 de octubre de 2022: Comunicación pública a los socios de la SECyTA de los candidatos presentados y de la normativa para emitir el voto por correo. Inicio del período de votación por correo.
- 21 de octubre de 2022: Fecha límite de aceptación de votos por correo.
- 26 de octubre de 2022: Votación en la 22ª Asamblea General de la SECyTA (en el marco de la XXI Reunión Científica de la SECyTA en Almería).

Transcurrido los plazos establecidos, los miembros de la SECyTA que presentaron su candidatura a estas elecciones 2022 fueron los siguientes:

Vicepresidente

Dr. Francisco Javier Santos Vicente (Universitat de Barcelona, Barcelona)

Tesorero

Dr. Jordi Díaz Ferrero (IQS, Barcelona)

Vocales

- Dr. José Antonio González Pérez (IRNAS, CSIC, Sevilla)
- D. Manuel Gayo González (Agilent Technologies S.A.)
- Dr. Miguel Ángel Pérez Alonso (Bruker Española S.A.)
- Dra. Núria Fontanals Torroja (Universitat Rovira i Virgili, Tarragona)

Todas las candidaturas presentadas han sido avaladas por la Junta de Gobierno. Respecto a las candidaturas presentadas, la Presidenta comenta que uno de los Vicepresidentes, Francisco Javier Santos, ha dimitido de su cargo y se ha presentado de nuevo a Vicepresidente, para que la renovación parcial sea aproximadamente de la mitad de la misma, ya que con los años se había ido descuadrando. La Presidenta agradece personalmente al Dr. Jordi Díaz que vuelva a presentar su candidatura a Tesorero, a pesar de su nueva función de Decano de su Facultad, al no haber otras candidaturas a Tesorero. Además, hay un cargo más a elegir de vocal respecto a los que serían por cese estatutario, ya que D. Josep Monge, de Agilent Technologies, se ha jubilado y presenta su candidatura D. Manuel Gayo, también de Agilent Technologies.

A continuación, se procedió a constituir la Mesa Electoral, de acuerdo con la normativa de elecciones aprobada en Junta de Gobierno de 5 de julio de 2007, y que establece que la Mesa estará formada por el socio más antiguo y el más reciente que se encuentre presente en la Asamblea. La Presidenta cede la palabra al Secretario de la SECyTA para que se pueda constituir la Mesa electoral, que correspondió al Dr. Joan Grimalt Obrador (Nº socio 341) y D^a. Ana Castiñeira Landeira (Nº socio 2035).

Una vez constituida la Mesa Electoral y entregado el Censo de Socios, el Acta de Votación y los votos

recibidos por correo se inició la votación. Con el fin de no alargar innecesariamente la Asamblea, se trataron el resto de puntos del Orden del día mientras se procedía a la votación de los asistentes.

2. Informe de la Presidenta

En su informe, la Presidenta trató los siguientes temas.

2.1. *Celebración de la XXI Scientific Meeting of Spanish Society of Chromatography and Related Techniques – Almería 2022*

La Presidenta da las gracias a las Dras. Ana Agüera y Patricia Plaza, como Presidenta y Secretaria Científica de la *XXI Scientific Meeting of Spanish Society of Chromatography and Related Techniques*, a los miembros de su grupo de investigación y a todos los integrantes del Comité Organizador y Científico de esta reunión científica por el excelente trabajo realizado para poder ofrecer un programa científico de calidad a la altura de las expectativas de los socios, todo ello complementado con un programa social con el que ya estamos disfrutando de la ciudad de Almería.

En esta edición, se han recibido un total de 134 comunicaciones, distribuidas en 20 orales ordinarias, 19 orales de jóvenes investigadores, que optan al premio José Antonio García Domínguez, y 90 pósteres, de los cuales 12 han sido seleccionados para su presentación en formato flash, además de 5 conferencias invitadas. El número total de inscritos en esta edición (alrededor de 180 congresistas) es muy similar al alcanzado en reuniones anteriores (Santiago, 197 inscritos; Granada 2018, 190 inscritos; Sevilla 2016, 180 inscritos; reunión conjunta SECyTA-SEEM, celebrada en Castellón en 2015, 185 inscritos). En este sentido, la Presidenta indica que seguimos manteniendo un nivel de participación similar al conseguido en ediciones anteriores.

Respecto a las becas de inscripción y ayuda de viaje concedidas para facilitar la asistencia de los jóvenes investigadores a esta edición de la SECyTA2022, se han concedido 48 becas de inscripción (250 €) y 44 ayudas de viaje (175 €), por un importe total de 19.700 €.

La Presidenta también agradece el importante apoyo de las casas comerciales para poder realizar esta Reunión Científica. Agilent, Bruker, Frontier Lab y Sciex como *sponsors Oro*, Gilson, Jasco, Leco, Schar-

lab, Scion, Teknokroma y Waters como *sponsors* Plata y Dicsa y Eurofins-SICA AgriQ como *sponsors* Bronce. Asimismo, agradece al Ayuntamiento de Almería la cesión del Palacio de Congresos para que podamos realizar la Reunión en estas magníficas instalaciones.

Como en años anteriores, se ha gestionado con la revista *Journal of Chromatography A* la creación de un volumen especial virtual dedicado a recoger los trabajos presentados en este congreso denominado como "SECyTA2022", para dar la posibilidad a los socios la presentación de sus comunicaciones en formato de artículo. Los trabajos presentados deberán seguir el proceso habitual de revisión por pares para su aceptación. La Presidenta recuerda que la fecha límite para el envío de trabajos es el 28 de febrero de 2023. Todos los asistentes a este congreso han recibido por email las instrucciones para el envío de los trabajos y estas instrucciones están también disponibles en la web de la reunión. Si hubiese alguna extensión de la fecha límite para el envío de los artículos se comunicaría a los socios y se actualizaría también en la web de la reunión.

2.2. Cierre económico de la XX Reunión SECyTA2020

La Presidenta informa que una vez finalizada la XX Reunión Científica de la SECyTA, celebrada en modalidad online del 2 al 4 de noviembre de 2020, se ha recibido por parte de los organizadores de la Reunión, Activa Congresos, el balance económico final.

Respecto al balance económico, cabe señalar que ha sido ligeramente negativo, pero perfectamente asumible por la Sociedad, para ser nuestra primera Reunión Científica *on-line* post-pandemia. La Presidenta recuerda que las cuotas de inscripción fueron muy bajas, de 50 €, mientras que, para los socios jóvenes, las becas cubrían su inscripción, por lo que la colaboración de las casas comerciales, aunque fue menor que en otras ocasiones, resultó fundamental para el éxito de la reunión. En todo caso el tesorero nos podrá dar información más detallada del cierre económico del congreso.

La Presidenta aprovecha para informar que el volumen especial virtual de la reunión SECyTA 2021, ya se puede consultar en la web de la revista *Journal of Chromatography A*, en el apartado de "Article collections". El número total de artículos aceptados hasta el momento es de 3, un número menor pero entendible dado el carácter virtual de la Reunión. Desde la Junta

queremos seguir impulsando la publicación en esta revista científica de los trabajos presentados en nuestras reuniones. Creemos que mantener la relación con la revista *Journal of Chromatography A* supone un prestigio para nuestra sociedad y sirve para dar a conocer la investigación que se realiza en nuestro país.

2.3. Medalla SECyTA otorgada al Dr. José Carlos Díez Masa

La Presidenta recuerda, que como ya se informó en anteriores Asambleas, la SECyTA había concedido su Medalla de Honor al Dr. José Carlos Díez Masa pero que se había pospuesto la entrega debido a la pandemia. Finalmente, durante de la Cena de Gala del congreso se realizará la entrega de la misma dentro de la celebración del 50 aniversario del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines.

La Presidenta informa de las personas invitadas al homenaje de los 50 años del grupo precursor de SECyTA. Además del Dr. José Carlos Díez Masa, se ha invitado al Dr. Manuel Dabrio, el Dr. Emilio Gelpí, el Dr. Xavier Guardino y las Dras. María Teresa Galcerán y María José González. La Presidenta comenta que el Prof. Manuel Dabrio no va a poder asistir al acto por tema de movilidad, pero nos ha enviado un video dirigido a todos los socios con un mensaje de felicitación.

2.4. Primera Edición Premios SECyTA a Tesis Doctorales

La Presidenta informa que en esta Reunión inauguramos los premios a las mejores Tesis Doctorales leídas por nuestros socios jóvenes en el año anterior. La Presidenta comenta que propone eliminar lo de "mejor" Tesis Doctoral, ya que le consta que según el Jurado han sido todas muy buenas. El Jurado ha estado constituido por el Dr. José Carlos Díez Masa que ha actuado como presidente, la Dra. Belén Gómara que ha sido la secretaria, la Dra. Carmen García-Jares, la Dra. Núria Fontanals y el Dr. Roberto Romero como vocales. El Jurado no tenía trabajos ni publicaciones en colaboración con los socios que presentaban sus Tesis Doctorales. En esta primera edición, la Junta de Gobierno propuso una excepción que fue ampliar también a las Tesis Doctorales defendidas durante el año 2020, por su singularidad, por lo que se ofrecían dos premios, a 2020 y 2021. Finalmente, se han presentados tres Tesis leídas en 2020 y seis en el 2021. El fallo de los Premios ya se anunció a los socios y están las actas del Jurado en la página web y se entregarán

los Premios durante la ceremonia de clausura de SECyTA2022. La Presidenta lamenta el retraso en comunicar el fallo, por lo que algunos de los premiados no podrán asistir a la misma, pero recogerán el premio sus directores de Tesis.

La Presidenta anima a los socios jóvenes a que participen en la próxima edición, que con las sugerencias del jurado y el bagaje adquirido en esta primera edición, permitirán que los premiados puedan asistir, sobre todo si se encuentran de estancia post-doctoral en el extranjero.

La Presidenta felicita a los premiados: en 2020, el premiado es el Dr. Roger Perú y el accésit es para el Dr. Juan Francisco Ayala, mientras que, en 2021, el premiado es el Dr. Alberto Celma y el accésit para la Dra. Idaira Pacheco.

La Presidenta también informa que se ha actualizado la web de la SECyTA para recoger estos nuevos premios a Tesis Doctorales, además de los Premios JAGD. Aprovecha para dar las gracias al Dr. Mario Fernández por su colaboración en la actualización de la web, así como de las redes sociales, Facebook, Twitter y recientemente Instagram.

2.5. *Participación de SECyTA en Farmaforum junto otras Sociedades*

La Presidenta indica que, a propuesta de D. Bernabé Bodas, de Sciex, se había ofrecido a SECyTA la participación junto con otras sociedades en un evento conjunto, en principio con el espíritu de las antiguas JAI, dentro de Farmaforum, una reunión que se lleva a cabo en IFEMA Madrid en Mayo, dentro del sector farmacéutico/cosmético/nutracéutico...

Se han realizado algunas reuniones con los organizadores de Farmaforum y distintas sociedades (SECyTA, SEQA, SEEM, SESMet, SEProt), además de D. Bernabé Bodas, de Sciex. La propuesta inicial era organizar una reunión científica dentro de este foro con la idea de que sirviera para conectar a este tipo de industria con los investigadores para establecer sinergias. Desde la SECyTA se veía algún punto positivo, como esa posibilidad de *networking*, pero como negativo, no serían unas JAI a la vieja usanza, no sustituyen a nuestras reuniones de la Sociedad, calendario fijado en el mes de mayo. Por lo tanto, a priori, nos podríamos comprometer a participar en una jornada conjunta de todas las Sociedades (posible nombre "Innovaforum"), en las fechas ya propuestas de 17 y

18 de mayo de 2023^[1], aunque no está claro exactamente qué podríamos aportar.

La Presidenta cede la palabra a D. Bernabé Bodas, que comenta que sería una manera de que las sociedades científicas hicieran una reunión de presentación de las mismas, que la industria nos conozca, en un evento donde suelen asistir 2.000-3.000 personas y que se podría pasar un formulario a los asistentes a esta reunión, para conocer sus intereses y adaptar los contenidos en una próxima edición.

La Presidenta cede la palabra al Dr. Esteban Abad, socio de SECyTA, pero también Presidente de la SEEM para que exprese su opinión, como Sociedad también involucrada en este posible evento. El Dr. Abad se muestra escéptico sobre el interés de este tipo de evento, ya que no serán unas jornadas científicas tipo JAI y que la asistencia será difícil de predecir. En cualquier caso, las sociedades representan a la Academia y no pueden pagar para asistir a un foro de este estilo. Quizás pueda ser una vía para acercar la industria a las sociedades científicas.

El Dr. José Antonio González pregunta cómo se va a informar a los asistentes a Farmaforum de que se va a realizar este evento, para poder predecir la asistencia. En este sentido, D. Bernabé Bodas comenta al respecto que Farmaforum va a realizar una difusión importante de la posible jornada y prevé una asistencia elevada, que en cualquier caso se conocerá de antemano.

La Presidenta cierra este punto, y comenta que la Junta seguirá informando a los socios sobre esta posible jornada dentro de Farmaforum.

2.6. *Posibilidad de organizar por parte de SECyTA un Congreso Internacional*

La Presidenta comenta que ya se ha comentado a nivel de Junta, pero que trae este tema para tratarlo a nivel de Asamblea, que sería el que SECyTA vuelva a organizar un Congreso Internacional como ya se hizo en 2010 con el ISC en Valencia y en 2019 con el *Iberian Meeting* en Santiago de Compostela.

La iniciativa parte realmente del Palacio de Congresos de Granada, donde se realizó la SECyTA2018, así como otros eventos más recientes como la Bienal

[1] Posteriormente a la realización de la Asamblea se están barajando nuevas fechas para el mes de septiembre de 2023.

de RSEQ en junio de 2022. Sin embargo, la Presidenta comenta que la SECyTA es una entidad con capacidad para organizar un Congreso Internacional. De entre los congresos que nos podrían interesar como sociedad de cromatografía serían el ISC y el HPLC. Por lo que respecta al ISC la primera fecha libre sería el 2028, mientras que para el HPLC sería en 2029, precisamente el 30 aniversario del HPLC99 que también se organizó en Granada por el Dr. Gelpí.

Respecto al ISC, la Presidenta comenta que ya contactó con el Dr. Michael Lammerhöffer, miembro del comité permanente de ISC y que le pareció una buena idea. El Dr. Lammerhöffer también está en el comité organizador de HPLC2023, y nos indicó que quizás mejor empezar por ISC, que tiene un tamaño medio que no con HPLC que es un congreso de más de 1.000 asistentes.

La Presidenta comenta que sería un compromiso de la Sociedad el traer un Congreso Internacional, ya que para entonces ya no sería Presidenta, pero asume el compromiso de liderar el Comité Organizador Local.

2.7. Organización de la próxima Reunión Científica SECyTA 2023

La Presidenta comenta que, aunque se presentará con más detalle durante la ceremonia de Clausura, ya incluso antes de la pandemia el Dr. Joan Grimalt planteó Palma de Mallorca como sede de la Reunión de la SECyTA. Los organizadores serán los Drs. Manuel Miró y Joan Grimalt y se celebrará del 16 al 18 de octubre de 2023.

2.8. Premios y reconocimientos a socios

La Presidenta comenta que distintos socios de la SECyTA han recibido distintos premios:

La Dra. Coral Barbas ha sido galardonada con el Tswett - Nernst European Award por la European Society for Separation Sciences (EuSSS) que le fue entregado durante el 26th ISSS en Eslovenia el pasado mes de julio de 2022.

El Dr. Joan Grimalt recibió el Premio por su trayectoria investigadora en el área de la Química por parte de la Societat Catalana de Química.

El Dr. Jordi Segura, exdirector del Laboratorio Antidopaje de Barcelona en el IMIM, ha recibido un pre-

mio de la Agencia Antidopaje Americana por la excelencia en su investigación en antidopaje.

Finalmente, la Presidenta también tienen una mención para otros investigadores no socios de la SECyTA pero que han sido relevantes en otras sociedades y en el panorama de la química analítica, los profesores Miguel Valcárcel Cases y Mari Cruz Moreno Bondi que han fallecido este año. El Boletín ya recogió las dos notas de fallecimiento y se mandaron los pésames a sus familias en nombre de la Sociedad.

3. Informe de la Secretaria

En su informe, la Secretaría trató los siguientes temas.

3.1. Socios de la SECyTA

El Secretario de la SECyTA, Dr. Juan V Sancho, informa que, desde la última Asamblea General celebrada el 18 de noviembre de 2021 de modo on-line, hasta hoy, 26 de octubre de 2022, se han recibido un total de 52 altas y 30 bajas. Tras cuatro ediciones (2012-2015) con balances negativos en número de socios, y dos ediciones (2016-2017) con balances positivos, se revierte el cambio de tendencia observado de ligeras bajadas en las ediciones anteriores (2018-2021), y en esta edición (2022) se produce un balance neto de +22 socios. En el listado actual de Secretaría el número de socios a día de la celebración de esta Asamblea es de 515 socios. El Secretario exhorta a los socios a que se animen a promocionar la Sociedad entre sus colegas, amigos, compañeros de departamento, estudiantes, etc., para hacer más grande, aun si cabe, la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines.

El número de altas ha aumentado respecto en la media de los últimos dos-tres años mientras que las bajas se mantienen. De las 32 bajas, 13 corresponden a bajas estatutarias (debido a que el socio en cuestión lleva tres impagos consecutivos) y 3 corresponden jubilaciones de socios. El resto de bajas (13) engloban las bajas anuales habituales, típicamente por cambios profesionales donde las técnicas cromatográficas ya no son tan importantes.

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

3.2. Ayudas concedidas por la SECyTA

Se han concedido un total de 5 ayudas (de 500 € cada una) para la asistencia a congresos internacionales, distribuidos de la siguiente forma:

- 32nd SETAC Europe Annual Meeting, May 15th - 19th, 2022. Copenhagen, Denmark.
- 18th Annual Conference of the Metabolomics Society (Metabolomics2022), June 19th - 23rd 2022. Valencia, Spain
- 38th International Symposium on Microscale Separations and Bioanalysis, July 3rd - 6th 2022. Liège, Belgium
- 33rd International Symposium on Chromatography (ISC2022), September 18th - 22nd 2022. Budapest, Hungary
- 12th International Peptide Symposium (IPS2022), August 28th - September 2nd 2022. Sitges, Barcelona, Spain

En este año la inversión en ayudas para que nuestros socios jóvenes puedan asistir a eventos internacionales se ha incrementado notablemente al ir desapareciendo paulatinamente las restricciones por la pandemia.

Se han concedido un total de 4 ayudas (de 250 € cada una) para la asistencia a congresos patrocinados por nuestra Sociedad, distribuidos de la siguiente forma:

- X RSE5EM - X Reunión de la SEEM, June 1st - 3rd 2022. Córdoba, Spain
- X NyNA – International Congress on Analytical Nanoscience and Nanotechnology, September 5th -8th 2022. Ciudad Real, Spain
- VII Workshop Micofood (Micofood2022) September 29th -30th 2022. Granada, Spain

Por lo tanto, en este año la inversión en ayudas para que nuestros socios jóvenes puedan asistir a eventos patrocinados también se ha incrementado notablemente, aunque no se ha vuelto a niveles de 2017. En cualquier caso, la política de becas debería revisarse en función de la disponibilidad presupuestaria de la Sociedad.

En el caso de la presente Reunión, la Sociedad ha concedido un total de 48 becas de inscripción a la XXI Reunión Científica de la SECyTA (que han supuesto un total de 12.020 €) y 44 ayudas de viaje (7.700 €) a

jóvenes investigadores socios de la SECyTA que se desplazan desde fuera de Almería. De nuevo, se pone de manifiesto el esfuerzo de la Sociedad para que sus socios estudiantes puedan asistir y difundir los resultados de sus investigaciones, ya que a nivel global teniendo en cuenta todas las ayudas concedidas, ha supuesto una inversión en 2022 recuperando los niveles prepandemia en 2019.

3.3. Comunicación electrónica con los socios

El Secretario informa que desde la dirección de correo secretaria@secyta.es los socios han recibido a lo largo de este año 2022 hasta 12 diferentes envíos de comunicación por parte de Secretaria con novedades, cursos, congresos, ofertas de trabajos, etc. Se recuerda a los socios que sigan utilizando la dirección secretaria.secyta@gmail.com para altas, preguntas, cuestiones, etc.

3.4. Número especial del *Journal of Chromatography A*

Como ya ha mencionado la Presidenta, desde Secretaría también se recuerda a los asistentes que se pueden enviar los trabajos presentados a la Reunión actual como artículos a publicar en un Volumen Virtual Especial de la revista *Journal of Chromatography A*, como se ha venido haciendo en los años anteriores. Las instrucciones para el envío de los artículos, así como la fecha límite (28 de febrero de 2023) están indicados en la página web del congreso. Se anima a los socios a que envíen los trabajos a publicar ya que los números del último año fue relativamente bajo (3 publicaciones) para el número de comunicaciones presentadas a la Reunión, aunque la edición anterior 2019 (prepandemia) se había producido un repunte (11 publicaciones) que debemos intentar consolidar.

4. Informe del Tesorero

En el informe del Tesorero se trataron los siguientes asuntos.

El Tesorero de la SECyTA, Dr. Jordi Díaz Ferrero, presenta el estado de cuentas y el balance de ingresos y gastos desde la pasada Asamblea General celebrada on-line el 18 de noviembre de 2021, indicando que dicho balance es positivo. Los datos presentados realmente corresponden al período del 01-07-2021 al 30-06-2022, ya que como se comentó en la pasada Asamblea, las cuentas se han de aprobar por la misma

según los Estatutos hasta el 30 de junio, fecha anterior a la Asamblea, ya que el ejercicio económico se cierra en esa fecha. Así mismo, se debe presentar un balance de situación comparando el patrimonio neto y el pasivo corriente frente al activo corriente. Sin embargo, el Tesorero también presenta un balance de entradas y salidas de caja como el que ha venido presentando en las últimas asambleas.

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

- Como se puede observar, el Boletín en este ejercicio no se ha autofinanciado, ya que los ingresos por publicidad no superan a los costes de edición, reparto y gratificación de colaboraciones, aunque solo aparece lo contabilizado y no lo facturado.
- Respecto a las cuotas de empresas, el Tesorero agradece a las mismas su aportación al balance anual, aunque han sido más bajas por el retraso en algunos pagos.
- Respecto a las cuotas de socios, tenemos unos ingresos ligeramente superiores a otros años, debido al aumento en el número de los mismos, ya que la cuota de socio se mantiene desde el año 2000. Los gastos resultan de la emisión de los recibos, devoluciones, etc.
- Este año los gastos de Junta, siguen siendo más elevados de lo habitual, no por realizar Juntas de Gobierno, sino por incorporar en este capítulo, dos nuevos conceptos que ya incorporamos el ejercicio pasado, como son la empresa contratada para gestionar la Ley de Protección de Datos, así como la Asesoría Fiscal, que también se ha contratado.
- Los gastos respecto a la web han sido bajos, sólo mantenimiento de dominio.
- Respectos a los impuestos, básicamente la declaración del IVA e IRPF.
- Como se puede observar, los intereses contrastan con los gastos bancarios, a pesar del depósito fijo que dispone la Sociedad. Depósito que recuerda el Tesorero que se va a cerrar por parte de la Entidad Bancaria.
- En el apartado de Congresos tenemos un balance negativo porque generalmente se han contabilizado los gastos del Congreso del año en curso, que se suele realizar en octubre, después del cierre del ejercicio económico, mientras que los ingresos se contabilizan el siguiente ejercicio. Este hecho, recuerda el Tesorero que ya lo

avisó en la pasada Asamblea General, al cerrar el ejercicio económico a 30 de junio.

- El apartado de Becas de ayuda a asistencia congresos internacionales y patrocinados, como ya ha comentado anteriormente el Secretario, no coincide con el importe indicado, ya que las ayudas se pagan en dos plazos y el segundo plazo de muchas de ellas todavía no se ha realizado, y queda para el siguiente ejercicio económico.
- Por lo tanto, tenemos un balance positivo que nos proporciona un colchón muy correcto. El Tesorero comenta que cualquier socio que se quisiera hacer cargo de la Tesorería se encontraría unas cuentas perfectamente saneadas.

A continuación, el Tesorero presenta el balance económico de la XX Reunión Científica de la SECyTA celebrada de modo virtual en 2021. Cabe destacar que el balance de la reunión ha sido ligeramente negativo. El Tesorero indica que, en esta ocasión, siendo en modo virtual, los ingresos por cuotas y patrocinios ha sido menor, además de no incluir las becas de inscripción de los estudiantes finalmente becados, ya que no se ingresaron directamente.

A continuación, el Tesorero presenta un resumen de lo que ha supuesto económicamente para la Sociedad este congreso. El Tesorero comenta que los gastos del Congreso on-line corresponden sólo a la transferencia a Activa Congresos, la secretaria técnica del mismo, así como al pago de los Premios José Antonio García Domínguez patrocinado por Bruker Española S.A., a la que agradece el Tesorero el patrocinio de los mismos, que llegan este año a la 17ª edición.

Al final de su intervención, el Tesorero aborda algunos temas generales, y en primer lugar comenta que a fecha actual todo el dinero de la Sociedad está en cuenta corriente y que como sociedad científica no deberíamos contratar fondos de inversión y correr riesgos con el dinero de nuestros socios. Por otra parte, el Tesorero comenta los esfuerzos por minimizar las comisiones bancarias que nos cobra el BBVA, pero han sido infructuosos porque no hay una persona física con la cual negociar tras el cierre de oficinas bancarias, etc.

Respecto al tema de los impagados, este año ha habido unos 13, lo que nos genera gastos bancarios. Por lo tanto, el Tesorero recuerda a los socios que si en lugar de no pagar la cuota correspondiente al año en curso se avisase a la Sociedad de la baja correspon-

diente antes de pasar al cobro de las cuotas (habitualmente a final del primer trimestre), se haría un favor a la Sociedad.

Finalmente, el Tesorero muestra un histórico desde su inicio como Tesorero con María José González como Presidenta en 2011-2015, con Francisco Javier Santos como Presidente en 2015-2019 y finalmente con Ana María García Campaña como Presidenta en 2019-2022. Ahora en estas nuevas elecciones se vuelve a presentar y seguiría como Tesorero hasta 2026, serían 15 años con la misma persona controlando el dinero de la Sociedad. Se pregunta al Tesorero si los socios se fían de dejar el dinero en las manos de la misma persona durante tantos años. El Tesorero anima a los socios a que participen de la gestión de la Sociedad y que se presenten candidaturas a Tesorero o Tesorera en las futuras elecciones dentro de cuatro años.

La Presidenta indica a los socios que han solicitado las ayudas que, para no alargar la Asamblea, se acerquen al lugar de la sala donde se encuentran el Secretario y el Tesorero para recibir el cheque bancario correspondiente, toda vez que ya han finalizado sus respectivos informes.

5. Continuación de punto 5 del Orden del día: Elecciones a la Junta de Gobierno

Una vez finalizado el proceso de votación de los socios asistentes, y realizado el escrutinio por parte de los miembros de la Mesa Electoral, tanto de los votos presenciales como los votos enviados por correo, el Presidente de la Mesa Electoral, Dr. Joan Grimalt Obrador, comunica a los presentes el resultado de la votación:

- Votos emitidos totales: 112
- Votos emitidos válidos: 112
- Votos nulos: 0
- Votos en Blanco: 1

El reparto de los votos emitidos ha sido el siguiente:

Vicepresidente:

Dr. Francisco Javier Santos Vicente (Universitat de Barcelona): 111

Tesorero:

Dr. Jordi Díaz Ferrero (IQS, Barcelona): 111

Vocales:

- Dr. José Antonio González Pérez (IRNAS, CSIC, Sevilla): 103
- Dra. Núria Fontanals Torroja (Universitat Rovira i Virgili, Tarragona): 108
- D. Manuel Gayo González (Agilent Technologies, S.A.): 104
- Dr. Miguel Ángel Pérez Alonso (Bruker Española, S.A.): 106

Una vez finalizada la votación, la Presidenta quiere agradecer el trabajo realizado por los miembros de la Mesa Electoral. Así mismo agradece a todos los socios de la SECyTA la participación en estas elecciones.

6. Ruegos y preguntas

A continuación, se abre el turno de ruegos y preguntas, aunque en primer lugar la Presidenta cede la palabra al Dr. Mario Fernández, uno de los editores del Boletín de la SECyTA para que informe a los socios sobre el mismo.

En nombre de los editores del Boletín, el Dr. Mario Fernández recuerda a los socios que el Boletín es la revista de la Sociedad y que tenemos que sentirla como propia y estar orgullosos de publicar en ella y de poder contribuir con nuestros trabajos. El Dr. Fernández recuerda que hay secciones que no se incluyen en algunos números porque no hay aportaciones de los socios, como la sección de reseñas bibliográficas. Además, también recuerda a los socios jóvenes que redactar un artículo para el Boletín también es un trabajo formativo, y que no hay ningún problema en publicarlo en inglés, si les resulta más sencillo. También recuerda a los socios jóvenes la sección de resúmenes de Tesis Doctorales defendidas por los socios, que empezó muy fuerte cuando se lanzó pero que en los últimos números ha descendido, y seguro que no es porque los socios no presenten Tesis Doctorales, como ya hemos visto en la participación del Premio SECyTA a Tesis Doctorales. Así que anima a los socios presentes que envíen sus resúmenes al Boletín cuando defiendan sus Tesis, un o dos meses antes de junio o diciembre para que aparezcan en el Boletín correspondiente.

La Presidenta da las gracias a todos los editores del Boletín, Mario Fernández, María Luz Sanz, Ana Cristina Soria y Ana Isabel Ruiz por todo el trabajo excelente que hacen para producir unos Boletines tan interesantes para los socios.

NOTICIAS DE LA SECyTA

La Dra. Mercedes de Frutos pide la palabra para dar las gracias a los miembros de la Junta Directiva de la SECyTA por el trabajo desinteresado que realizan, pero también una llamada de atención a los socios al hilo de los comentarios del Tesorero, Dr. Jordi Díaz. La Dra. De Frutos opina que quizás los socios abusamos un poco de lo cómodo que resulta que los miembros de la Junta estén siempre ahí. Tenemos dos años hasta la próxima renovación parcial de la Junta y los socios debemos mentalizarnos

que debemos participar de la gestión de la Sociedad.

La Presidenta comenta que le parece totalmente razonable los comentarios de la Dra. De Frutos sobre la renovación y participación en la gobernanza de la Sociedad.

JUAN VICENTE SANCHO LLOPIS

Secretario de la SECyTA
Almería, 26 de octubre de 2022

ANEXO I

Relación de Socios asistentes a la 22ª Asamblea General de la Asociación "Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines". Almería, 26 de octubre de 2022.

Nº de socio	Socio (Apellidos, Nombre)
1054	Abad Holgado, Esteban
1027	Agüera López, Ana
2022	Alonso Dasques, Luz
1938	Aparicio Muriana, María del Mar
1844	Arce López, Beatriz
1950	Armada Álvarez, Daniel
2024	Azorín Luis, Cristian
1868	Bellot i Pulido, Marina
1886	Bernardo Bermejo, Samuel
1804	Bodas Morales, Bernabé
2011	Borrull Riera, Sílvia
1991	Cadena Aponte, Flor Ximena
2028	Caño Carrillo, Irene
1931	Carbonell Rozas, Laura
2030	Carmona Molero, Rocio
1899	Carrasco Pancorbo, Alegría
1850	Castilla Fernández, Delia
1949	Castillo Zamora, Aly Jesús
2035	Castiñeira Landeira, Ana
1337	Castro Puyana, María
1709	Celeiro Montero, María
1541	Chisvert Sanía, Alberto
2021	Cokdinleyen, Melis

Nº de socio	Socio (Apellidos, Nombre)
1145	de la Puerta García-Barroso, Ángel
1539	del Olmo Iruela, Mª Monsalud
1976	Delgado Povedano, Maria del Mar
972	Díaz Ferrero, Jordi
23	Díez Masa, José Carlos
1967	Díez Palet, Isabel
2013	Domínguez García, Pol
2029	Durán Olmos, María Amalia
1788	Fabregat Safont, David
1552	Fernández Escobar, Inmaculada
2027	Fernández García, Alfonso
614	Fernández Martín, Mario
676	Fernández Ramón, Pilar
1503	Fontanals Torroja, Núria
479	Frutos Gómez, Mercedes de
1486	Galindo Irazo, Plácido
1939	Gálvez Ontiveros, Yolanda
1419	García Campaña, Ana M. ^a
2010	García Garcinuño, M. ^a de los Reyes
1883	García Jares, Carmen
1962	Gayo González, Manuel
1779	Gil Solsona, Rubén
1155	Gómara Moreno, Belén

Nº de socio	Socio (Apellidos, Nombre)
2018	Gómez Canela, Cristian
1997	Gómez Regalado, Maria del Carmen
222	González Carlos, Maria José
1768	González Pérez, José Antonio
1728	González Sálamó, Javier
1628	Gotor Navarra, Gemma
2015	Goyenechea Cunillera, Júlia
1969	Gracia Marín, Elisa
341	Grimalt Obrador, Joan
1298	Hernández Borges, Javier
1261	Hernández Hernández, Félix
1288	Herrero Calleja, Miguel
1987	Jambrina Hernández, Eva
1958	Jiménez Amezcua, Ignacio
711	Jiménez Luque, Begoña
2008	Jiménez Skrzypek, Gabriel
2020	Laquintana Alonso, Diego
858	Lebrón Aguilar, Rosa
1773	Lliberia Blasco, Josep Lluís
1357	Lorenzo García, M.ª Paz
1655	Lores Aguin, Marta
2014	Losada Baranera, Mar
1960	Luque Jurado, Inmaculada
677	Marcé Recasens, Rosa M.ª
1464	Marco Asensio, Esther
1910	Márquez San Emeterio, Layla
1980	Mata Pesquera, María
1860	Mena García, Adal
1451	Mendiola León, José Antonio

Nº de socio	Socio (Apellidos, Nombre)
2023	Mohammadnezhad, Pouya
1973	Moral Ruiz, Alberto
1532	Moreno González, David
1998	Moscoso Ruiz, Inmaculada
594	Moyano Morcillo, Encarnación
1965	Oró Nolla, Bernat
1953	Ortega Zamora, Cecilia
2012	Ortiz Almirall, Xavier
2034	París Reche, Agustín Manuel
1386	Pérez Alonso, Miguel Ángel
1963	Plaza Bolaños, Patricia
903	Quintanilla López, Jesús Eduardo
2026	Ramírez López, Viviana Gabriela
1907	Rivas Blas, Sergio
2019	Rivera Pérez, Araceli
1888	Rubio Lareu, Laura
1317	Ruiz Matute, Ana Isabel
1935	Salido Fortuna, Sandra
2017	Sánchez Martínez, José David
764	Sancho Llopis, Juan Vicente
628	Santos Vicente, Francisco J.
1160	Sanz Murrias, Maria Luz
1165	Soria Monzón, Ana Cristina
1981	Tejedor Matellanes, Paula
1618	Valdés Tabernero, Alberto
2025	Vállez Gomis, Víctor
1951	Vázquez Ferreiro, Lúa
1643	Zafra Gómez, Alberto

50 ANIVERSARIO GCTA

Del GCTA a la SECyTA: una visión personal

M.^a Teresa Galcerán. ExPresidenta del GCTA y de la SECyTA

Nunca pensé que volvería a coger la pluma para escribir en el Boletín después de tantos años, pero la Presidenta, Ana M.^a García Campaña, a raíz de la celebración del cincuentenario de la fundación del GCTA que tuvo lugar en Almería a finales de octubre, me sugirió que escribiera algo. Aunque en principio dudé en aceptar, no tenía claro qué podía contar que fuera de interés para los miembros actuales de la SECyTA, finalmente me decidí y ahora le agradezco que su sugerencia me haya permitido recordar muchos hechos que tenía medio olvidados.



Me ha parecido interesante hacer una aproximación a la historia del GCTA lo que no deja de ser una osadía por mi parte, y la he ordenado cronológicamente haciendo especial hincapié en la última etapa que viví en primera línea siendo presiden-

ta. De las etapas anteriores hay diversos artículos, en concreto los publicados en el Boletín a raíz de la celebración de los 25 años. Dado que la memoria es traidora, y aunque he consultado actas de las Juntas Generales y apuntes de algunas de las reuniones a las que asistí y que por suerte no había desechado, quiero señalar que los comentarios que siguen corresponden a mi visión personal. En consecuencia, pueden resultar sesgados y parciales y me apresuro a pedir disculpas y benevolencia por ello.

La gestación y los primeros pasos

Mis primeros recuerdos relacionados con la Sociedad se remontan al año 1968 cuando, a poco de terminar la licenciatura, asistí al Primer Simposio Nacional de Cromatografía que se celebró en Barcelona organizado por ANQUE en el marco de Expoquimia. Además de Lluís Eek, mi director de tesis de licenciatura y secretario del simposio, eran miembros del comité científico y presentaron trabajos un grupo de cromatografistas entusiastas de entre los cuales recuerdo a Manuel

Dabrio, Miquel Gassiot, Fco. Farré Rius y José Antonio García Domínguez que ya llevaban un tiempo considerando la posibilidad de crear una asociación que aglutinara a los usuarios de la cromatografía en España. La idea era interesante, pero había que encontrar el modo de hacerla cristalizar ya que crear una asociación en España en pleno franquismo no era tarea fácil.

El catalizador resultó ser el interés por organizar el 10º Simposio Internacional de Cromatografía en España. Tengo entendido que, finalmente, fue Manuel Dabrio quién sugirió la idea de crear un grupo especializado de la Real Sociedad Española de Física y Química (RSEFQ). Una visita a Ángel Martín Municio, uno de los vicepresidentes de la RSEFQ, permitió establecer el procedimiento. Se presentó una solicitud firmada por miembros de la Real Sociedad, el Grupo fue creado en noviembre de 1972 y la primera reunión de la junta se celebró en Madrid el 17 de enero de 1973, bajo la presidencia de M.^a Josefa Molera. En esta reunión se nombró una junta directiva provisional con dos vicepresidentes, uno de Madrid y otro de Barcelona, los dos núcleos más importantes de socios en aquellos momentos.

El GCTA nació con ímpetu, el número de socios aumentó rápidamente y ya en el mes de mayo eran más de 60, se publicó el número 0 del Boletín y se consiguió que se aceptara la celebración del 10º Simposio Internacional de Cromatografía que tuvo lugar en Barcelona a finales de setiembre de 1974. En este punto hay que destacar el inestimable apoyo del Profesor Georges Guiochon, en cuyo laboratorio de París habían trabajado Manuel Dabrio y Francisco Farré Rius.

Algunas de las características que diferencian el GCTA de otras sociedades científicas españolas ya son detectables en los primeros años de singladura de la sociedad como es por ejemplo el interés en establecer relaciones con empresas comerciales. Ya en la primera reunión de junta, Fco. Farré Rius (Perkin Elmer) fue elegido vocal de la Junta de Gobierno. La presencia de miembros de las casas comerciales en las juntas se ha mantenido hasta la actualidad y pone de manifiesto que el GCTA no pretendía ser únicamente una sociedad científica al uso, sino que también se pensaba potenciar la transferencia de información y conociemien-

tos y esta transferencia iba en las dos direcciones. Por ejemplo, en la Bienal en Alicante de 1975, Fco. Farré preguntó si en la audiencia había alguien interesado en alguna técnica distinta de la GC o la cromatografía en papel. Vistos los resultados se organizaron cursos de cromatografía de líquidos en Madrid y Barcelona. Otra característica a destacar del GCTA es la política de becas para la asistencia a las reuniones científicas del grupo que ha sido una constante a lo largo de toda su historia. El número de becas empezó siendo reducido, tres en el simposio del año 1974 en Barcelona, pero creció notablemente y en los últimos años era del orden de 50 o 60. En relación con este tema quisiera remarcar que el GCTA siempre fue más partidario de potenciar las becas que los premios con la idea de facilitar una mayor distribución de las ayudas y evitar personalismos en trabajos que, frecuentemente, son el resultado de un grupo de trabajo.

El asentamiento

El GCTA nació en el momento oportuno lo que pone de manifiesto la visión de futuro de los fundadores que fueron capaces de detectar la aparición de una necesidad. A finales de los años 60 la cromatografía de gases empezaba a ser usada en los laboratorios de análisis de algunas industrias químicas españolas y se empezaba a introducir en los laboratorios de centros de investigación y universidades, pero faltaba formación tanto sobre fundamentos como en aspectos prácticos y parecía necesario establecer algún tipo de comunicación entre los usuarios de la técnica. El GCTA vino a ocupar este vacío; por ejemplo, en los primeros años se organizaban reuniones locales, tanto en Madrid como en Barcelona, en las que se discutían problemas, teorías y soluciones. Yo recuerdo las de Barcelona a las que asistíamos personal del IQS, el CSIC y la Universidad de Barcelona. Eran discusiones abiertas en las que interveníamos tanto los directores de los trabajos como los becarios. El interés de estas reuniones disminuyó cuando la técnica se asentó y su celebración fue decayendo al cabo de tres años.

La divulgación de las actividades del GCTA se realizó siempre gracias a la edición del Boletín que fue saliendo regularmente, aunque persistía el problema de encontrar un editor que ofreciera continuidad. Esto cambió en 1977 cuando José Antonio García Domínguez relanzó el Boletín aumentando el número de páginas y el número de ejemplares editados. Posteriormente, y durante más de 20 años, la editora fue Isabel Martínez Castro quien con tesón y eficacia consiguió que el Boletín se convirtiera en una herramien-

ta imprescindible del GCTA. Nunca le estaremos lo suficientemente agradecidos.

Una de las actividades principales del GCTA ha sido siempre la celebración de sus reuniones anuales que permitieron mantener los contactos, compartir los avances científicos que se iban produciendo y fomentar la formación de los estudiantes. En una primera etapa, el grupo asistía a las reuniones bienales de la RSEFQ como un grupo especializado más, aunque ya desde un principio se detectaron algunas disfunciones. Así, ya en las primeras reuniones se puso de manifiesto la necesidad de agrupar las contribuciones sobre cromatografía en una sesión temática o el interés por participar en la organización. Baste recordar la Bienal de 1980 celebrada en Burgos, donde nos alojaron en un seminario que llevaba años cerrado y cuyas condiciones se pueden definir como súmamente deficientes. Asistíamos, aunque las reuniones no nos convencían, y esta situación se hizo insostenible en la Bienal celebrada en Murcia el año 1988 por dos razones: (i) el formato con numerosas contribuciones orales de poco interés, agrupadas aleatoriamente y con el público entrando y saliendo continuamente de las salas y (ii) la exposición comercial que fue relegada a un local minúsculo situado al fondo de un estrecho pasillo y alejado de las salas de conferencias. Los responsables de las casas comerciales se quejaron y Emilio Gelpí, que acababa de ser elegido presidente, propuso dejar de asistir a las bienales y realizar las reuniones por nuestra cuenta.

Muchas de nuestras reuniones en esta época se celebraron en el marco de las Jornadas de Análisis Instrumental (JAI) que se celebraban en Barcelona cada tres años. El GCTA ya estuvo implicado en las primeras que tuvieron lugar el año 1975 y dos de nuestros socios, Manuel Dabrio y Fco. Farré, junto con Manuel Otero de Expoquimia estuvieron durante años a cargo de la organización. Esto permitió que el GCTA estuviera siempre bien representado y nuestra contribución fue siempre notable; por ejemplo, en el año 1996 superó el 50% de los trabajos presentados. Personalmente recuerdo las JAI como un alivio mientras fui presidenta ya que a pesar de perder algo de identidad y protagonismo como grupo y que había roces y algunos problemas, me permitió cada tres años no tener que planificar una reunión. No teníamos beneficios, pero Expoquimia se encargaba de la organización, financiaba las becas, aunque había que recordárselo, y nosotros nos encargábamos junto con otras sociedades del programa científico. También celebramos reuniones con otras sociedades, algunas de ellas internacionales, baste citar la de Almería en 1977 o el HPLC de 1999.

De entre nuestras reuniones recuerdo especialmente la celebrada en Reus en 1989 ya que significó un cambio notable en el formato debido principalmente a las ideas del Presidente Emilo Gelpí. Se organizó en base a carteles, con pocas presentaciones orales y especialmente enfocadas a la presentación de innovaciones, resultados de interés y novedades y alejadas de la idea de engrosar los currículos. Este formato se mantuvo hasta la disolución del GCTA y recuerdo reuniones de la Junta Directiva con un montón de resúmenes encima de la mesa escogiendo con cuidado aquéllas que, por el contenido y conferenciante, parecían ser la mejor opción. Se implementó la discusión de carteles, la celebración de mesas redondas sobre temas concretos con presencia de distintas casas comerciales y se fomentó la interacción con la exposición comercial. Otra reunión que no puedo dejar de comentar es la de Lugo en 1998 donde celebramos los 25 años de nuestra sociedad y gracias a Alberto Cepeda disfrutamos de una excelente muestra de gastronomía gallega, y la de San Sebastián del año 1991 en el Palacio de Miramar que se estrenaba como centro de reuniones y que gracias a las subvenciones que consiguió Carmen Dorronsoro, representó un éxito económico que permitió engrosar notablemente las arcas del GCTA.

En sus años de vida el GCTA sufrió diversos avatares, pero sólo hubo una crisis interna que merezca ser comentada y surgió en las elecciones de la junta del año 1984 en Castellón cuando el resultado de la elección de presidente produjo un empate entre Joan Albaigés y Luis Gascó. Los asistentes a la asamblea quedamos atónitos, nadie sabía qué hacer ante un caso como aquél y se optó por consultar a la Real Sociedad por si los Estatutos permitían encontrar una solución. La respuesta fue negativa y se sugirió que fuera la Junta Directiva quien adoptara la decisión que juzgara conveniente. La Junta estudió el caso y acordó votar entre tres propuestas: repetir las elecciones, que el presidente fuera elegido por la junta directiva por votación y decidirlo por sorteo. Sorprendentemente, las tres opciones volvieron a quedar empatadas por lo que se otorgó un voto de calidad al presidente que optó por la segunda opción resultando elegido Luis Gascó.

Entre las contribuciones del GCTA al desarrollo e implantación de la cromatografía en España, como son el haber permitido establecer relaciones profesionales y de investigación entre los socios y haber ayudado a generaciones de jóvenes a lanzarse al cultivo de esta especialidad, debo destacar el haber potenciado y facilitado la publicación de la investigación realizada en revistas internacionales. Esto se hizo publicando un número

especial del Journal of Chromatography con los trabajos presentados en nuestra reunión que cumplían los estándares de calidad requeridos por la revista lo que se inició en el congreso de San Sebastián de 1991. Emilio Gelpí y Joan Grimalt se implicaron a fondo y mantuvieron con tesón durante años esta iniciativa que, con un formato distinto, aún sigue manteniéndose. Quizás hoy esto no parezca importante pero entonces no era tan frecuente encontrar publicaciones españolas y la iniciativa ayudó a la internacionalización.

La disolución

Como se ha comentado, el GCTA nació como un grupo especializado de la RSEFQ y los primeros años discurrieron sin disfunciones remarcables, aunque el grupo era crítico con el funcionamiento de las bienales. El primer problema surgió en 1978 cuando la Real Sociedad no aceptó la propuesta de nombramiento del profesor Guiochon como miembro de honor. El GCTA se sentía en deuda con el profesor porque había sido mentor de la sociedad e impulsor del 10º Simposio de Cromatografía y la negativa a su nombramiento se tomó como una discriminación, y por primera vez se produjeron peticiones de desvinculación del grupo de la Real Sociedad. Sin embargo, se optó por volver a solicitar el nombramiento que, finalmente, se le otorgó en la XVIII Bienal que tuvo lugar en Burgos el año 1980.

En el año 1981, y como resultado de la división de la RSEFQ, el GCTA se adscribió a la RSEQ y, en consecuencia, en 1982 todos los socios pasaron a ser miembros de esta sociedad. Además, a partir de 1983, la RSEQ se encargó directamente de todas las actividades administrativas (altas y bajas de socios y cobro de cuotas). Este procedimiento que fue aceptado por el GCTA, se aplicó sin problemas remarcables hasta 1991 cuando la Real Sociedad subió las cuotas de los socios adheridos lo que implicó críticas y se empezó a cuestionar el retorno que recibía el grupo.

En los años 90 hubo un aumento notable en el número de socios; por ejemplo, en el año 1991 eran unos 550 y en el 1994 más de 700. Ahora bien, no había manera de saber el número exacto ya que los listados de socios que recibían el Boletín y los de la RSEQ no cuadraban y se detectaba una baja eficacia en la gestión administrativa. Existía además un problema adicional que era el continuo aumento de cuotas lo que creaba disgusto y desazón. El aumento de cuotas se debía especialmente a la necesidad de la RSEQ de disponer de fondos para financiar la publicación de la revista Anales que consumía el 80% del presupuesto. Los intentos de mejorar el nivel científico de la

revista y su índice de impacto, aunque loables, resultaban inasumibles y condicionaban la supervivencia de la RSEQ. Los representantes del GCTA que asistían a las reuniones de la Junta de Gobierno de la Real Sociedad defendíamos incansablemente la imposibilidad de mantener una publicación de aquel tipo. Este tema se planteó en diversas ocasiones y en la Asamblea General del GCTA que se celebró en Peñíscola en 1994 se planteó la necesidad de separarnos, aunque el problema de cómo conseguir un NIF para gestionar los ingresos y gastos sobrevalaba la discusión.

A raíz de la decisión que se tomó en esta reunión, se procedió a realizar una consulta a los socios sobre la propuesta de separación de la RSEQ que dio como resultado un 98% de votos afirmativos y, en consecuencia, se incluyó un punto en la asamblea que se celebró en Madrid en el año 1995. La reacción de la RSEQ fue inmediata y en una carta del presidente J.A. Rodríguez Renuncio, se indicaba que era la Junta Directiva de la Real Sociedad el único órgano capacitado para disolver un grupo especializado. A sugerencia del presidente E. Gelpí, y después de varias intervenciones a favor y en contra, la asamblea optó por intentar un nuevo diálogo y plantear la disolución más adelante. Esta política de coexistencia se mantuvo durante el año 1996, evitando una ruptura e intentando obtener una independencia económica. Las impresiones sobre los contactos con miembros de la Junta Directiva de la RSEQ eran relativamente optimistas, pero no era así con el presidente. De todos modos, y dado que habían de realizarse elecciones a la presidencia de la Real Sociedad, se decidió esperar acontecimientos.

Las relaciones con el nuevo presidente, Carlos Pico, mejoraron notablemente. Se apreció un esfuerzo para encauzar el tema de los grupos especializados. De hecho, los problemas planteados por el GCTA eran compartidos por otros grupos. Se buscaron fórmulas que permitieran mantener la vinculación y en esta línea el GCTA propuso considerar la Real Sociedad como un marco en el que se desarrollaran los grupos manteniendo el nombre y el NIF. Respecto a las gestiones administrativas, se proponía que fueran realizadas por los grupos y que se destinara una parte de las cuotas a la Real Sociedad. Un texto en esta línea se aprobó en la asamblea que tuvo lugar en Almería en 1997, en la que se acordó que si no se obtenían resultados significativos, la Junta de Gobierno se constituiría como Junta Gestora de una nueva sociedad. Las relaciones fueron fluidas, se realizaron varias reuniones a fin de cuadrar las listas de socios, se abrió una cuenta en una sucursal bancaria de Barcelona donde residía el tesorero (Luis Comellas) y se consiguió gestionar los cobros

de los socios adheridos y las contribuciones de las empresas colaboradoras. Sin embargo, en la Reunión Bienal celebrada en Canarias en marzo de 1999 se renovó la mitad de la junta directiva de la Real Sociedad y, como consecuencia de ello, las relaciones volvieron a empeorar. En esta nueva junta predominaba el criterio de potenciar los socios numerarios en detrimento de los adheridos, categoría a la que pertenecían más del 80% de nuestros socios. Se barajaba la idea de eliminar este tipo de socios, amenaza que se cumplió en los nuevos estatutos aprobados en noviembre de 2001 cuando ya se había disuelto el GCTA. Esta actitud de la RSEQ llevó a la Junta de Gobierno a proponer llevar adelante, en la asamblea celebrada en Alcalá de Henares en julio del 2000, la creación de una nueva sociedad paralizada durante 6 años. En esta ocasión, las intervenciones de los asistentes a la asamblea fueron todas a favor, aunque a algunos socios les resultaba penoso. Recuerdo a Manuel Dabrio diciendo que estaba de acuerdo "con dolor". El nombre de la nueva sociedad, SECyTA en lugar de SECTA que parecía poco adecuado, se acordó en una reunión de la Junta Directiva en el comedor de la Facultad de Química de la Universidad de Alcalá, en un receso después de comer.

La Junta Directiva actuando como Junta Gestora de la nueva sociedad y especialmente el secretario Xavier Guardino, se encargaron de realizar los trámites oportunos para la creación de la nueva sociedad durante el cuarto trimestre del año 2000 y los primeros meses del 2001. Debo decir con satisfacción que se consiguió crear la sociedad sin pérdidas notables de socios y de patrimonio. A su vez, se mantuvieron reuniones con miembros de la Junta Directiva de la RSEQ que estaban interesados en aclarar aspectos de tesorería correspondientes a los dos últimos años y se llegaron a acuerdos sobre estos temas. Sin embargo, los intentos de tener una reunión con el presidente con quien queríamos comentar nuestras intenciones no dieron resultado, aunque en una conversación telefónica del 17 de abril del 2001 se le informó de la previsible disolución del GCTA. En una entrevista entre la Presidenta y Luis Oro, presidente de la RSEQ, que tuvo lugar cuando ya habíamos aprobado la disolución me pareció detectar que no habían sido suficientemente conscientes de que nuestra decisión era firme. De todos modos, la RSEQ aprobó formalmente la disolución del GCTA el 25 de junio de 2001.

La disolución no era tarea fácil. Sabíamos que era la Junta de Gobierno de la Real Sociedad quién tenía la potestad para ello. Sin embargo, estudiando el reglamento de los Grupos Especializados observamos que se podían disolver por acuerdo de su Junta Gene-

ral. Por ello y a fin de poder tomar el acuerdo, incluimos un punto específico con el texto "Disolución del GCTA" en el orden del día de la XXX Reunión de la Junta General celebrada en la Facultad de Farmacia de Valencia el 20 de abril de 2001.

Recuerdo bien aquel día, la sala llena a rebosar, la mesa presidida por toda la Junta Directiva del GCTA y la Editora del Boletín y todos emocionados votando a mano alzada, se había controlado la asistencia a la entrada, la disolución de una sociedad que sentíamos propia y que lamentábamos tener que disolver. Acabada la votación sin ningún voto en contra, la sala estalló en un

emotivo aplauso. Quiero pensar que respondía a una mezcla de tristeza por la disolución, alivio por superar un problema que parecía endémico e ilusión y esperanza por el futuro de la nueva sociedad, la SECyTA.

El 20 de abril del año 2001 termina la historia del GCTA, aunque no la de la Sociedad de Cromatografía y Técnicas Afines ya que la SECyTA nació como su legítima heredera. De hecho, ha reivindicado esta herencia en numerosas ocasiones y en todas sus reuniones. En concreto, celebrando este año el cincuentenario de su fundación que ha sido el motivo que ha justificado el relato precedente.

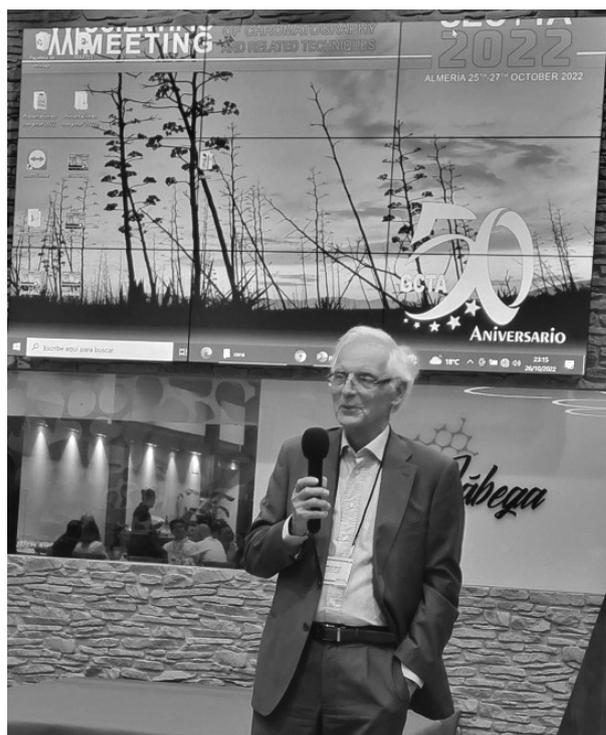
Algunas reminiscencias de tiempos pasados

Emilio Gelpi Monteys. Expresidente del GCTA

La reciente cena de gala del pasado 26 de octubre en Almería celebrando los 50 años de la constitución del Grupo de Cromatografía y Técnicas Afines (GCTA), ahora SECyTA, para mí resultó ser una situación ciertamente emotiva en una noche mágica de un año realmente mágico, como dije en mi breve intervención durante el evento. Lo digo porque después de 10 años de jubilado, cuando das por hecho que casi todo el mundo ya se ha olvidado de ti y de tu trabajo, no suele ser corriente que la revista de mayor impacto en Espectrometría de Masas te comunique que quieren dedicarte un número honorífico por tus contribuciones en el campo (1) y que, además, coincida que en el mismo año tus excolegas de la SECyTA te inviten a una reunión tan especial. Repito una vez más mi sincero agradecimiento a la Presidencia y Junta Directiva de la Sociedad por haberme permitido vivir momentos tan entrañables.

Durante el acto me di cuenta de que tal vez no había reflexionado ni explicado nunca cuál era el bagaje científico que en 1971 me acreditaba para formar parte del grupo fundador del GCTA. De hecho, caí en la cuenta de que había pasado más de 6 años en Estados Unidos, centrado en mi tesis doctoral y después en mi estancia en Berkeley, por lo que a mi regreso a Barcelona no conocía a nadie de aquel grupo promotor de ilustres científicos españoles ni ellos sabían de mí. Si la memoria no me falla fue el Dr. Francisco Farré Rius, que entonces ocupaba un cargo ejecutivo en Perkin Elmer, quien cerró el círculo y me introdujo en el grupo fundador. Por diversas circunstancias él era conocedor de que en el período 1966-69 yo había desarrollado y aplicado en Houston métodos pioneros de cromatografía de gases en columnas capilares que,

por lo que vi y escuché durante la cena de gala en la excelente y documentada presentación histórica del Profesor Javier Santos, todavía no habían llegado a España cuando se formó el Grupo. La utilización de estos métodos se explica porque junto al Profesor Joan Oró, mi director de tesis doctoral en el Departamento de Química de la Universidad de Houston, también estaba el Profesor Albert Zlatkis, pionero en nuevas técnicas de cromatografía de alta resolución. Pensé



después de la cena que tal vez debiera haberlo comentado, pero en aras de la brevedad no lo hice.

Durante el cóctel de despedida de la Reunión, un fugaz comentario mío sobre dichos métodos y la posibilidad de contribuir con ello al Boletín de la SECyTA fue acogido entusiastamente por la presidenta Ana María García Campaña, lo que me hizo pensar seriamente en poder hacer realidad este escrito y así lo intentaré.

Bajo las directrices y consejos del Dr. Zlatkis en 1966-69 pude obtener excelentes separaciones cromatográficas de alta resolución de metabolitos y compuestos orgánicos diversos en una amplia gama de muestras. Por ejemplo, de los productos metabólicos de microorganismos como bacterias y microalgas (2,3), así como de la materia orgánica extraída de varios meteoritos (4-8). Todos estos trabajos, un total de 30, fueron debidamente publicados en su día (6 de ellos relacionados con la aplicación de métodos de CG de alta resolución, se han seleccionado para la lista de referencias), por lo que no entrare en detalles y sólo

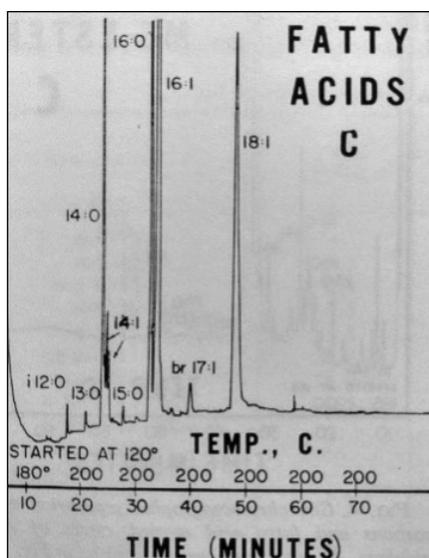


Figura 1. Cromatograma de gases de los ácidos grasos metilados de la bacteria *Vibrio marinus* en una columna de tubo de acero inoxidable de 155 metros por 0,076 cm de diámetro interno revestida con Igepal CO-990. Presión de nitrógeno, 933 g/cm². Cromatógrafo de gases F & M 810 equipado con detector de ionización de llama. Temperatura programada a aproximadamente 6°/min desde 120 a 200 °C y mantenida isotérmicamente a 200 °C. De un total de 3 g de células extraídas se inyectó 1/1.200 de la muestra. La identificación de cada uno de los picos eluidos se realizó por acoplamiento directo a un espectrómetro de masas LKB-9000 a través de un separador de jet molecular (2).

presentaré en las figuras 1 y 2 un par de ejemplos ilustrativos del alto nivel de separación cromatográfica que ya desarrollábamos en Houston poco antes de mi regreso a España y de la formación del GCTA.

Creo interesante resaltar aquí que para completar estas separaciones cromatográficas de 24 h o más de duración se me ocurrió que parando el flujo de nitrógeno y enfriando simultáneamente la columna, el proceso de equilibrio de los eluidos entre las dos fases (estacionaria y gas) quedaría prácticamente congelado (coeficientes de difusión prácticamente nulos a temperatura ambiente), por lo que no habría pérdida de eficacia y se podría reanudar el análisis al día siguiente. Y así resultó, lo que me ahorró muchos problemas prácticos y familiares.

Otro aspecto novedoso que también debía haber mencionado en mi intervención durante la cena fue mi total dedicación a la internacionalización del GCTA durante mis dos mandatos como presidente (1988-1992 y 1992-1996). A tal efecto, negocié con Elsevier la publicación en el *Journal of Chromatography* de los Proceedings de cada una de nuestras reuniones científicas. Por ello se llegó un acuerdo para la publicación en inglés de los trabajos presentados y aceptados después de su evaluación por pares y sin coste alguno para nuestras arcas. Para esta tarea yo actuaba de Editor, ayudado por un segundo Editor en la persona del Dr. Joan Grimalt, a quien debo el reconocimiento y gratitud por la ayuda prestada en todo momento. Me satisfizo saber que esta tarea se continúa desarrollando en el seno de la SECyTA.

Después de haber visto en la presentación del profesor Javier Santos los elevados porcentajes de trabajos combinados de cromatografía y espectrometría de masas que se presentan en las reuniones anuales de la SECyTA (más del 50% del total), me asaltó la idea de que como miembro fundador del GCTA y de la Sociedad Española de Espectrometría de Masas (SEEM,) tal vez resultaría apropiado indicar mi implicación en ambas sociedades. Después de mi segundo mandato como presidente del GCTA en 1996, dejé todas mis tareas en este grupo para centrarme en la creación de una sociedad de espectrometría de masas en España. Ello estaba condicionado por los esfuerzos que, desde 1982, venía realizando para conseguir la nominación de Barcelona como sede de una de las Conferencias Internacionales de Espectrometría de Masas (IMSC), una meta que conseguí finalmente en 1984 en la reunión del Comité Científico en Budapest. A raíz de ello logré crear la SEEM y, posteriormente, la celebración de la IMSC 2000 en Barcelona fue todo un éxito. A

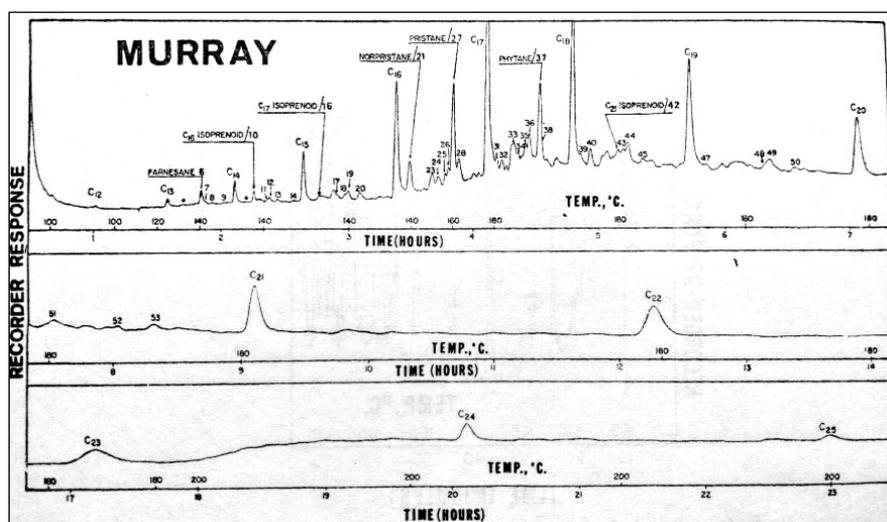


Figura 2. Cromatograma de gases de alta resolución de los hidrocarburos extraídos del meteorito Murray. Columna de tubo capilar de acero inoxidable de 310 m, de longitud por 0,079 cm de diámetro interno recubierta con Polysev. Presión de Nitrógeno como gas portador: 1.050 g/cm². Cromatógrafo de gases F & M 810 equipado con detector de ionización de llama. Temperatura programada a aproximadamente 6 °C/min desde 120 a 200 °C. La temperatura de la columna se mantuvo isotérmicamente a 100 °C durante 70 min. Luego se programó hasta los 140 °C a 1 °C/min manteniéndose así durante 100 min. Después la temperatura se programó a 1 °C/min hasta los 180 °C. Después de 17 horas la temperatura se aumentó hasta los 200 °C para efluir los últimos componentes terminando el registro a las 24 horas. Para obtener este cromatograma se extrajeron 4,1473 g del meteorito. Para este análisis se tomó la mitad del extracto en pentano y se inyectaron 2/3 del mismo. La identificación de los picos eluidos se realizó por acoplamiento directo, mediante un separador de jet molecular, a un espectrómetro de masas LKB-9000 (6).

partir de este momento las dos sociedades en las que tanto me había involucrado siguieron sus caminos independientes, cada una con sus éxitos y limitaciones.

Para terminar si se me permite una sugerencia, me gustaría decir que durante la reunión en Almería me pasó por la cabeza que tal vez sería interesante estrechar mucho más los lazos entre SECyTA y SEEM, organizar más eventos de modo conjunto y aprovechar los puntos en común y las sinergias ya que, al fin y al cabo, la "TA" de SECyTA se refiere en un alto grado a las técnicas de espectrometría de masas que se acoplan a las cromatográficas, y diría que en las reuniones de la SEEM se tratan en gran medida separaciones cromatográficas previas a la identificación por espectrometría de masas.

Referencias

- [1] Reminiscences of a career in Mass Spectrometry in the USA and in Spain. *Mass Spectrometry Reviews*. El volumen impreso con contribuciones de otros autores invitados está previsto para 2023. Mi capítulo en dicho volumen está ya disponible on-line en: <http://doi.org/10.1002/21803>.
- [2] Oró J., Tornabene T.G., Nooner D.W., Gelpí E., Aliphatic hydrocarbons and fatty acids of some marine and fresh-

water microorganisms. *Journal of Bacteriology* 1967 (93), 1811-1818

- [3] Gelpí E., Oró J., Schneider J., Bennett E.O., Olefins of high molecular weight in two microscopic algae. *Science* 1968 (161), 700-702
- [4] Gelpí E., Nooner D.W., Oró J., Isoprenoids and other hydrocarbons in terrestrial graphite. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 1969 (33), 959-972.
- [5] Gelpí E., Han J., Nooner D.W., Oró J., Organic compounds in meteorites iii: distribution and identification of aliphatic hydrocarbons produced by fischer-tropsch processes. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 1970 (34), 965-979
- [6] Gelpí E., Oró J., Organic compounds in meteorites iv: gas chromatographic-mass spectrometric studies on the isoprenoids and other isomeric alkanes in carbonaceous chondrites. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 1970 (34), 981-994.
- [7] Gelpí E., Application of combined gas chromatography-mass spectrometry to the analysis of organic products of bio-geochemical significance. Tesis Doctoral, Universidad de Houston, Texas (1968).
- [8] Simmonds P.G., Bauman A.J., Bollin E.M., Gelpí E., Oró J., The unextractable organic fraction of the Pueblito de Allende meteorite: evidence for its indigenous nature. *Proceedings of the National Academy of Sciences USA* 1969 (64), 1027-1034.

PREMIO SECyTA A LA MEJOR TESIS DOCTORAL EN CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

1ª Edición del Premio SECyTA a la mejor Tesis Doctoral en Cromatografía y Técnicas Afines

Como se informó en la asamblea celebrada el 18 de noviembre de 2021, la Junta de Gobierno de la **SECyTA** mostró su intención de establecer un Premio destinado a los jóvenes investigadores socios. Posteriormente, en la Junta de la **SECyTA** celebrada telemáticamente el 4 de marzo de 2022, se aprobaron las bases de la "1ª Edición del Premio **SECyTA** a la mejor Tesis Doctoral en Cromatografía y Técnicas Afines" por las que este Premio pretendía reconocer el mérito científico de las tesis doctorales realizadas por los jóvenes investigadores socios de la **SECyTA** sobre dicha temática.

Las bases del Premio se enviaron por correo a todos los socios y están disponibles en la web de la **SECyTA**, así como en la web de las consecutivas reuniones de la Sociedad en donde se hará entrega de los premios. Debido a la especial situación generada por la pandemia de la COVID-19, se consideró oportuno hacer una doble convocatoria, esto es, una para 2021 y con carácter retrospectivo, también para el año 2020.

Una vez llevado a cabo todo el proceso descrito en las bases, el jurado creado para tal efecto emitió su veredicto el 18 de octubre de 2022 para ambos años, destacando la dificultad de la elección de los premiados por la excelente calidad de todos los trabajos presentados a esta 1ª Edición de los Premios. El veredicto final fue el siguiente:

Convocatoria año 2020

Premio SECyTA a Tesis Doctorales leídas en 2020 concedido a la Tesis titulada *Nuevas estrategias para la*

mejora de la sensibilidad y la selectividad en el análisis de biomarcadores proteómicos y miRNómicos en fluidos biológicos mediante CE-MS, defendida por el **Dr. D. Roger Però Gascón**, dirigida por los Dres. Dña. Victòria Sanz Nebot y D. Fernando J. Benavente Moreno, y presentada en la Universidad de Barcelona.

Teniendo en cuenta la elevada calidad científica y carácter innovador en cromatografía y técnicas afines de las restantes tesis concurrentes al premio y leídas en 2020, se concedió el **accésit** que prevé la convocatoria de esta 1ª Edición en su Punto 1 a la Tesis titulada *New analytical methodologies based on chromatography atmospheric pressure ionization-mass spectrometry for the determination of halogenated organic contaminants*, defendida por el **Dr. D. Juan Francisco Ayala Cabrera**, dirigida por los Dres. Dña. Encarnación Moyano Morcillo y D. Francisco Javier Santos Vicente, y presentada en la Universidad de Barcelona.

Convocatoria año 2021

Premio SECyTA a Tesis Doctorales leídas en 2021 a la Tesis titulada *New developments to refine target, suspect and non-target screening strategies for comprehensive monitoring of the aquatic environment*, defendida por el **Dr. D. Alberto Celma Tirado**, dirigida por los Dres. D. Juan V. Sancho Llopis y D. Lubertus Biljsma, y presentada en la Universidad Jaume I.

Por igual motivo que en la convocatoria del año 2020, se decidió conceder el correspondiente **accésit** a la Tesis titulada *Analytical strategies for sample preparation using novel materials*, defendida por la **Dra. Dña. Idaira Pacheco Fernández**, dirigida por los Dres. Dña. Verónica Pino Estévez y D. Juan H. Ayala Díaz, y presentada en la Universidad de La Laguna.



Resumen 1ª Edición del Premio, convocatoria de 2020

Nuevas estrategias para la mejora de la sensibilidad y la selectividad en el análisis de biomarcadores proteómicos y miRNómicos en fluidos biológicos mediante CE-MS

Autor: **Roger Peró Gascón**

Directores: Dra. Victòria Sanz Nebot y Dr. Fernando Benavente Moreno

Grupo de investigación: Bioanàlisi, Departamento de Ingeniería Química y Química Analítica, Universitat de Barcelona, 08028 Barcelona, España.

Fecha de defensa: 3 de noviembre de 2020.

En las últimas décadas, el análisis de compuestos biomarcadores en muestras biológicas se ha convertido en una herramienta fundamental para el diagnóstico, seguimiento y pronóstico de diversas enfermedades. Las principales dificultades en muchos casos son la baja concentración de los biomarcadores, la complejidad de la matriz de la muestra y la limitada disponibilidad de muestra. En esta tesis doctoral se presentan nuevas estrategias para la mejora de la sensibilidad y la selectividad en el análisis de péptidos, proteínas y microARNs (miRNAs) biomarcadores en fluidos biológicos mediante electroforesis capilar acoplada a la espectrometría de masas (CE-MS).

La CE-MS es una técnica excelente para la separación de biomoléculas cargadas y su identificación inequívoca. Sin embargo, para obtener separaciones rápidas, eficaces y de elevada resolución, los métodos de separación electroforéticos deben ser optimizados convenientemente. En esta tesis se han desarrollado criterios de calidad basados en la selectividad para la predicción y optimización de las separaciones de mezclas complejas en CE y se ha investigado la separación e identificación de los péptidos beta amiloides, biomarcadores de la enfermedad de Alzheimer.

Al tratarse de una técnica a microescala, una limitación importante de la CE es su baja sensibilidad en

términos de concentración para la mayoría de analitos a causa del pequeño volumen de inyección de muestra. La extracción en fase sólida en línea con la electroforesis capilar (SPE-CE) es una excelente estrategia para disminuir los límites de detección. En esta tesis se han investigado diferentes metodologías de SPE-CE-MS unidireccional empleando sorbentes selectivos, como los sorbentes de inmuoafinidad, afinidad a aptámero, afinidad a metal inmovilizado y el carburo de silicio, para el análisis de proteínas intactas (transtiretina y α -sinucleína), digestos de proteínas y miRNAs en fluidos biológicos. También se ha investigado el potencial de la SPE-CE-MS con una nanoválvula para el análisis de péptidos en fluidos biológicos y se han comparado las ventajas e inconvenientes de esta configuración novedosa respecto a la SPE-CE-MS unidireccional.

Finalmente, se han investigado nuevas estrategias para el análisis rápido y eficiente de digestos de proteínas. La tripsina es la enzima proteolítica más comúnmente utilizada y la digestión se realiza habitualmente en disolución, requiriéndose largos tiempos de digestión. Con el objetivo de disminuir el volumen de muestra, su manipulación y el tiempo total de análisis, en esta tesis se ha desarrollado una metodología de análisis de proteínas empleando microrreactores empaquetados con partículas con tripsina inmovilizada en línea con la CE-MS (IMER-CE-MS).



Resumen 1ª Edición del Premio, convocatoria de 2021

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

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.

PREMIOS A SOCIOS

Premio de la Agencia Antidopaje de los Estados Unidos al Dr. Jordi Segura, socio de la SECyTA

El Dr. Jordi Segura ha recibido el sexto Premio Anual a la Excelencia en la Ciencia Antidopaje por parte de la Agencia Antidopaje Norteamericana (USADA) en su Simposio Científico Anual de 2022 celebrado entre el 30 de septiembre y el 3 de octubre de este mismo año en Colorado (Estados Unidos). Este premio se otorga a los investigadores que han contribuido al avance de la ciencia antidopaje a lo largo de su

carrera, y está abierto a cualquier científico/investigador académico que cumpla con los criterios de independencia y excelencia en su investigación, y que trabaje en laboratorios acreditados por la Agencia Mundial Antidopaje (AMA).

El Dr. Segura ha desarrollado una más que distinguida carrera de 37 años en el campo del control antidopaje, incluidos 30 años como director del laboratorio antidopaje de Barcelona, acreditado por la Agencia, y en la actualidad sigue siendo socio de la SECyTA.

¡Enhorabuena por este merecidísimo premio!



HOMENAJE A SOCIOS

José Carlos Díez Masa

El pasado 26 de octubre de 2022, durante la cena de gala de la XXI Reunión Científica de la SECyTA (50ª Reunión Científica del GCTA), celebrada en el restaurante La Jábega de Almería, tuvo lugar la entrega de la Medalla de Honor de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines al Dr. Díez Masa en reconocimiento a su brillante trayectoria profesional, a su contribución al desarrollo de las técnicas de separación en nuestro país y a su implicación en nuestra Sociedad.

Doctor en Químicas por la Universidad Complutense de Madrid, realizó su Tesis Doctoral sobre cromatografía de gases en el Instituto de Química Orgánica General del CSIC bajo la dirección del Dr. Dabrio Bañuls. Durante una estancia en el laboratorio de Prof. George Guiochon en la École Polytechnique de París se especializó en la determinación de parámetros químico-físicos por HPLC,

implementando esta técnica en España a su vuelta junto con el Dr. Dabrio. Realizó también una estancia en el laboratorio del Dr. Barry Karger en Northeastern University, en Boston, para adentrarse en el conocimiento de la entonces incipiente técnica de electroforesis capilar (CE), que a su regreso introdujo en España.

A lo largo de su dilatada carrera científica ha publicado numerosos trabajos en revistas de reconocido prestigio, ha colaborado con diversos grupos españoles e internacionales, ha dirigido numerosas tesis doctorales, trabajos de licenciatura, etc., incluso implementó un entorno regulado por normas de calidad en el laboratorio aplicado a diversas actividades, todo relacionado con las técnicas de separación. Además de esta dilatada carrera científica ha formado parte de la Junta de Gobierno del antiguo GCTA y de la SECyTA como vicepresidente y como Presidente.



NUEVOS SOCIOS (15 DICIEMBRE 2022)

2030

Carmona Molero, Rocío
Departamento de Química Analítica
Universidad de Granada
Avda. Fuente Nueva, s/n
18071 Granada

2031

Verdonck, Jelle
KU Leuven
ON5 Herestraat 49-box 952
3000 Leuven (Belgium)

2032

Rivas Velasco, Ana María
Nuestra Señora de la Salud, 1 5ºD
18014 Granada

2033

Rascón López, Andrés Jesús
Edificio Departamentos D-012
Campus Científico-Tecnológico de Linares
Universidad de Jaén
Avenida Universidad, s/n
23700 Linares (Jaén)

2034

París Reche, Agustín Manuel
Universidad de Almería
Carr. Sacramento, s/n
04120 La Cañada de San Urbano (Almería)

2037

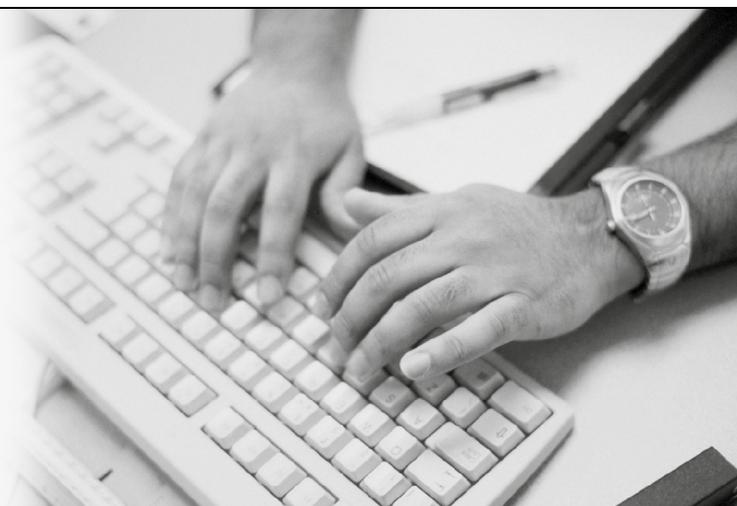
Romero González, Roberto
Departamento de Química y Física, CITE I
Universidad de Almería
Carr. Sacramento, s/n
04120 La Cañada de San Urbano (Almería)

2039

Guerra Martín, Irina
Carretera General de San Lorenzo, 332
35018 Las Palmas de Gran Canaria (Las Palmas)

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.*





NUEVO PROYECTO IUPAC: GREENNESS OF OFFICIAL STANDARD SAMPLE PREPARATION METHODS

El Proyecto IUPAC (Ref: 2021-015-2-500), aprobado en septiembre de 2021, cuenta con la participación de expertos internacionales entre los que se incluyen varios miembros de la SECyTA. El título del proyecto es "Sostenibilidad de los métodos estándar oficiales de preparación de muestra" (***Greenness of official standard sample preparation methods***).

Descripción

Las metodologías analíticas son esenciales para evaluar el impacto de las actividades químicas. Sin embargo, pueden tener un impacto negativo en el medio ambiente al emplear sustancias tóxicas o dañinas, lo que puede generar un volumen más o menos elevado de residuos que con frecuencia no se reciclan y/o no son biodegradables. Otro impacto indirecto derivado, inicialmente menos evidente, es el consumo de energía durante su aplicación. De entre las diferentes etapas del proceso analítico, la preparación de muestra es sin duda una de las más críticas, en el que las muestras se acondicionan a los requerimientos de la instrumentación analítica que se va a utilizar, se eliminan posibles sustancias interferentes, y/o se logra concentrar los compuestos de interés. Además, se debe señalar que se trata de la etapa del proceso analítico que puede presentar un mayor impacto sobre la salud, seguridad y el medio ambiente. Aunque la investigación en el ámbito de la preparación de muestra con fines a que sea más sostenible ha tenido, y está teniendo, un desarrollo extraordinario, no ha sido hasta la fecha lo suficientemente eficaz como para que sus avances sean asumidos por las asociaciones internacionales de normalización. En consecuencia, los métodos analíticos oficiales siguen basándose en procedimientos de preparación de muestra poco respetuosos con el medio ambiente, que no se ajustan a las tendencias actuales. Por otra parte, los laboratorios privados e industriales consideran que los métodos de preparación de muestras sostenibles o más respetuosos con el medio ambiente suponen un esfuerzo adicional y no consideran que se trate de una oportunidad para una gestión eficaz y una práctica eficiente, rentable y socialmente responsable.

Como primer paso para abordar este problema, este proyecto creará un inventario de métodos estándar oficiales de preparación de muestra (por ejemplo,

ISO, CEN, US EPA, AOAC, IFRA, ASTM y Pharmacopoeia) que se utilizan actualmente para la determinación de sustancias químicas legisladas en muestras medioambientales, agrícolas, alimentarias y en medicamentos. Se desarrollará una nueva herramienta para evaluar el "greenness" de la preparación de muestra y se aplicará a los métodos estándar. A partir de los resultados, se propondrán alternativas que ofrezcan un rendimiento analítico similar o superior al del método oficial. Para maximizar los beneficios, el impacto y la difusión de los resultados del proyecto, los miembros del grupo de trabajo pertenecen al mundo académico (universidades), a la IUPAC-División de Química Analítica, a la EuChemS-División de Química Analítica, a empresas privadas y a organismos nacionales de normalización. El objetivo es proporcionar, proponer y promover la aplicación de métodos analíticos inocuos para el medio ambiente como alternativa más adecuada para minimizar, o incluso evitar la contaminación.

Se espera que el impacto de este proyecto sea destacable, ya que la sostenibilidad de los métodos analíticos es una de las responsabilidades sociales de los químicos analíticos, y, además, los objetivos de este proyecto están en consonancia con los Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS) de la Agenda 2030 para el Desarrollo Sostenible.

Objetivos

1. Evaluar el estado actual de la sostenibilidad de los métodos de preparación de muestra utilizados en los métodos estándar oficiales.
2. Proporcionar herramientas métricas para evaluar la sostenibilidad de los métodos de preparación de muestra.
3. Proponer eventos y publicaciones para el debate actualizado relacionado con los métodos estándar oficiales en función de su grado de sostenibilidad.
4. Desarrollar una hoja de ruta para métodos analíticos alternativos más ecológicos, haciendo hincapié en la preparación de muestra.
5. Contribuir a la creación permanente de una red de especialistas, así como de representantes e instituciones interesadas en este tema,

para promover una comprensión común del grado de sostenibilidad.

- Vincular a las universidades, las industrias y los sectores gubernamentales y no gubernamentales para abordar mejor los temas y contenidos relevantes en el tema.

Los resultados del proyecto se pueden consultar en su página web: <https://iupac.org/project/2021-015-2-500/>

Miembros del proyecto

Líderes

- **Zoltán Mester** (Consejo Nacional de Investigación de Canadá-Instituto de Normas Nacionales, Canadá; Zoltan.Mester@nrc-cnrc.gc.ca)
- **Elefteria Psillakis** (Universidad Técnica de Creta, Grecia; elia@enveng.tuc.gr)
- **Marcela Segundo** (Universidad de Porto, Portugal; msegundo@ff.up.pt)

Líderes de los grupos de trabajo

- **Grupo de trabajo 1 - Muestras medioambientales: Alberto Chisvert** (Universidad de Valencia, España; alberto.chisvert@uv.es)
- **Grupo de trabajo 2 – Muestras alimentarias. Cecilia Cagliero** (Universidad de Turín, Italia; cecilia.cagliero@unito.it)
- **Grupo de trabajo 3 – Compuestos inorgánicos. Elefteria Psillakis** (Universidad Técnica de Creta, Grecia; elia@enveng.tuc.gr)
- **Grupo de trabajo 4 – Muestras biológicas. Sibel A. Ozkan** (Universidad de Ankara, Turquía; ozkan@pharmacy.ankara.edu.tr)

Miembros de los grupos de trabajo

- **Fabio Augusto** (Universidad Estadual de Campinas, Brasil; faugusto@unicamp.br)
- **Miguel Ángel Aguirre Pastor** (Universidad de Alicante, España; aguirre.pastor@ua.es)
- **Juan L. Benedé** (Universidad de Valencia, España; juan.l.benede@uv.es)
- **Carlo Bicchi** (Universidad de Turín, Italia; carlo.bicchi@unito.it)
- **María Celeiro** (Universidad de Santiago de Compostela, España; maria.celeiro.montero@usc.es)
- **Frank David** (Grupo RIC, Bélgica; frank.david@ric-group.com)
- **Zhi-Yuan Gu** (Universidad Nanjing Normal, China; guzhiyuan@njnu.edu.cn)
- **Mehmet Gumustas** (Universidad de Ankara, Turquía; mgumustas@hotmail.com)
- **Fragoulis D. Krokos** (Organización Helénica de Normalización, Sistema Nacional de Infraestructura de Calidad, Grecia; fdk@elot.gr)
- **María Llompарт** (Universidad de Santiago de Compostela, España; maria.llompарт@usc.es)
- **Emirhan Nemitlu** (Universidad de Hacettepe, Turquía; enemutlu@hacettepe.edu.tr)
- **Gangfeng Ouyang** (Universidad Sun Yat-sen, China; cesoygf@mail.sysu.edu.cn)
- **Stig Pedersen-Bjergaard** (Universidad de Oslo, Noruega; stig.pedersen-bjergaard@farmasi.uio.no)
- **Francisco Pena-Pereira** (Universidad de Vigo, España; fjpna@uvigo.es)
- **Christophe Pérès** (The Green Analytical Project, Francia; christophe.peres@thegreenanalyticalproject.org)
- **Marek Tobiszewski** (Universidad Tecnológica de Gdańsk, Polonia; marek.tobiszewski@pg.edu.pl)

CONGRESOS CELEBRADOS

X International Congress On Analytical Nanoscience & Nanotechnology

The X International Congress on Analytical Nanoscience & Nanotechnology (NyNA) is held every two years in different Spanish cities. NyNA is closely related to Prof Miguel Valcárcel research group who organized the first workshop in Córdoba, Spain. This year the X NyNA was celebrated in Ciudad Real, Spain, from 5th to 8th of September of 2022. This meeting was organized by the Analytical Nanogroup, Real Sociedad Española de Química, Universidad de Castilla-La Mancha, and Grupo de Ciencia y Tecnologías (Bio)Analíticas with the collaboration of Facultad de Ciencias y Tecnologías Químicas. It was chaired by Dr. Ángel Ríos and co-chaired by Dr. Rosa C. Rodríguez.

The main goal of this congress was to favor the exchange of ideas and knowledge on the fields of the Analytical Chemistry related to the use of nanomaterials for sample preparation, analytical nanometrology, nano(bio)sensors, development of analytical strategies based on nanomaterials, nanotechnological applications, miniaturized nanosystems and identification, determination, and characterization of nanomaterials.

The conference was held for four days, divided into five different sessions and it was organized into 11 plenary lectures, 5 keynotes, 19 oral communications, and 21 flash poster speeches. Furthermore, 5 poster sessions with a total of 87 posters were held during the coffee sessions. The presented posters deal with the main goals of the meeting, as, the development of (bio)sensors based on different nanomaterials for the determination of compounds with interest in the medicinal or environmental field, or the characterization or detection of nanomaterials by different techniques such as single particle inductively coupled plasma mass spectrometry or graphite furnace atomic absorption spectrometry.

The meeting started on Monday 5th with the opening ceremony presided by the Rector of Universidad de Castilla La Mancha, and a plenary lecture given by Prof Mamantos I. Prodromidis from University of Ioannina, Greece, about the formation of nanoparticles by spark discharge. A plenary lecture and a keynote given by Prof Encarnación Lorenzo and Pilar Campins, respectively, started the Session 1 *Nano(bio)*

sensors of the congress. Later, the participants could enjoy a welcome party.

On Tuesday 6th, the second session of *Nano(bio)sensors* took place between 9 a.m. and 19 p.m. During this day, the presentations were divided according to their topic into three sessions. A total of 10 oral communications about Nano(bio)sensors (Session 1), Analytical nanometrology (Session 2) and Synthesis, detection, characterization, and quantification of nanomaterials (Session 3), were presented by PhD, postdoctoral students, and full professors. Each session started with a plenary lecture. Session 2 was sponsored by Agilent Technologies, and a tribute session in memory of Prof Valcárcel, Prof. Castillo and Prof Moreno-Bondi was chaired by Ángel Ríos, Francisco Laborda and Elena Benito. In this tribute session, their scientific achievements and career were presented by close friends. Also, during this day a total of 5 flash poster speeches were presented. Poster sessions 1 and 2 were carried out during the coffee break after the lunch. During this poster sessions and coffee breaks, an exchange of ideas and interesting discussions were established between the different attendances. In the evening, a Town Hall Reception was celebrated in Museo López Villaseñor and the participant could enjoy the typical Spanish food.

On Wednesday 7th, the meeting start with the continuation of the Session 3 about *Synthesis, detection, characterization, quantification of nanomaterials* with the plenary lecture presented by Dr Susana Campuzano about "(Nano)bioelectroanalytical tools to accelerate the arrival of futuristic personalized medicine". An oral communication and 4 flash poster speeches were presented during this session. Session 4 (*Miniaturized Nanosystems and Nanotechnological applications*) started with a plenary lecture and Poster Sessions 3 and 4. After lunch, a plenary lecture, flash poster speeches and Poster session 5 about *Applied analytical strategies involving nanomaterials* (Session 5) were carried out. When the session was finished, the participants enjoyed a nice tour in Almagro, and they can visit The Corral de Comedias and enjoyed a typical theatrical performance of the Spanish Golden Age. The Gala Dinner was held in Almagro in "Res-

taurante El Corregidor" a restaurant that offers good traditional Manchego food.

The last day of the congress (Thursday 8th) started with the plenary lecture of Prof Francesco Cubadda about the *Analytical challenges in assessing the safety of applications of nanotechnology in food and nutrition*. This plenary lecture was followed by different oral communications and flash poster speeches about the application of strategies based on nanomaterials. After the coffee break, the last plenary lecture, oral communications, and flash poster speech were presented. Prof Wolfgang Parak from University of Hamburg gave the closing plenary lecture entitled *Entry and exit of nanoparticle into/out of cells and its de-*

tection. Finally, the closing ceremony was chaired by Ángel Rios and during this session the Oral Communication and Posters awards by *Microchimica Acta Journal, Analytical and Bioanalytical Chemistry Journal* and Micrux Company were announced and the participants were invited to attend the XI International Congress on Analytical Nanoscience & Nanotechnology that will be held in Santiago de Compostela, Spain, in 2024.

LUCÍA ABAD GIL

*Grupo de Sensores y especiación metálica
Departamento de Química Analítica
y Análisis Instrumental
Universidad Autónoma de Madrid*

36th European Peptide Symposium (EPS) & 12th International Peptide Symposium (IPS)

Postponed two years due to the COVID-19 pandemic, the 36th edition of the European Peptide Symposium (EPS) took place in Sitges (Spain), from August 28th to September 2nd 2022. Since its first edition in 1958, the EPS which is the main activity organized by the European Peptide Society, has been celebrated biennially, attracting numerous scientists from all over the world. "From Peptides to the World" was the theme of the 2022 EPS, and covered a wide range of topics, from peptide structure and synthesis to bioactive and therapeutic peptides, or even peptide nanotechnology and delivery. The 36th EPS edition is the first presidential meeting of the peptide community after COVID-19 pandemic. Prof. Meritxell Teixidó had the honor to be the Chair of the event. In addition to the oral communications, the symposium included poster sessions, coffee breaks and commercial exhibitions.

The meeting was scheduled for five days, starting on Sunday 28th and finishing on Friday 2nd. After the Opening Ceremony on Sunday, the Leonidas Zervas Award and the Josep Rudinger Memorial Award, supported by the European Peptide Society, were given to Prof. Giles Subra and Prof. Ali Tavassoli and to Prof. Herbert Waldmann, respectively, for their outstanding contributions to the peptide field. The awardees had the opportunity to present their interesting work in one hour lectures.

On Monday 29th, the first two sessions of the meeting were focused on synthetic chemistry of peptides, amino acids, and proteins. During these sessions, Dr. Rosario González Muñoz and Dr. Helma Wennemers, as invited speakers, talked about amino acid-derived- β -lactams and synthetic collagen peptides, respectively. After lunch, the conference re-started with a peptide-sugar, -lipid, -nucleic acid and -drug conjugates session. These talks were focused on new tools for the discovery of antibiotics, as well as on tools for the diagnosis and treatment of different diseases. After that, poster session took place in a pleasant atmosphere, with cheese and wine for attendees to taste. Poster session provided a great opportunity for scientist to discuss the outcomes in the peptide world, and for networking. Session four on structural and conformational studies of peptides was the last of the day.

The first session on Tuesday 30th took the public directly into emerging peptide-based technologies. Among the communications, the one given by Prof. Christian Heinis, from the laboratory of therapeutic proteins and peptides (Switzerland), was remarkable. He talked about the development of therapeutics based on peptide macrocycles using novel biological and chemical tools. After the coffee break, it was the turn for peptide therapeutics and clinical applications, including a talk on the SARS coronavirus pep-

INFORMACIONES

tide-based therapy, by Dr. Yoshio Hayashi. In the afternoon, two mini symposiums took place in which young researchers had the opportunity to present their work. A variety of topics were treated and Kathrin Lang was awarded with the Miklós Bodanszky Award.

Several leisure activities were scheduled on Wednesday morning for conference attendees to enjoy the wonderful views of Sitges. Activities included a vineyard visit and wine tasting, the Palau Maricel visit, a walking tour, and even a football match. There was also a roundtable on scale-up and production of peptides. After the lunch, Prof. Hiroaki Suga, from the University of Tokio, gave a talk entitled *The RaPID system for pseudo-natural products*. There were also two other invited communications. The second poster session, with ham and wine tasting, was also carried out in the afternoon.

Industry played a leading role on Thursday morning session. This session was an excellent opportunity to know in depth the work developed by the companies, and to look for future collaborations and projects. Companies, mostly dedicated to the synthesis of peptides and the development of therapeutic pep-

tides, were from United States, Germany, and France. The rest of the sessions of the day were focused on bioactive peptides (antimicrobial, cancer, metabolism, neuropeptides, vaccines, etc.). In the night, the dinner of the event took place at the Melià Sitges hotel, with typical Spanish food for the guests to taste.

On Friday 2nd the last two sessions took place, with ten communications on peptide prodrugs, targeting, delivery and uptake, and peptide materials and catalysts for the nanobiosciences.

The ceremony was closed by Meritxell Teixidó. The 36th EPS included a total of 77 oral presentations, including awardees and invited speakers, more than 450 posters, and the presence of important commercial exhibitors. It was a very grateful experience for me, and it gave me the opportunity to know a little bit more of peptides, a field yet to explore. I invite you to enjoy the next EPS, that will take place in August 2024 in Florence (Italy).

MIRIAM GUZMÁN LORITE

*Dept. of Analytical Chemistry, Physical Chemistry, and Chemical Engineering
University of Alcalá*

CALENDARIO DE ACTIVIDADES

1. **SETAC Europe: 33rd Annual Meeting**
30 de abril-4 de mayo de 2023. Dublín (Irlanda)
Chairs: **I. Lynch y S. Loureiro**
<https://europe2022.setac.org/>
2. **MSB 2023: 39th International Symposium on Microscale Separations and Bioanalysis**
21-24 de mayo de 2023. Tallahassee (Florida, EE.UU.)
Chairs: **M. Ropper, R. Pontano y J. Edwards.**
<https://msb-conferences.org/>
3. **7th Green & Sustainable Chemistry Conference**
22-24 de mayo de 2023. Dresde (Alemania).
Chair: **Klaus Kümmerer.**
<https://www.elsevier.com/events/conferences/green-and-sustainable-chemistry-conference>
4. **20th International GCxGC Symposium 2023**
28 de mayo-1 de junio. Canmore (Alberta, Canadá)
Chair: **J. Harynuk**
<https://www.gcxgc-symposium.com/home>
5. **51st International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques**
18-23 de junio de 2023. Düsseldorf (Alemania)
Chairs: **M. Lämmerhofer y O. J. Schmitz**
<https://www.hplc2023-duesseldorf.com/>
6. **ILSEPT 2023: 5th International Conference on Ionic Liquids in Separation and Purification Technology**
27-30 de 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>
7. **PBA2023: 33rd International Symposium on Pharmaceutical and Biomedical Analysis**
2-6 de julio de 2023. Ankara (Turquía)
Chair: **S.A. Ozkan**
<https://pba2023.com/>
8. **Euroanalysis XXI**
27-31 de agosto. Ginebra (Suiza)
Chairs: **E. Bakker, M. Suter, F. Kalman y B. Hattendorf**
europeananalysis2023.ch/
9. **DIOXIN 2023: 43rd edition of the International Symposium on Halogenated Persistent Organic Pollutants**
10-14 de septiembre de 2023. Lieja (Bélgica)
Chair: **J.-F. Focant**
www.dioxin2023.org
10. **μTAS 2023: 27th International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences**
15-19 de octubre de 2023. Katowice (Polonia)
Chairs: **Z. Brzózka y E. Jastrzębska**
<https://www.microtas2023.org/>
11. **XXII Reunión Científica de la SECyTA**
16-18 de octubre de 2023. Palma de Mallorca (Islas Baleares)
Chairs: **M. Miró y J.O. Grimalt**
12. **42nd International Symposium and Exhibition on the Purification of Proteins, Peptides and Polynucleotides (ISPPP)**
5-8 de noviembre de 2023. Viena (Austria)
Chair: **N. Lingg**
<https://www.isppp.net/>

NUEVAS TESIS DOCTORALES



“Valorización de residuos agroindustriales mediante nuevos procesos sostenibles para la obtención de antioxidantes naturales”

Autor: **Raquel Cañadas Soler**

Directores: María González Miquel y Emilio José González Gómez

Grupo de investigación: Dpto. Ingeniería Química Industrial y del Medio Ambiente, ETSI Industriales, Universidad Politécnica de Madrid

12 de septiembre de 2022

Resumen:

El objetivo de esta Tesis Doctoral ha sido el desarrollo de nuevas tecnologías de valorización de residuos agroindustriales mediante el empleo de disolventes más sostenibles que respalden los principios de la Química Verde. El estudio se centró en efluentes derivados de la producción de productos altamente demandados como el vino o la vainilla. Estas matrices son una fuente extraordinaria de compuestos antioxidantes naturales, como los compuestos fenólicos, que presentan múltiples beneficios para la salud, y por ello, son altamente demandados. Para su recuperación, se ha evaluado el uso de disolventes eutécticos (basados en sales de amonio, mentol y ácidos grasos) y biodisolventes (2-metiltetrahidrofurano, ciclopentil metil éter y limoneno) como prometedores agentes de extracción más respetuosos con el medio ambiente.

Se optimizaron los métodos de extracción líquido-líquido y se desarrollaron y pusieron a punto métodos espectrofotométricos y cromatográficos (HPLC) para la cuantificación de los compuestos de interés extraídos. Además, se estudió el efecto de las estructuras de los compuestos implicados en los procesos de extracción. Los disolventes evaluados proporcionaron eficiencias de recuperación de los compuestos de interés del orden del 80-100 %, igualando o superando a los disolventes orgánicos de referencia. El trabajo se completó con la recuperación de los compuestos extraídos como fracción sólida, y con el reciclaje y reutilización de los disolventes.

Los resultados multidisciplinares descritos proporcionan información útil y valiosa para desarrollar procesos sostenibles de valorización de efluentes agroalimentarios. Con ello, se contribuye a fomentar la bioeconomía circular y la consecución de los Objetivos de Desarrollo Sostenible.



“Determination of drugs of abuse in urine and oral fluid samples”

Autor: **Sergi Pascual Caro**

Directoras: Carme Aguilar Anguera y Marta Calull Blanch

Grupo de investigación “Cromatografía. Aplicaciones medioambientales (CROMA)”, Departamento de Química Analítica i Química Orgánica, Facultad de Química, Campus Sescelades, Universitat Rovira i Virgili.

8 de julio de 2022

Resumen:

Desde hace años las drogas de abuso están presentes en nuestras vidas, siendo las anfetaminas, la cocaína, los opioides y el cannabis algunas de las drogas más ampliamente consumidas por la población. En los últimos tiempos, nuevas sustancias psicoactivas han emergido con fuerza como alternativas a estas drogas clásicas para evitar ser controladas por la legislación. Por ello, desde el mundo científico, se hace necesario el desarrollo de métodos sensibles capaces de determinar estas drogas en diversas muestras como muestras ambientales, biológicas o muestras procedentes de incautaciones. En particular, con la finalidad de poder determinar estas sustancias en matrices biológicas como orina, saliva, sangre o cabello, las tendencias en el análisis toxicológico y forense se han centrado en la obtención de métodos robustos y rápidos capaces de determinar distintos tipos de drogas, así como sus metabolitos a bajos niveles de concentración.

La Tesis Doctoral se centra en el desarrollo y aplicación de nuevas metodologías para determinar diferentes familias de drogas, así como algunos de sus metabolitos en muestras de orina y saliva mediante las técnicas de cromatografía de líquidos (LC) y electroforesis capilar (CE). El uso de esta última técnica adquiere relevancia en la determinación de los enantiómeros de algunas drogas, debido a que muchas de estas sustancias son quirales y pueden tener dos formas enantioméricas con diferentes propiedades farmacocinéticas y farmacológicas. En ese sentido, el uso de la CE ha permitido obtener la enantioseparación de manera mucho más sencilla que la LC mediante el simple uso de un selector quiral. Los distintos métodos desarrollados con las dos técnicas se han acoplado a la espectrometría de masas (MS), permitiendo alcanzar una elevada sensibilidad y selectividad. Sin embargo, debido a las bajas concentraciones a las que estos compuestos se pueden encontrar en muestras biológicas, y que a menudo existen algunos compuestos que pueden interferir con los analitos de interés, el uso de diversas técnicas de pretratamiento de muestra como la extracción en fase sólida (SPE) es una práctica habitual. Cabe destacar que, con el propósito de miniaturizar el proceso de pretratamiento para obtener estrategias más sostenibles, se han desarrollado métodos usando estrategias basadas en la microextracción en punta de pipeta (PT-SPE). En el caso de la saliva, se ha desarrollado un método que permite llevar a cabo el pretratamiento en el mismo colector de muestra y usando bajos volúmenes de disolventes orgánicos, consiguiendo así una estrategia rápida, sencilla y amigable con el medio ambiente.

Las metodologías desarrolladas han permitido la determinación de drogas de abuso en muestras de orina de pacientes que iniciaban un tratamiento de desintoxicación. Concretamente, se han analizado 22 muestras de orina de mujeres en el inicio de su ingreso en el centro de desintoxicación de la organización CECAS (Centre Català de Solidaritat) mediante los métodos basados en SPE y PT-SPE en combinación con LC-MS/MS. En particular, en el 90% de las muestras analizadas, se determinó al menos una droga y se observó que las drogas más consumidas por estas pacientes eran las clásicas. Concretamente, la cocaína fue la sustancia más detectada, en algunos casos se determinó a través de su metabolito principal (benzoilecgonina). También cabe destacar que en la mayoría de mujeres se produjo un policonsumo, siendo distintas drogas del grupo de las benzodiazepinas como el diazepam o el lorazepam, las que se hallaron en combinación con la cocaína.

ARTÍCULOS DE INTERÉS

Métodos de derivatización y análisis para la caracterización de carbohidratos por cromatografía de gases

La cromatografía de gases (GC) es una de las técnicas más empleadas en Química Analítica para el análisis de carbohidratos por sus numerosas ventajas tales como, elevada sensibilidad de los detectores más empleados, alta resolución, fácil manejo, etc. Sin embargo, la baja volatilidad y estabilidad térmica de los carbohidratos hacen imprescindible un paso previo de derivatización, limitándose el empleo de esta técnica principalmente a carbohidratos de bajo peso molecular, generalmente de hasta grado de polimerización tres. Sin embargo, la gran versatilidad de la GC hace posible también el análisis de carbohidratos de alto peso molecular como polisacáridos, aunque se requiere un proceso de hidrólisis, ácida o enzimática, al que hay que someter al polisacárido para la liberación de monosacáridos y oligosacáridos de bajo grado de polimerización.

La siguiente revisión se centra en tres metodologías distintas para la derivatización y cuantificación de distintos carbohidratos y derivados, haciendo especial referencia a los ácidos urónicos, por su mayor dificultad de derivatización debido a su estructura más compleja y estable. Estos compuestos a pesar de su escasa presencia en estado libre en la naturaleza, son parte esencial de polisacáridos, como las pectinas y hemicelulosas, constituyentes de las paredes de las células vegetales, y que presentan gran variabilidad y complejidad.

Aunque el análisis de los carbohidratos por GC se viene realizando desde los años 60, en la actualidad se sigue prestando gran atención a este tema, desarrollándose nuevos métodos de derivatización y análisis de los datos. En los tres trabajos seleccionados se analizan simultáneamente azúcares neutros y ácidos urónicos. La selección de uno u otro método dependerá de la finalidad que se persiga en para cada análisis.

“Improvement of simultaneous determination of neutral monosaccharides and uronic acids by gas chromatography”

Wang, X., Zhang, L., Wu, J., Xu, W., Wang, X., & Lü, X. (2017). *Food Chemistry*, 220, 198-207.

Jacob Lehrfeld describió por primera vez en 1987 un proceso de derivatización simultánea de aldosas y áci-

dos urónicos mediante la conversión en sus correspondientes acetatos de alditol y *N*-acetatos de propilaldonamida que se pueden separar y detectar por GC. En este proceso de derivatización se elimina el centro anomérico de las aldosas, permitiendo su elución como un solo pico cromatográfico, lo que facilita su análisis. Sin embargo, la falta de información detallada sobre el procedimiento, así como de las condiciones óptimas de derivatización pueden causar el fracaso del análisis. Por ello, el objetivo del presente trabajo fue la optimización y validación de las etapas clave de la derivatización [tiempo de lactonización y la cantidad de agentes derivatizantes (*n*-propilamina y anhídrido acético)] y análisis que permitieran la cuantificación conjunta de aldosas y ácidos urónicos procedentes de distintos polisacáridos mediante GC con detector de ionización de llama (FID). Asimismo, los autores evaluaron la estabilidad de los derivados formados.

El proceso de preparación y tratamiento de muestra puede dividirse en 3 etapas. 1) Hidrólisis de los polisacáridos presentes empleando ácido trifluoroacético (TFA) a 120 °C durante 3 h. 2) Hidrólisis de las lactonas de ácidos urónicos y posterior reducción de los grupos aldehídos de los monosacáridos liberados. 3) Formación de los acetatos de alditol y de *N*-propilaldonamida

Tras la optimización del método de derivatización (tiempo de lactonización 4 h, volumen de *n*-propilamina 0,5 mL y anhídrido acético 2 mL) y análisis por GC-FID de 7 monosacáridos neutros y 2 ácidos urónicos, los autores llevaron a cabo su validación. El método desarrollado demostró poseer una excelente linealidad ($R^2 > 0,9982$; rango 0,025-4 mg/mL), reproducibilidad y repetibilidad (RSD < 4,27%) y exactitud (recuperación entre el 98,3 y 101,8%, RSD < 3,5%) y una satisfactoria sensibilidad (límites de detección entre 0,27 y 1,65 µg/mL). La estabilidad de los derivados a -20°C durante 20 días quedó también demostrada.

El método desarrollado fue aplicado al análisis de monosacáridos (aldosas) y ácidos urónicos procedentes de distinta naturaleza, obteniéndose una buena separación en estas mezclas complejas y confirmán-

dose la gran utilidad del método para la separación y detección simultánea de dichos compuestos. Sin embargo, aunque este método puede emplearse para el análisis de numerosos monosacáridos, la principal desventaja que presenta esta metodología es que no puede ser empleada para el análisis de cetosas, aminoazúcares y otros monosacáridos especiales como gulosa, talosa, etc. Durante la etapa de reducción de una cetosa se produce una mezcla de dos alditoles (por ejemplo, la fructosa da lugar a manitol y glucitol) que también pueden ser producidos por otros azúcares (ej. a partir de manosa y de glucosa, respectivamente). Además, el proceso de derivatización es largo y complejo y se pueden formar metabolitos secundarios, que requieren, normalmente, ser eliminados del medio.

“Effect of oximation reagents on gas chromatographic separation of eight different kinds of mono- and di-saccharides”

Islam, M. A., Lee, J., & Yoo, S. H. (2022). *Food Chemistry*, 386, 132797.

El objetivo de este trabajo fue estudiar el efecto de distintos derivados en el análisis conjunto de mono- y disacáridos mediante GC-FID. La formación de trimetilsilil-derivados (TMS) es la vía más común de derivatización para el análisis de carbohidratos. Sin embargo, los cromatogramas obtenidos resultan complejos ya que los azúcares reductores producen hasta 5 derivados isoméricos diferentes. La oximación es un proceso rápido, en el que se forman únicamente dos compuestos correspondientes a las formas isoméricas *E* (syn) y *Z* (anti) de cada carbohidrato reductor, simplificando el cromatograma obtenido. Así, en este trabajo se evaluaron tres reactivos de oximación y posterior sililación para el análisis de mono- y disacáridos.

Los agentes de oximación tienen como fórmula general $\text{NH}_2\text{OR}'\cdot\text{HCl}$. En el proceso de oximación, la naturaleza del radical acompañante de la hidroxilamina (R') afecta a la separación cromatográfica de los carbohidratos. Así se evaluaron distintos reactivos en los que el grupo R' fue: clorhidrato de hidroxilamina (R' : H), clorhidrato de *O*-etilhidroxilamina (R' : $\text{H-C}_2\text{H}_4$) y clorhidrato de *O*-bencilhidroxilamina (R' : $\text{H-C}_7\text{H}_6$). Para la evaluación de estos reactivos oximantes, se empleó una mezcla de patrones constituida por 5 monosacáridos (xilosa, arabinosa, fructosa, galactosa y glucosa) y 3 disacáridos (sacarosa, lactosa y maltosa). Posteriormente, se derivatizaron con hexametildisilazano (HMDS) y TFA y se analizaron en dos columnas

de GC [100% metilsilicona (DB-1ms) y 5% fenil metilsilicona (HP-5)]. Para la evaluación de los agentes oximantes se calculó la resolución (R_s) entre los picos cromatográficos más próximos.

En general, la oximación de los carbohidratos con *O*-etilhidroxilamina permitió la separación de todos los mono y disacáridos en ambas columnas ($R_s > 1,42$), mientras que los cromatogramas obtenidos para los carbohidratos derivatizados con hidroxilamina y la *O*-bencilhidroxilamina revelaron escasa o nula separación entre xilosa y arabinosa (R_s 0-1,26). Los mejores resultados se obtuvieron con la columna DB-1ms, validándose posteriormente el método analítico. Así, se consiguió buena linealidad (superior a 0,9990), repetibilidad ($\text{RSD} \leq 3,3\%$), reproducibilidad ($\text{RSD} \leq 7,5\%$) y límite de cuantificación ($\text{LOQ} < 0,061$ mg/100 g). Finalmente, el método resultó exitoso para la separación y análisis de carbohidratos en cuatro matrices alimentarias de distinta naturaleza: café, zumo de frutas, pasta de soja y salsa de ostras.

“A Modified GC-MS Analytical Procedure for Separation and Detection of Multiple Classes of Carbohydrates”

Yong-Gang Xia, Hui-Min Sun, Tian-Long Wang, Jun Liang, Bing-You Yang and Hai-Xue Kuang. (2018). *Molecules*, 23(6).

En este trabajo se optimizó un método de derivatización basado en el empleo de trimetilsilil-ditioacetal (TMSDs) para el análisis simultáneo por GC-MS de 13 carbohidratos entre los que se incluyen: aldosas, ácidos urónicos, cetosas y amino azúcares.

La optimización del método se llevó a cabo en dos etapas. En primer lugar, se abordó el estudio del efecto del tiempo en la reacción de mercaptalación de monosacáridos empleando una mezcla de etanotiol y TFA (2:1, v/v), siendo 10 min el tiempo óptimo, y posteriormente se evaluó la reacción de trimetilsililación de los monosacáridos-mercaptalados para formar TMSDs derivados. Para esta última etapa las condiciones óptimas fueron una relación de HMDS y trimetilclorosilano de 68:22 (v/v), 30 min y 70 °C. Con la adición de una etapa de extracción líquido – líquido con cloroformo se consiguió no solo una mayor sensibilidad en la detección de amino azúcares, sino también la disminución de los subproductos de la reacción.

El método optimizado permitió obtener un solo pico para cada azúcar derivatizado, así como alta re-

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

solución, excelente linealidad (R^2 0,9920 – 0.9975) y adecuada sensibilidad (LOD 0,6 – 2,7 $\mu\text{g/mL}$ y LOQ 4,0 – 13,3 $\mu\text{g/mL}$) y repetibilidad. Se evaluó también la estabilidad de los derivados durante 24 h, obteniéndose excelentes resultados ($\text{RSD} < 2,02\%$).

El método fue aplicado a muestras reales como un extracto acuoso de *Anemarrhena asphodeloides* y un hidrolizado obtenido mediante hidrólisis ácida de *Glossy ganoderma*. La aplicación del método optimizado en el extracto de *A. asphodeloides* permitió determinar como carbohidratos mayoritarios (ratios molares) glucosa (50,23) y fructosa (46,12). Por otro lado, el extracto hidrolizado de *G. ganoderma* presentó en mayor proporción fructosa (7,30), glucosa

(44,78), manosa (8,08) y galactosa (30,02), seguidos de numerosos azúcares en menor cantidad.

Por tanto, el método desarrollado demostró ser de utilidad para el análisis de carbohidratos presentes en mezclas complejas, no solo para aldosas y ácidos urónicos, sino también para cetosas y amino azúcares.

PAULA LÓPEZ REVENGA

Grupo de Química y Funcionalidad de Carbohidratos y Derivados, Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CIAL) (CSIC-UAM), Nicolas Cabrera, 9. Campus de la Universidad Autónoma de Madrid, 28049 Madrid, Spain.



EMPRESAS colaboradoras

PROTECTORAS

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

ASOCIADAS

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



Agilent

Trusted Answers

DEVELOPMENT AND VALIDATION OF A QUANTITATIVE METHOD FOR MULTIRESIDUE PESTICIDES IN FOOD MATRICES USING THE AGILENT 6475 LC/TQ SYSTEM

Linfeng Wu¹, Aimei Zou²

¹Agilent Technologies, Santa Clara, CA; ²Agilent Technologies, Singapoie, Singapoie

Introduction

Pesticide residues remaining in or on commodities raise concerns for food safety and environmental impact. Regulatory agencies have published policy statements to guide agricultural organizations on the proper use of pesticides and established Maximum Residue Limits (MRLs) of pesticides in various food matrices. Thus, there are widely demands for highly sensitive and robust platform for the quantification of pesticide residues analysis.

A new triple quadrupole LC/MS system, 6475 LC/TQ, which contains improvements on several aspects (Figure 1):

- Scheduled autotune and early maintenance feedback
- Enhanced software for method optimization
- Intelligent reflex –new feature which enables reflexive reinjection logic
- Supporting Title 21 CFR Part 11 and Annex 11 compliance

An LC-MS/MS screening method for the quantification of 497 pesticides in food matrices was developed using the 1290 Infinity II Bio LC system coupled to 6475 LC/TQ. The LC/MS parameters were optimized with the new intelligent software to expand targeted pesticide list and optimize ion source. This method was validated

in three food matrices, including wheat, olive oil and black tea. Results show excellent sensitivity, precision, accuracy and robustness on this new LC/TQ system.

Experimental

Standards and sample preparation

All Pesticide standards were purchased from Agilent or AccuStandard. Organic wheat, olive oil and black tea were purchased from local grocery store.

Food extracts were prepared following QuEChERS-EN methods. A pesticide mix comprising 497 pesticide standards was prepared and spiked into solvent and food extracts to make matrix-matched standard curves with concentration ranging from 0.1 to 50 µg/L. After considering dilution factor during sample preparation, this concentration levels matches to 0.5 to 250 µg/kg for wheat and black tea, and 0.2 to 100 µg/kg for olive oil.

LC/MS analysis

All the samples were analyzed with a dynamic MRM (dMRM)-based LC-MS/MS method using MassHunter-Workstation for LC/TQ 12.0 (Table 1 & 2).

Instrumentation

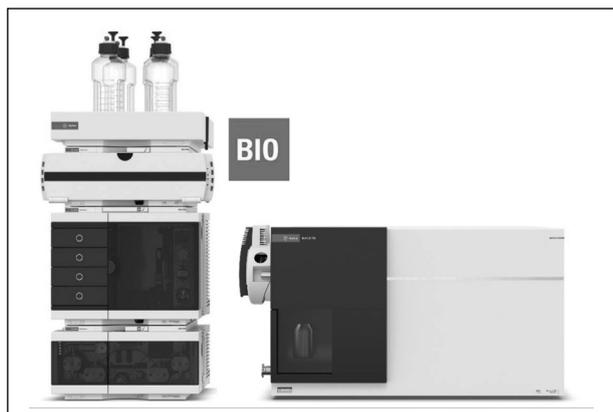
- 1290 Bio High-Speed Pump (G7132A)
- 1290 Bio Multisamplerwith Cooler (G7137A)
- 1290 Multicolumn Thermostat (G7116B)
- 6475 Triple Quadrupole LC/MS (G6475A) with AJS source

Table 1. 1290 Infinity II Bio LC Method

Column	Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18, 2.1 × 150 mm, 1.8 µm (p/n 959759-902)	
Sampler temp.	4 °C	
Mobile phase	A) 5nM ammonium formate + 0.1 % formic acid in water B) 5 mM ammonium formate + 0.1 % formic acid in methanol	
Flow rate	0.4 mL/min	
Gradient program	Time	B(%)
	0.00	5
	3.00	30
	17	100
	20.00	100
Post time	3 minutes	

Table 2. 6475 Triple Quadrupole LC/MS Method

Ion source	Agilent Jet Stream (AJS) source
Polarity	Positive and Negative
Gas temperature	200 °C
Drying gas	11 L/min
Nebulizer gas	35 psi
Sheath gas	350 °C
Sheath gas flow	12 L/min
Capillary voltage	+3500 V, -3000 V
Nozzle voltage	0 ±V
MS1/MS2 resolution	Unit/Unit
Cycle time	500 ms
Total MRMs	1003
Min/Max Dwell	1.12 ms/248.28 ms

**Figure 1.** 6475 Triple Quadrupole LC/MS with 1290 Infinity II Bio LC System.

Results and discussion

LC/MS Chromatograms

The targeted compound list in a multiresidue pesticide screening method developed for the previous Agilent LC/TQ instrument model (6470 LC/TQ) was imported and further expanded using the new intelligent optimizer in MassHunter Workstation for LC/TQ 12.0.

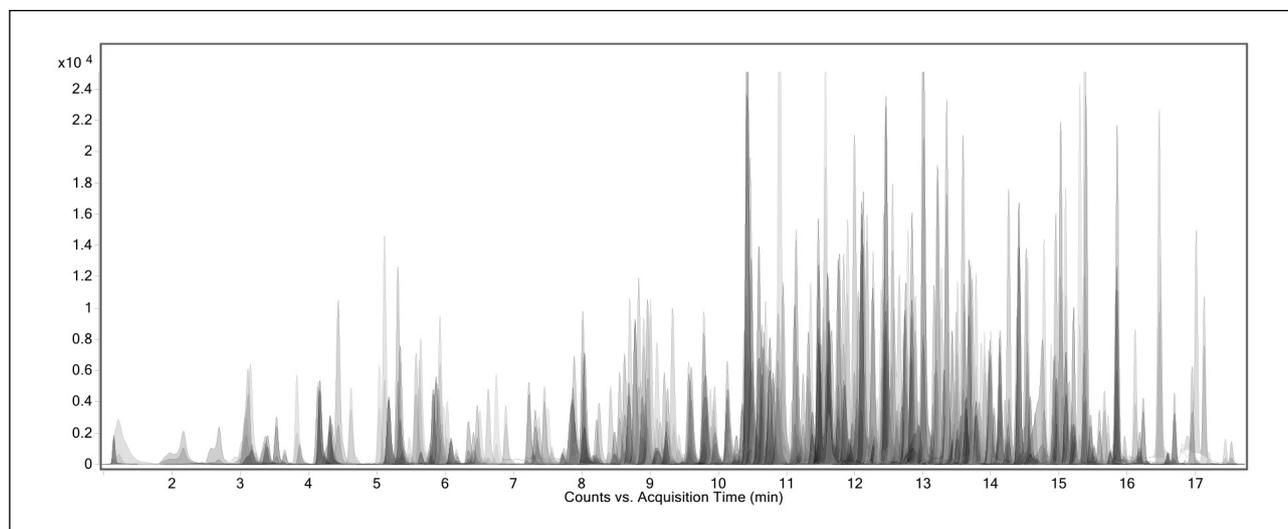
- MRMs library optimized on a previous Agilent LC/TQ models (e.g., 6470 LC/TQ) can be directly used on 6475 LC/TQ¹
- New compounds were easily added using the new intelligent optimizer software^{2,3}
- The final method resulting into monitoring 1003 MRMs within 20-minutes LC gradient (Figure 2), which shows **good chromatogram separation and greatly improves lab productivity**

Quantification sensitivity with comprehensive dMRM method

Figure 3 shows the overview of the dMRM acquisition method. The retention time window from 12 to 14 minutes contains the most concurrent MRMs with <2 ms average dwell time per MRM.

Method performance for a total of 497 pesticides was evaluated in wheat, olive oil and black tea matrix extracts at 9 concentration levels (Figure 4 & 5). The results were summarized as below:

- **Excellent linearity** with 459 (92%) pesticides in wheat, 465 (94%) pesticides in olive oil and 458

**Figure 2.** Overlaid MRM chromatograms of all the 497 pesticides post spiked at 1 µg/L in wheat matrix extract.

NOTAS TÉCNICAS

(92%) pesticides in black tea showing $R^2 > 0.99$ based on matrix-matched calibration curves.

- **Excellent precision** and accuracy observed at all calibration levels.

- **Excellent sensitivity** -465 (94%) pesticides in wheat, 486 (98%) pesticides in olive oil and 466 (94%) pesticides in black tea show lower limit of quantification (LLOQ) $\leq 10 \mu\text{g/kg}$ (Figure 4).

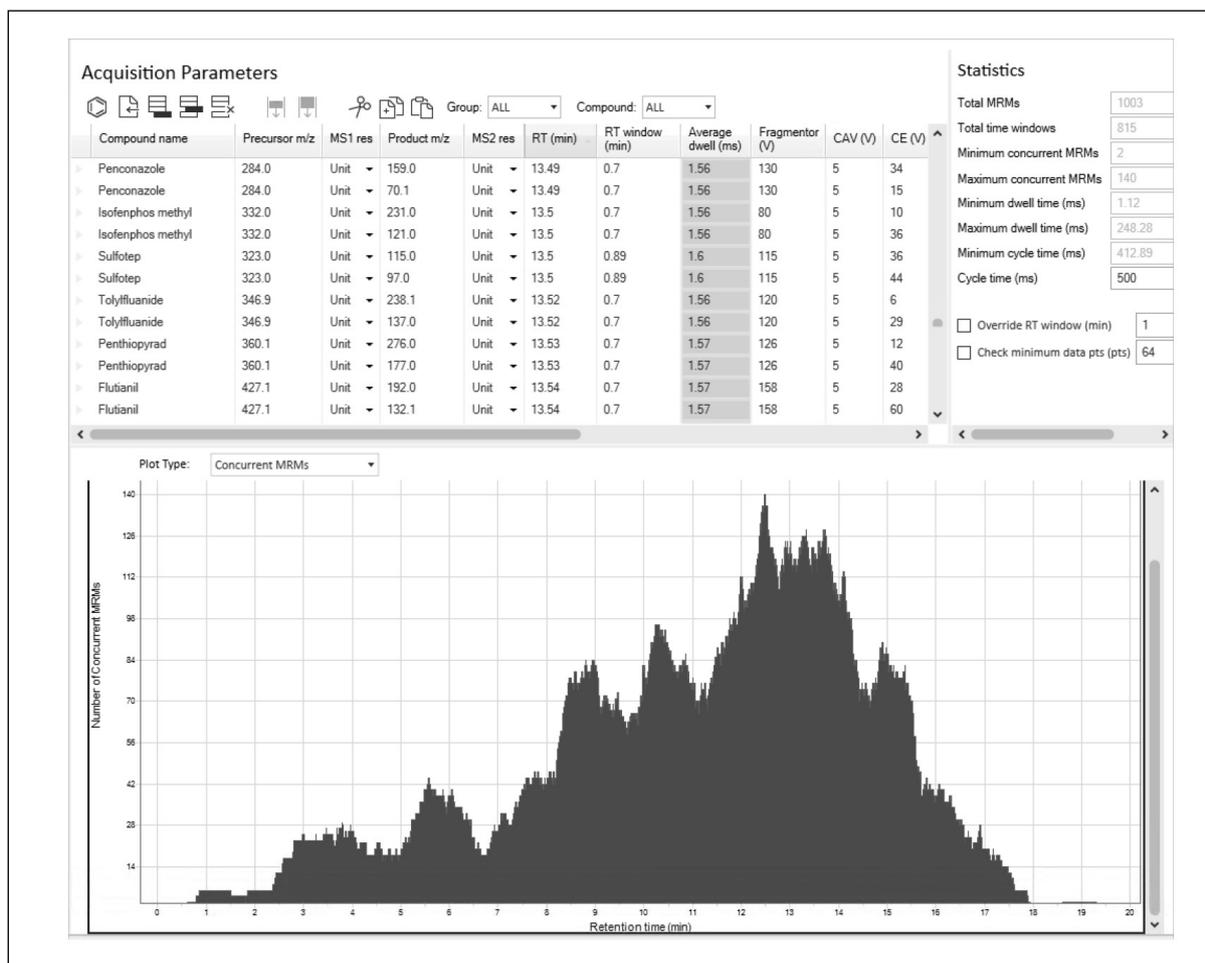


Figure 3. Overview of the comprehensive acquisition method showing user-friendly management of over 1000 MRMs.

Standard curves

Figure 5 shows representative standard curves of four selected pesticides in black tea matrix including one early eluted analyte (Cyromazine: RT=1.25 min) and three analytes (Penconazole, Sulfotep and Penthiopyrad) with dwell time < 2.0 ms. Results show the 6475 LC/TQ delivers great linearity for all four analytes.

Robustness

To test robustness of the new LC/TQ system, replicate injections ($n=300$) of black tea matrix spiked with pesticide standards at $10 \mu\text{g/kg}$ were performed using

the comprehensive dMRM method. Outstanding reproducibility for both RT and MS signal was observed during 5-days continuous running, even for pesticides acquired with low dwell time (Figure 6).

Conclusions

The excellent quantification performance using a new LC/TQ platform, including the Agilent 1290 Infinity II Bio LC system coupled to the 6475 Triple Quadrupole LC/MS with the Jet Stream Technology Ion Source (AJS) has been demonstrated for large panel pesticide analysis in wheat, olive oil and black tea.

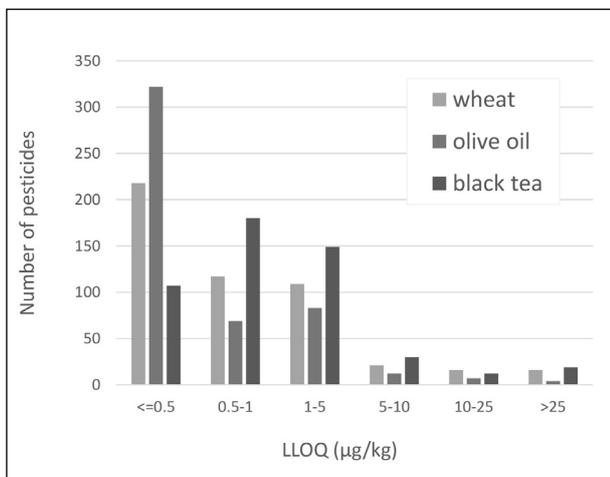


Figure 4. LLOQs for the 497 pesticides in wheat, olive oil and black tea extracts. Results were classified into six relevant concentration ranges after considering dilution factor during sample preparation.

The platform robustness was assessed over 5 days' continuous injection using black tea extract spiked with pesticide standards, indicating the high ability of the system producing reliable result for day-to-day analysis.

References

- ¹**MP 329** High fidelity legacy-to-modern method transfer on a novel triple quadrupole LC/MS platform for large output production labs.
- ²**MP 327** An end-to-end software algorithm for LC/MS/MS method development, optimization, and QA/QC deployment.
- ³**WP 493** Multi-residue Method Development Using Agilent 6475 LC/TQ System Implemented with Intelligent Optimization Software: Application to Forensic Drug Screening.

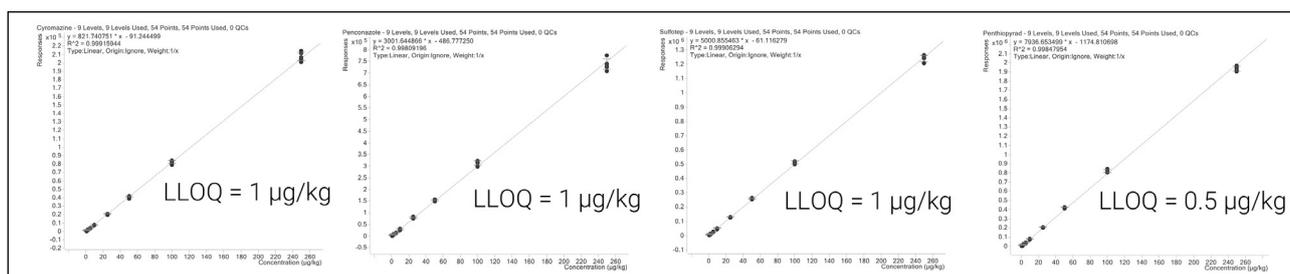


Figure 5. Standard curves of four selected pesticides in black tea matrix.

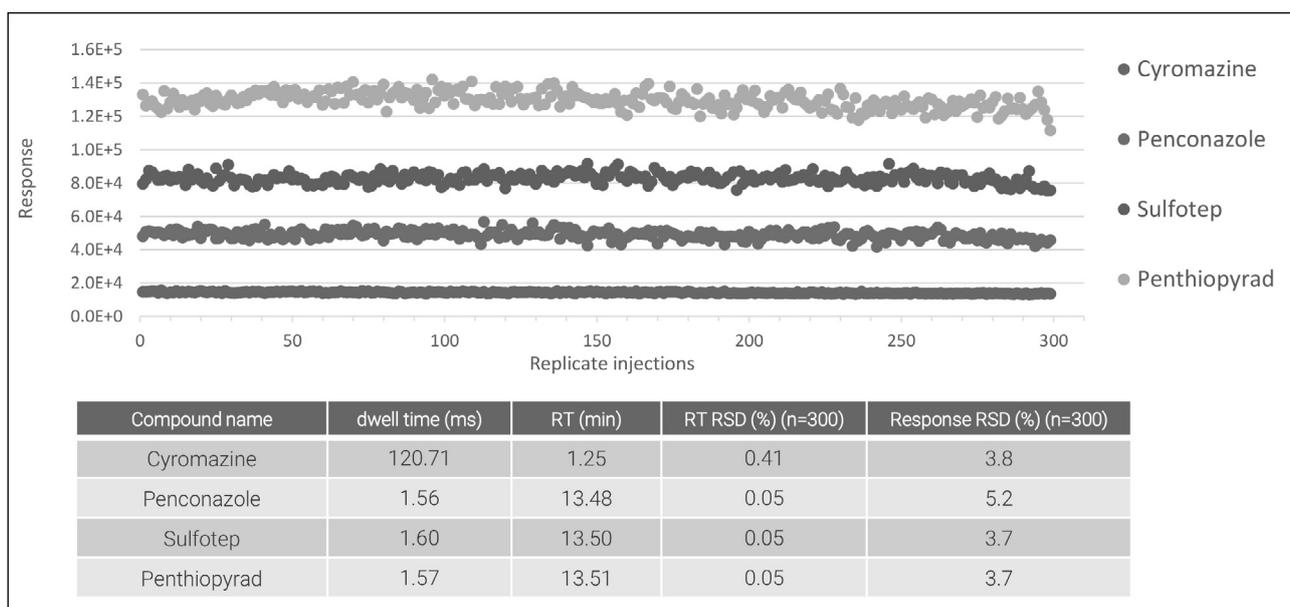
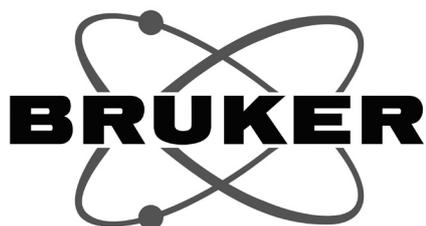


Figure 6. Response of representative pesticides in black tea extract for 300 replicate injections.



USING ION MOBILITY TO SEPARATE DIFFERENT DESIGNER DRUG METABOLITES

The large number of new emerging designer drugs and the need to detect not only the parent analyte but their metabolites poses a big challenge in forensic screening. Ion mobility combined with HRES mass spectrometry allows for the identification and characterization of known as well as unknown analytes extending the scope to address these challenges.

Introduction

Screening for synthetic canna-binoids is often performed by analysing urine as it is a non-invasive matrix. Due to the metabolism in the human body, none or only a small concentration of the parent cannabinoid will be left for detection. Therefore, it is necessary to screen not only for the parent compound but also for the drug metabolites.

One common metabolism for AKB-48 is hydroxylation. The hydroxylation can take place on different carbon positions resulting in a variety of structural isomers.

The large number of different metabolites and the introduction of new drug analogs make urine screen-

ing a complicated task that requires high confidence for known substances as well as the flexibility of identifying new drug metabolites.

A mass spectrometer with the ability to deliver accurate mass measurements, a high confidence in isotopic pattern distribution and clear MS / MS spectra is the first step to gain insights into a complex sample in order to solve this question. In addition, the timsTOF offers the possibility to use ion-mobility-separation to further increase the capability to identify and differentiate structural isomers.

Methods

AKB-48 metabolites not commercially available were prepared in-house [1] and used for measurements. Two mixtures of different AKB-48 hydroxylation metabolites with a concentration of 125 ng/mL each were prepared. A chromatographic separation was used prior to the ion mobility separation. Detection was performed on an ion mobility-separation-time-of-flight instrument (timsTOF, Bruker Daltonics).

Instrumentation

UPLC	Ultimate 3000 Rapid Separations LC, Thermo Scientific
Column	HSS T3, 2.1 x 150 mm, 1.8 μ m, Waters
Temperature	60 °C
Mobile phase	A = H ₂ O, 10 mM Ammonium formate and 0.05% formic acid B = ACN, 0.05% formic acid
Gradient	Multistep gradient from 57%-93% B in 8 min
Flow rate	0.5 mL/min
Injection	1 μ L
MS	timsTOF mass spectrometer, Bruker Daltonics
Scan mode	Full scan TOF MS with IMS in Ultra mode
Ionization	ESI +2500 V
MS-Calibration	sodium formate cluster
IMS-Calibration	tuning mix, low concentration

Figure 1. AKB-48 and its hydroxylation sites.

Results and Discussion

In a first step, the focus was on the LC separation of the metabolites to enable a clear characterization of every single metabolite (Figure 2). The metabolites were ionising as a mixture of $[M+H]^+$ and $[M+Na]^+$ adducts both showing excellent mass accuracies and isotope pattern distributions (Figure 3 as one representative example), demonstrating the high data quality for a first identification process.

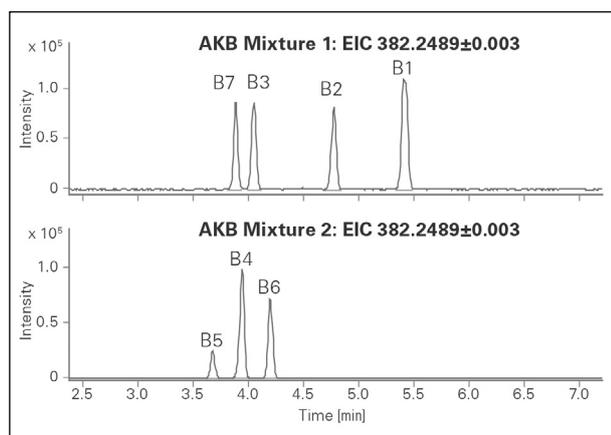


Figure 2. Extracted Ion Chromatograms for $[C_{23}H_{31}N_3O_2+H]^+$ with $m/z = 382.2489 \pm 3$ mDa. Two different mixtures 1 and 2 of hydroxylated AKB-48 metabolites were prepared and measured.

In a next step Extracted Ion Mobilogram (EIM) traces of different adduct species ($[M+H]^+$ and $[M+Na]^+$) were examined. Both adduct types showed a clear separation on the ion mobility axis. Protonated species showed signals of the inverse mobility $1/K_0$ [$V \cdot s/cm^2$] with values around 1.00-1.04 (Figure 4, blue) while sodium adducts showed a higher value of about 1.04-1.08 [$V \cdot s/cm^2$] (Figure 4, orange).

For the metabolites that were derived from hydroxylation at the end of the alkyl chain (B3 and B4), the inverse mobility is shifted to lower $1/K_0$ values compared to the other metabolites.

Using the sodium adducts a clear differentiation of metabolites derived from hydroxylations at the adamantyl moiety could be achieved as shown in Figure 5. These metabolites (B5-B7) show higher $1/K_0$ values than those that show a hydroxylation at the alkyl chain (B1-B4). Interestingly, B1 is different from the other metabolites and does not fit into the grouping of the other isomers. It shows a $1/K_0$ value in the middle of alkyl-chain and adamantyl-moiety.

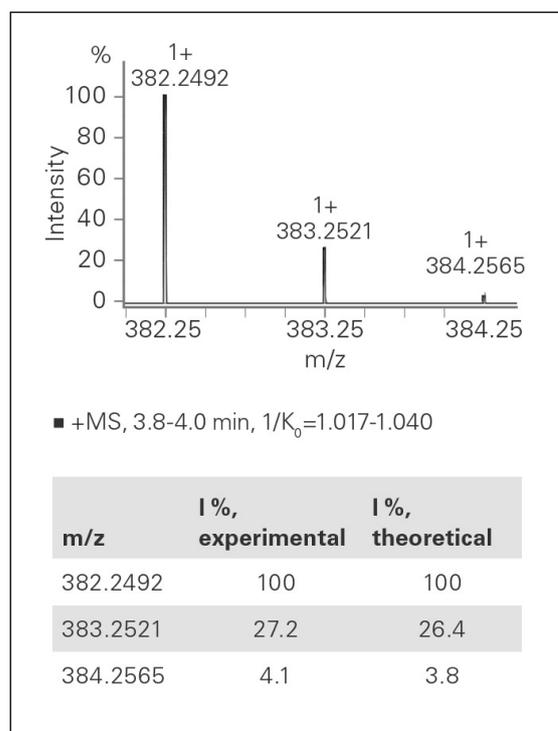


Figure 3. Comparison of the experimental data of B4 and the theoretical isotope pattern distribution shows a good overlay. The monoisotopic signal as well as the following isotopes show only a small deviation to the theoretical values (mass accuracy: -0.8 ppm, mSigma: 4.9).

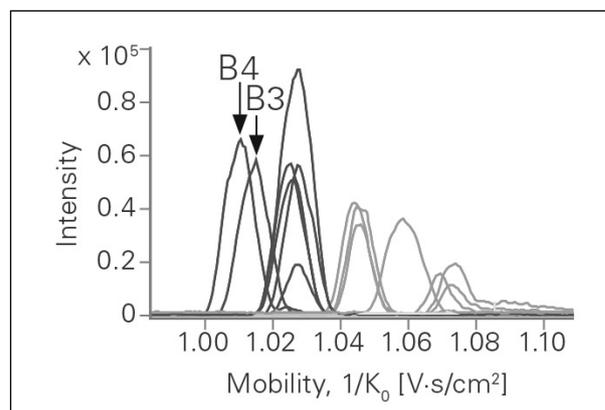


Figure 4. Overlay of all Extracted Ion Mobilograms (EIM) of the protonated species (in blue, $m/z = 382.2492$) and the sodium adducts (in orange, $m/z = 404.2312$). A grouping of the different species is clearly given.

Two of the main metabolites after human liver microsome incubations (HLM incubation) are B4 and B7 [2]. Based on the used LC separation method B4 and B7 are co-eluting. Therefore, a differentiation of both

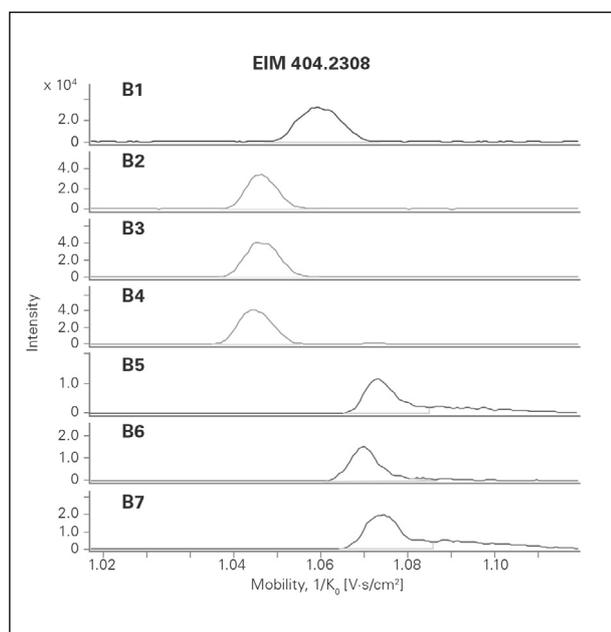


Figure 5. Display of EIM traces of the different metabolites as $[M+Na]^+$. In orange B2-B4 are displayed referring to metabolites showing hydroxylation of the alkyl chain. In green B5-B7 are displayed referring to hydroxylation on the adamantyl moiety. B1 in blue is an exception as it shows $1/K_0$ values between those of the two groups.

compounds is not clearly given via LC-MS only methods. Adding IMS separation enables a clear differentiation of both compounds. Both, the $[M+H]^+$ as well as the $[M+Na]^+$ EIM trace show a baseline separation of both isomeric structures (Figure 6).

In combination with the exact mass, the isotope pattern distribution and verification using fragmentation, CCS values are an additional parameter for identification and confirmation of possible metabolites of designer drugs.

Conclusions

- Ion Mobility with the timsTOF offers an additional separation method to differentiate be-

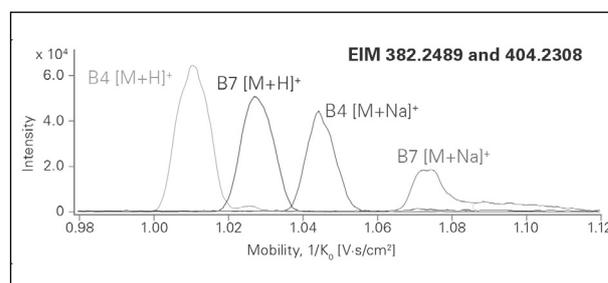


Figure 6. Overlay of EIM traces for B4 and B7. A baseline separation for both adduct types ($[M+H]^+$ and $[M+Na]^+$) is given.

tween different AKB-48 metabolites in combination with excellent values in mass accuracy and isotopic pattern distribution.

- A clear grouping of the CCS values is given based on the region of hydroxylation.
- On the basis of the mobility of the sodium adducts metabolites showing a hydroxylation at the adamantyl group or a hydroxylation on the alkyl chain can clearly be differentiated.

Bruker Española, S.A.

Parque Empresarial Rivas Futura
C/ Marie Curie, 5. Edificio Alfa
28521 Rivas-Vaciamadrid
Madrid – Spain
Tel.: 91 499 46 34 / 40 80
Fax: 91 656 62 37
Info-bcad-spain@bruker.com

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

bdal.es@bruker.com

o en la web

www.bruker.com



The Power of Precision

HIGH RESOLUTION ANALYSIS OF SYNTHETIC OLIGONUCLEOTIDES

Reverse Phase Ion Pairing LC-MS Analysis Using the X500B QTOF System

Esme Candish, Sean M. McCarthy

¹ SCIEX, Framingham MA, USA

Oligonucleotide therapeutics and gene therapies are rapidly gaining attention as novel therapeutics. The potential disease areas for which oligonucleotide based therapies are being developed is rapidly expanding. In particular, these therapies hold high promise due to their specificity and the high potential for treating previously undruggable targets.

A defining characteristic of oligonucleotides, when compared to more commonly used protein based bio-therapeutics, is that they are produced synthetically. Synthetic processes have been highly refined to enable production of high quality synthetic products with limited failure sequences or other associated impurities. Even when considering the high efficiency of modern synthetic processes there is still a need to verify oligonucleotide mass, sequence, and purity.

For the purpose of high throughput oligonucleotide analysis to verify purity and mass confirmation a common data processing solution is ProMass from Novatia LLC. This software enables rapid verification of molecular mass and assessment of purity. In addition, ProMass can annotate failure sequences and synthetic impurities based on the input of the target sequence and selection of search parameters.

Demonstrated in this technical note is the use of the SCIEX X500B QTOF System for the analysis of oligonucleotides using ion-pairing reverse phase chromatography. Highly efficient chromatographic separation with high performance negative ion mode performance produce results for unambiguous confirmation of sequences with minimal adduct formation or analysis induced modifications. Also discussed is

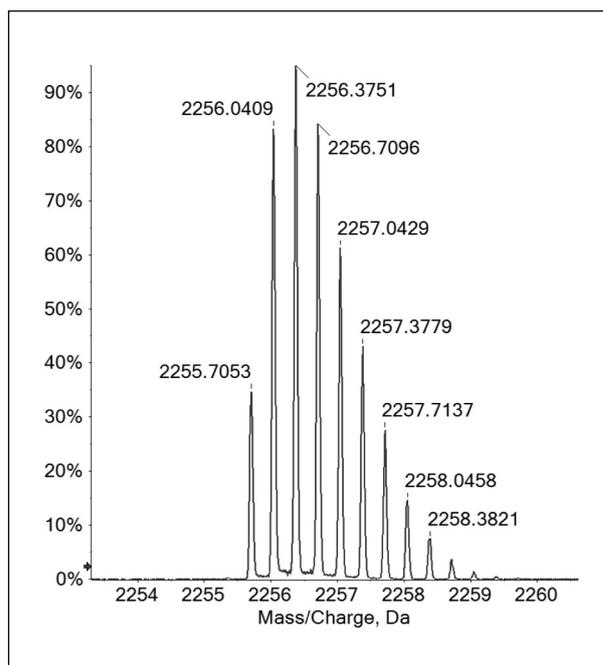


Figure 1. Isotopically resolved charge state for oligonucleotide CATGGTCCTGCTGGAGGTCGTG.

the processing of this data using ProMass HR for automated verification of molecular mass and purity assessment.

Key Feature of X500B QTOF System

- High mass accuracy with exceptional negative ion performance for oligonucleotide analysis
- TurboV™ source and QJet® ion guide provide efficient ionization and transmission of analytes while reducing contamination from use of ion-pairing reagents
- Instrument control using SCIEX OS enables accessibility and ease of use regardless of expertise level
- High resolution platform for qualitative and quantitative oligonucleotide workflows
- Integration of data with ProMass for high throughput and robust mass confirmation and purity assessment

Methods

Sample Preparation: Synthetic oligonucleotides were purchased from IDT as custom sequences. The samples were reconstituted in water prior to use.

Chromatography: The separation was accomplished using an Agilent 1290 Infinity UHPLC fitted with a BEH Column, 2.1 mm x 100 mm with 1.7 μm particles. Mobile phase A was 15 mM diisopropylethylamine (DIEA) with 100 mM 1,1,1,3,3,3- hexafluoro isopropanol (HFIP) in water while mobile phase B was 15 mM DIEA with 100 mM HFIP in 50:50 v/v % methanol:water. The gradient used is shown in Table 1. The column temperature was held at 60 °C. An injection volume of 1 μL was employed, resulting in 50 ng on column.

Mass Spec: A SCIEX X500B QTOF with a Turbo VTM source and TwinSpray probe was used for analysis. The MS parameters are listed in Table 1. The data was acquired using SCIEX OS Software 1.5.

Data processing: All data were processed with either SCIEX OS or the ProMassProcessor and ProMass for SCIEX software.

Results and Discussion

The analysis of oligonucleotides can be challenging for a wide variety of reasons. A specific challenge centers around the use of ion-pairing reagents which enable the separation of oligonucleotide species based on order of their charge which is generally indicative of their length. Typically, ion-pairing systems are present at low to mid millimolar concentrations and efficient removal of these components during the electrospray process is critical. In addition, the presence of alkali metal ions, namely sodium and potassium, can complicate analysis. Proper maintenance and regular mobile phase preparation with high quality reagents is required.

As shown in Figure 2, a high quality chromatographic separation is accomplished using ion-pairing reverse phase chromatography. In the work presented here a generic gradient was used which enables analysis of a wide range of oligonucleotide sequences with little requirement for the adjustment of the method.

Averaging the spectra under the main peak results in a typical raw spectrum for oligonucleotides. In this case, charge states spanning from -3 to -10 are shown in Figure 3. As evidenced in the spectrum, adduct formation is quite low and adduct formation is most pronounced in the lowest charge state species. As expected, each charge state demonstrates isotopic

resolution. The inset of Figure 3 shows the zoomed view of the -3 charge state for the oligonucleotide

Table 1. LC Gradient

Time (min)	%A	%B	Flow Rate ($\mu\text{L min}^{-1}$)
Initial	70	30	300
1.0	70	30	300
6.0	10	90	300
7.0	10	90	300
8.0	70	30	300
10.0	70	30	300

Table 2. MS Parameters

	Experiment 1
Polarity	Negative
Intact Protein Mode	On
GS1 (psi)	70
GS2 (psi)	70
Curtain Gas	35
Temperature (°C)	350
TOF Start Mass (Da)	600
TOF Stop Mass (Da)	2900
Accumulation Time (s)	0.25
Spray Voltage (V)	-4500
Declustering Potential (V)	-80
Collision Energy (V)	-10
Time bins to sum	4

Frequently the objective of intact mass measurement is confirmation of the target mass for a specific oligonucleotide sequence. In addition, there may be a need to identify failure sequences or impurities which are present in a sample. A common tool for this processing is ProMass which enables batch processing of oligonucleotide data. To enable the migration of data collected from SCIEX mass spectrometers the ProMassProcessor was used to define the peak selection criteria and sample information for export to ProMass.

Within the ProMassProcessor, data files are selected for processing. Files may be move individually or in groups. There is no limit on the number of files that may be moved, however downstream processing in ProMass will increase as more files are selected.

Following file selection, peak selection criteria can be defined for both MS and, if collected simultane-

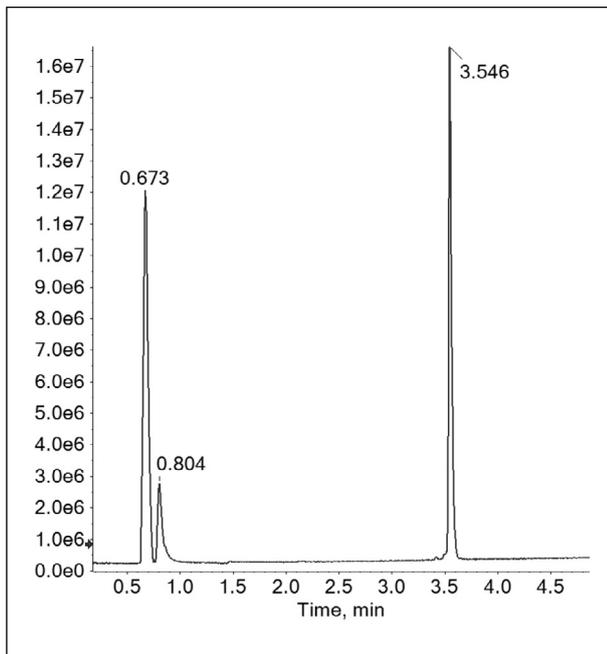


Figure 2. Total Ion Chromatogram for the analysis of a 22-mer oligonucleotide CAT GGT CCT GCT GGA GTT CGT G.

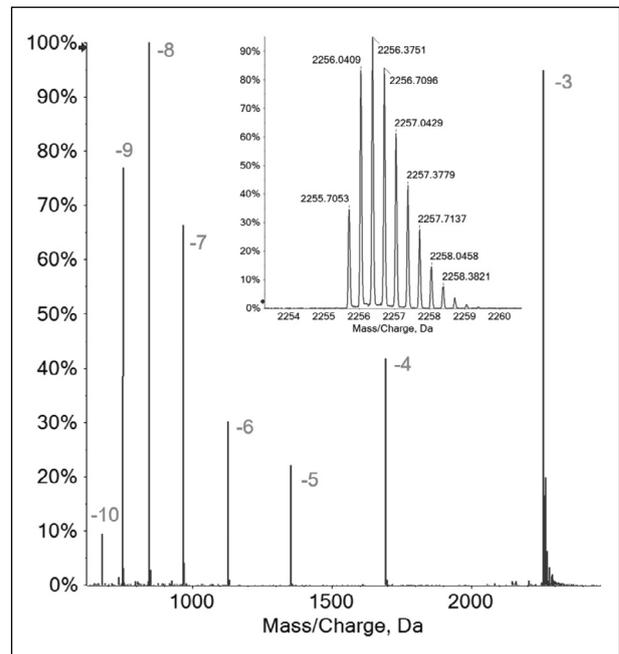


Figure 3. Raw mass spectrum of a 22-mer oligonucleotide CAT GGT CCT GCT GGA GGT CGT G.

ously, the UV data for each experiment as shown in Figure 5A. In addition, peak finding criteria may be defined and additional peak filtering criteria such as

minimum and maximum retention time, relative peak area and the maximum number of peaks to find are defined, Figure 5B.

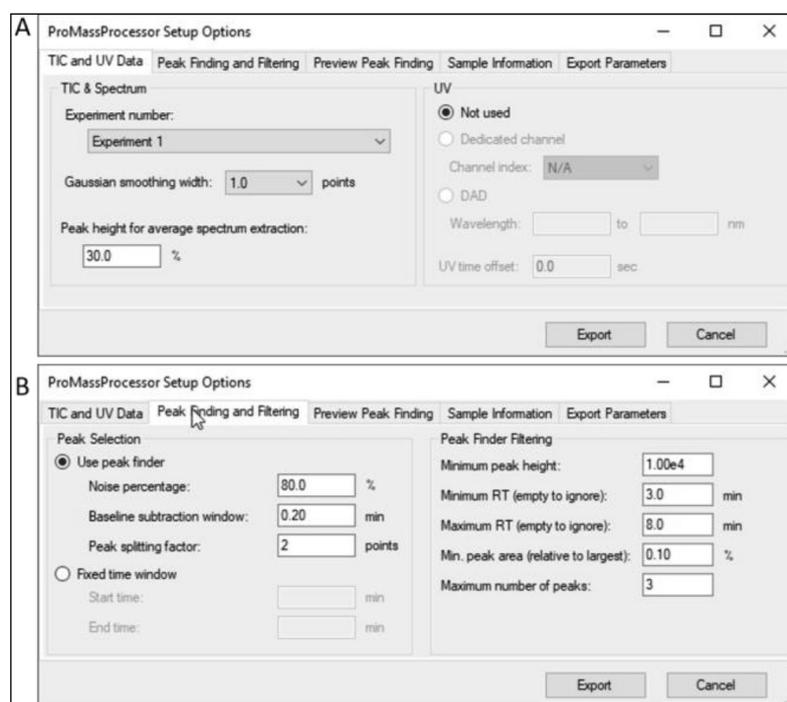


Figure 5. A. Definition of peak selection and experimental criteria in ProMassProcessor. **B.** Definition of peak finding in ProMassProcessor.

NOTAS TÉCNICAS

Prior to export it is possible to review the integration of each selected file using the defined criteria, Figure 6. If the integration is not suitable the parameters may be adjusted and will apply to each file. Alternatively, if

there is a desire to include a specific peak from a file that falls outside of the defined criteria, or alternatively if a peak should be excluded it is possible to manually add or remove these peaks as shown in Figure 6.

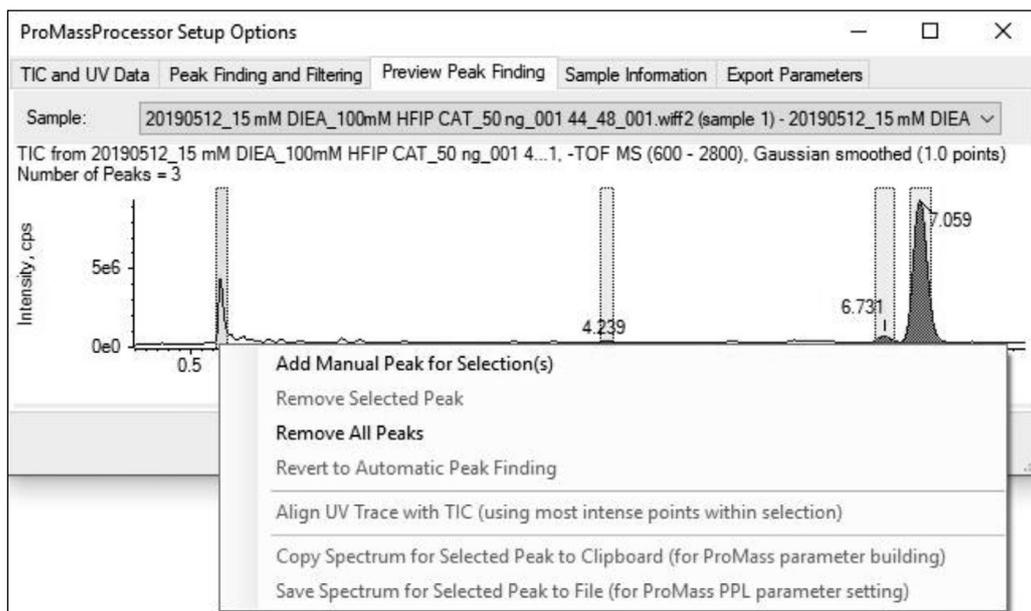


Figure 6. Preview of peak finding results in ProMassProcessor. Additional peaks may be defined manually if desired or already selected peaks may be removed.

For each sample the target information may be defined separately. The target information may be entered as a sequence which is defined using the standard nomenclature supported by ProMass, as a target mass or a combination of both. If more than one target is present in a sample, each species is separated using a comma. To expedite entry, values may be pasted from other sources such as Excel. The software is

able to use defined oligonucleotide sequence information, calculate the theoretical mass sequence and, if selected, the associated failure sequences from both the 5' and 3' ends during ProMass processing.

The final stage in processing data is to export the data from the ProMassProcessor to ProMass. In this case the user selects the parameter file defined within

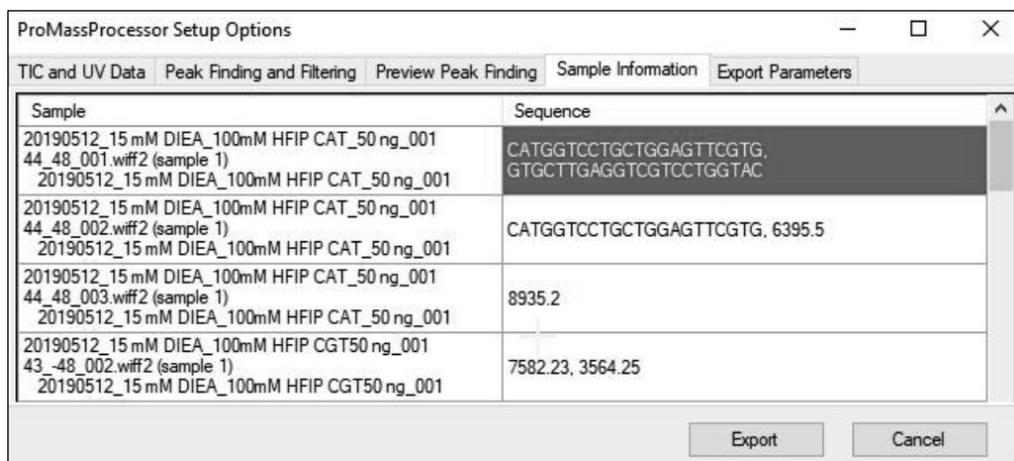


Figure 7. Definition of Sequence and/or mass information in ProMassProcessor.

ProMass that they would like to apply and the processing begin immediately. To initiate processing a licensed version of ProMass for SCIEX is required.

Following processing the results are displayed accessed through ProMass Browser from the main screen of ProMass, Figure 8. Users can either open the last processed results using the browser button or previously processed results by opening them directly. The results displayed in ProMass provide an easy to understand indication of which samples have passed or failed. The underlying data for each sample is easily investigated by selecting each well and reviewing the total ion chromatogram, raw MS data, and reconstructed MS data. In addition, a table of all identified components with their corresponding abundance, mass error and the sequence the mass corresponds to is also provided.

Conclusions

- The X500B QTOF system generates high quality oligonucleotide data in the presence of ion-pairing mobile phase components

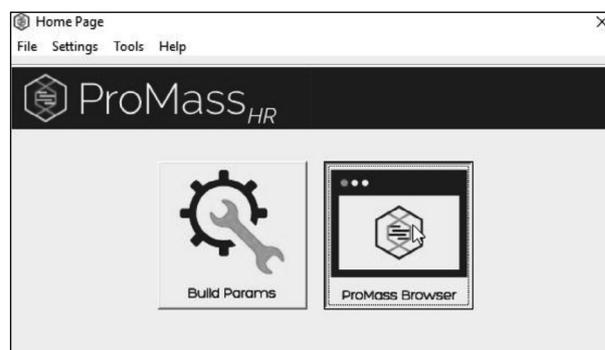


Figure 8. Home page of ProMass software.

- High mass accuracy and resolving capabilities enable unambiguous confirmation of oligonucleotide mass
- Low adduct formation is obtainable with suitable cleaning protocols for system components and use of high quality reagents
- Data processing using ProMassProcessor and ProMass provides a semi-automated solution for oligonucleotide characterization and QC

Figure 9. Sample summary from ProMass Sample Browser. Colored wells indicate passing, failing, or marginal results based on criteria defined in ProMass parameters.

RT (min)	Calculated Mass (Da)	Observed Mass (Da)	Mass Error	Intensity	Sequence
9.864	6148.0	6146.6	-1.4 Da (-0.023 %)	1.84E+004	A1-T20 +3'Phos
9.864	6221.1	6219.6	-1.5 Da (-0.024 %)	1.92E+004	6372.2 (G depurination)
9.864	6237.1	6235.1	-2.0 Da (-0.032 %)	4.03E+004	6372.2 (A depurination)
9.864	6372.2	6371.1	-1.1 Da (-0.017 %)	1.23E+006	A1-T21
9.496	6043.0	6041.8	-1.2 Da (-0.020 %)	1.29E+003	6372.2 (Minus G)
9.496	6139.0	6138.0	-1.0 Da (-0.016 %)	3.23E+003	C2-T21 +5'Phos
9.327	6083.0	6082.1	-0.9 Da (-0.015 %)	8.11E+003	6372.2 (Minus C)
9.048	5849.8	5849.1	-0.7 Da (-0.012 %)	3.69E+003	G3-T21 +5'Phos
9.048	6068.0	6067.2	-0.8 Da (-0.013 %)	1.77E+004	A1-T20, 6372.2 (Minus T)
8.571	5520.6	5519.5	-1.1 Da (-0.020 %)	2.05E+003	G4-T21 +5'Phos
8.571	6059.0	6058.6	-0.4 Da (-0.007 %)	1.70E+004	C2-T21, 6372.2 (Minus A)
8.291	5769.8	5768.9	-0.9 Da (-0.016 %)	2.02E+004	G3-T21

Figure 10. Individual sample summary table displaying retention time, calculated and observed mass, mass error, intensity, and sequence match based on mass.

izasa
scientific
a werfen company



GC HS-20 NX/Nexis™ GC-2030

ANÁLISIS DE DISOLVENTES RESIDUALES EN PRODUCTOS FARMACÉUTICOS CON MUESTRAS SOLUBLES EN AGUA USANDO H₂ COMO GAS PORTADOR (USP 467)

Y. Mikota, E. Kobayashi, A. Miyamoto

- El uso de hidrógeno H₂ como gas portador, económico y fácil de obtener, contribuye a la reducción de costes en el laboratorio.
- El H₂ se emplea como gas portador para lograr la precisión requerida por la USP.
- Un sensor de hidrógeno garantiza que el H₂ se pueda utilizar como gas portador de forma segura.
- El uso de un muestreador de espacio de cabeza HS-20 NX de última generación permite una medición fiable de los disolventes residuales en productos farmacéuticos.

Introducción

Los métodos para testar disolventes residuales en productos farmacéuticos se recogen en el Capítulo General <467> *Disolventes Residuales* de la USP (*United States Pharmacopeia*), en el que se especifica principalmente el uso de un método de cromatografía de gases (GC) de espacio de cabeza (HS, del inglés *headspace*). Los disolventes residuales de los productos farmacéuticos se clasifican en Clases de la 1 a la 3 según los riesgos potenciales para la salud humana, y acorde a ello son estrictamente controlados. Se requiere un análisis sensible. El gas portador generalmente utilizado para el análisis es el Helio (He), pero el agotamiento de He se ha convertido en un problema recientemente. En consecuencia, existe la necesi-

dad de utilizar un gas portador alternativo como el H₂. Cualquier cambio de método, como sustituir He por un gas portador alternativo, debe validarse de acuerdo con el capítulo <1467> *Disolventes Residuales— Verificación de Procedimientos Compensados y Validación de Procedimientos Alternativos* de la USP.

En este trabajo se presentan los resultados del uso de H₂ como gas portador con un muestreador de espacio de cabeza HS-20 NX para analizar muestras solubles en agua de Clase 1 y 2, de acuerdo con el Capítulo General <467> *Disolventes Residuales* de la USP.

* Las muestras analíticas se prepararon utilizando un procedimiento diferente de la USP para confirmar el rendimiento del instrumento.

Materiales y métodos

Un cromatógrafo de gases Shimadzu Nexis GC -2030 fue acoplado a un muestreador de espacio de cabeza Shimadzu HS-20 NX para medir soluciones estándar de Clase 1 y Clase 2 según el Capítulo General <467> *Disolventes Residuales*, Procedimiento A de la USP. Las condiciones analíticas para el GC y el HS se indican en la Tabla 1.

Tabla 1. Condiciones analíticas para muestras solubles en agua.

Condiciones analíticas del GC (Procedimiento A)	
Modelo:	Nexis GC-2030
Detector:	FID-2030 detector de ionización de llama
Columna:	SH-Rxi™-624 Sil MS (0,32 mm I.D. × 30 m, d.f.= 1,8 μm)
Temp. de columna:	40 °C (20 min) – 10 °C/min – 240 °C (20 min) Total 60 min
Modo de inyección:	Split 1:5
Controlador de gas portador:	Modo velocidad lineal constante (H ₂ y He)
Velocidad lineal:	35 cm/s
Temp. de detector:	250 °C
FID – Flujo de H ₂ :	32 mL/min
FID – Flujo de make-up:	24 mL/min (N ₂)
FID – Flujo de aire:	200 mL/min
Condiciones analíticas del HS (Procedimiento A)	
Temp. del horno:	80 °C
Temp. de la línea de muestra:	110 °C

Condiciones analíticas del HS (Procedimiento A)	
Temp. de la línea de transferencia:	120 °C
Agitación del vial:	Off
Volumen del vial:	20 mL
Tiempo de calentamiento del vial:	45 min
Tiempo de presurización del vial:	1 min
Presión del vial:	75,0 KPa (N ₂)
Tiempo de carga:	0.5 min
Tiempo de descarga de la aguja:	5 min
Volumen de inyección:	1 mL
Tiempo de equilibrado de carga:	0 min

Resultados

Análisis de la solución estándar Clase 1 (muestra soluble en agua)

En la Figura 1 se muestran los resultados del análisis para el Procedimiento A usando H₂ como gas portador, y la relación S/N y los valores de repetibilidad para cada pico se recogen en la Tabla 2. La Tabla 3 muestra la relación S/N y la repetibilidad para cada pico utilizando He como gas portador.

Empleando H₂, los resultados obtenidos con el Procedimiento A cumplieron con los requisitos de la USP, que especifica que "la relación S/N para el 1,1,1-tricloroetano con la solución estándar Clase 1 no es menor que 5".

* Los valores de ratio S/N y desviación estándar relativa (%RSD) son de referencia y no están garantizados.

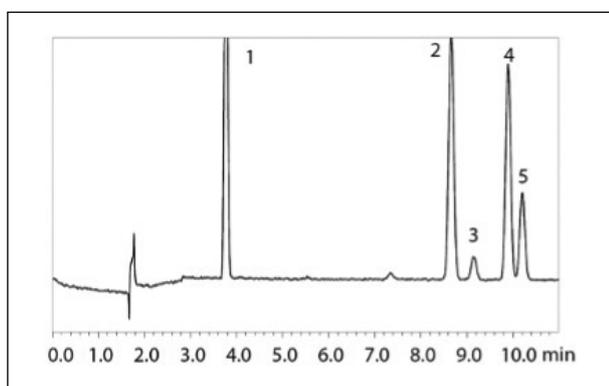


Figura 1. Cromatograma de la solución estándar Clase 1 mediante el Procedimiento A (muestra soluble en agua).

Tabla 2. Ratio S/N y repetibilidad de la solución estándar Clase 1 (Procedimiento A) usando H₂ como gas portador.

Pico	Compuesto	Ratio S/N	%RSD
1	1,1-Dichloroethane	93	1.99
2	1,1,1-Trichloroethane	123	1.45
3	Carbon tetrachloride	15	3.94
4	Benzene	145	2.48
5	1,2-Dichloroethane	57	2.60

Tabla 3. Ratio S/N y repetibilidad de la solución estándar Clase 1 (Procedimiento A) usando He como gas portador.

Pico	Compuesto	Ratio S/N	%RSD
1	1,1-Dichloroethane	131	1.44
2	1,1,1-Trichloroethane	150	1.64
3	Carbon tetrachloride	13	7.30
4	Benzene	188	0.66
5	1,2-Dichloroethane	76	0.81

Análisis de la solución estándar Clase 2 (muestra soluble en agua)

La Figura 2 muestra los resultados del análisis para una solución estándar Clase 2A y la Fig. 3 para una solución estándar Clase 2B. También se midió la Metilobutilcetona (MiBK), un compuesto recién agregado al Capítulo General de la USP <467> *Disolventes Residuales* para la Clase 2A. Los resultados empleando el H₂ como gas portador se representan en negro, en rosa usando He, y en azul el análisis de MiBK con H₂. Se obtuvieron resultados satisfactorios en cuanto a idoneidad del sistema, sobre lo cual la USP especifica que "la resolución entre el acetonitrilo y el cloruro de metileno en la solución estándar de Clase 2A no es menos de 1.0" cuando se usa el Procedimiento A.

Conclusión

Utilizando H₂ como gas portador, el análisis alcanzó los niveles de precisión requeridos por los Capítulos <467> y <1467> de la USP. El Nexis GC-2030 cuenta con un sensor de hidrógeno para garantizar un uso seguro de H₂. Los sensores de hidrógeno detectan posibles fugas a tiempo; cuando la fuga de hidrógeno aumenta, la fuente de alimentación principal se apaga para prevenir accidentes. El uso de H₂ puede ayudar a reducir los costes de laboratorio. Puede encontrar estos resultados en la Nota de Aplicación No. 00176 de Shimadzu. Para obtener información sobre el análisis

NOTAS TÉCNICAS

de disolventes residuales en productos farmacéuticos con muestras solubles en agua utilizando N₂ como

gas portador, consulte la Nota de Aplicación No. G325 de Shimadzu.

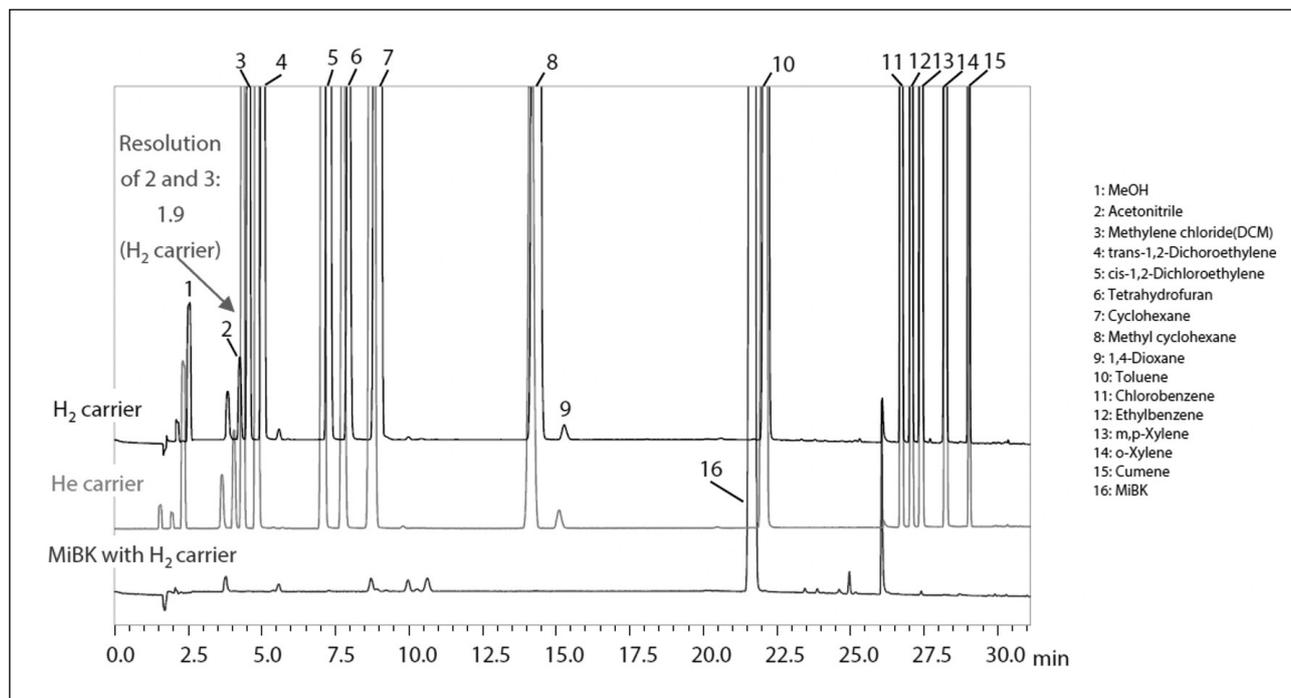


Figura 2. Cromatograma de la solución estándar Clase 2A mediante el Procedimiento 2 (muestra soluble en agua).

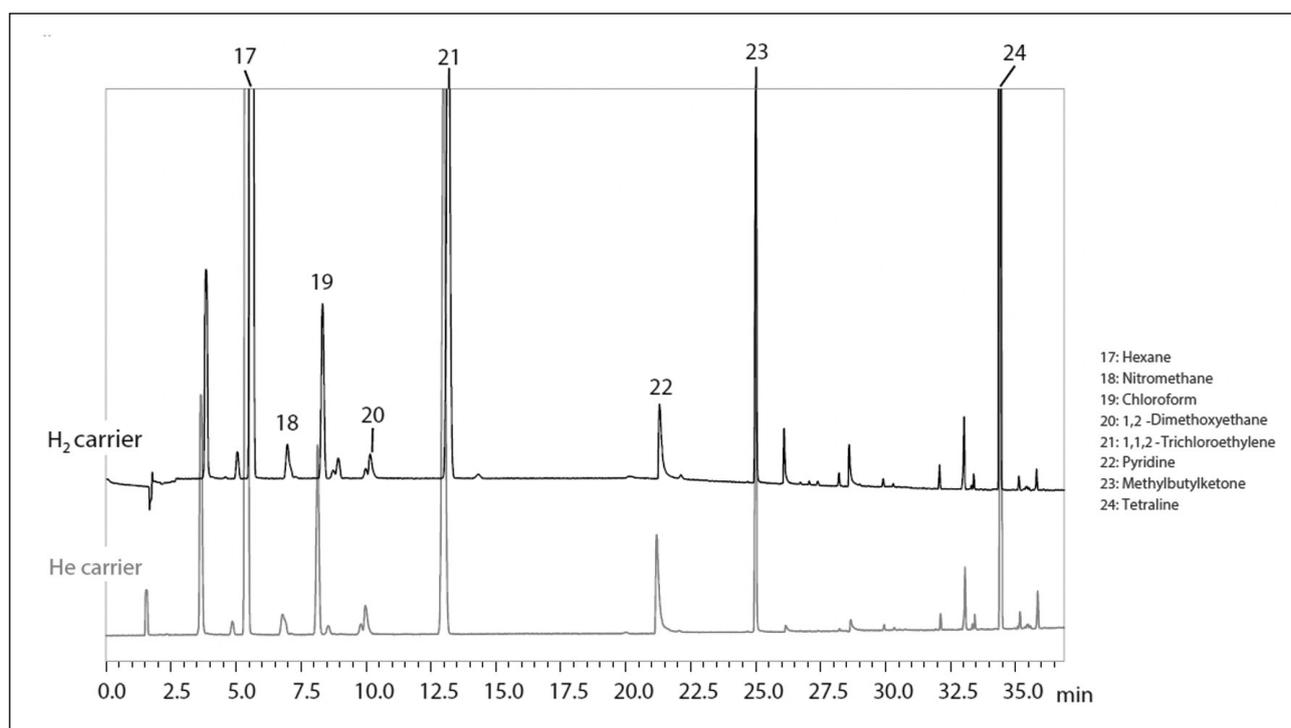


Figura 3. Cromatograma de la solución estándar Clase 2B mediante el Procedimiento 2 (muestra soluble en agua).

INAUGURACIÓN DEL DEMO LAB DE IZASA SCIENTIFIC

El pasado 13 de diciembre, Izasa Scientific inauguró en Barcelona su nuevo Demo Lab. Este gran hito ha sido posible gracias a la larga y exitosa colaboración mantenida entre **Izasa Scientific** y **Shimadzu**, que se remonta a 1984.

El objetivo de este laboratorio es mostrar las últimas tecnologías y desarrollos metodológicos en cromatografía a la vez que proporcionar un espacio para debatir, compartir y desarrollar problemáticas analíticas en diversos campos aplicativos.

El Demo Lab está dirigido a la comunidad científica en general, y en particular a laboratorios de análisis en el ámbito de la investigación, del control de calidad o de cualquier disciplina donde la cromatografía sea herramienta de trabajo. Está equipado con los más modernos sistemas cromatográficos de Shimadzu y dispone de una completa gama de equipos de cromatografía de gases y de líquidos con acoplamientos a múltiples detectores, incluyendo la espectrometría de masas. La instrumentación disponible es la siguiente:

- *Cromatógrafo de gases con detector BID* ► GC-BID
- *Cromatógrafo de gases con detector FID* ► GC-FID
- *Cromatógrafo de gases con detector de masas de tipo cuadrupolo sencillo (inyección líquida)* ► GCMS SQ
- *Cromatógrafo de gases con detector de masas de tipo triple cuadrupolo (inyección líquida, head-space y SPME)* ► GCMS TQ



- *Cromatógrafo de líquidos con triple detección* ► HPLC-PDA/RF/RID
- *Cromatógrafo de líquidos con detector de tipo triple cuadrupolo* ► LCMS TQ

A la inauguración asistieron los máximos representantes de Werfen, Shimadzu e Izasa Scientific, con la presencia de Marc Rubiralta (Presidente Werfen), Jürgen Semmler (Director General Shimadzu Europe GmbH), Sandra Zunker (Senior Manager & Sales Support Shimadzu Europe GmbH), Francesc Albareda (VP Medical Devices), Carlos Arribas (Director General Izasa Scientific) y José Luis Latorre (Director General Adjunto Izasa Scientific).

El Demo Lab de Izasa Scientific estará disponible para todo investigador, empresa o usuario de cromatografía que lo solicite. Para más información contactar con izasa@izasascientific.com.

open to YOU
open to SCIENCE

www.izasascientific.com





HEADSPACE ANALYSIS OF VOLATILE ORGANIC COMPOUNDS (VOCS) IN CONTACT PACKAGING MATERIALS USING THE HT3 AUTOMATED HEADSPACE ANALYZER+

Introduction

Regulatory agencies such as the United States Food and Drug Administration (USFDA) and the European Union (EU) have published regulations and provided guidance on the use of chemicals in food packaging materials. SCION Instruments provides method parameters for the HT3 Automated Headspace Analyzer that can be used for the determination of volatile compounds present in food contact packaging materials under various conditions. In this analysis both temperature and mixing parameters were investigated to determine which Volatile Organic Compounds (VOCs) may be released when subjected to these conditions.

The SCION Instruments 8300 GC in combination with the 8700 SQ-MS and HT3 Automated Headspace Analyser were used for the analysis of

several food contact packaging materials. Various contact packaging materials were investigated and the products as well as sample size are presented in **Table 1**. Samples were added directly to a 22 mL headspace vial. This vial was then sealed and placed onto the autosampler for analysis. The GC/MS parameters for all sample materials remained constant and are presented below in **Table 2**. The HT3 Automated Headspace Analyzer ran in the static mode while two parameters were varied, the sample platen temperature and sample mixing (on or off). These parameters are also listed in **Table 2**. Sample mixing remained constant at Level 5 and was employed to assist the releasing of possible VOCs from the samples.

Table 1. Contact packaging material simple information.

Packaging Material	
Material	Size
Frozen vegetable bag	3 × 3 cm
Boil in bad rice bag	3 × 3 cm
Styrofoam cups	3 × 3 cm
Glass food container	0.26-0.275 g
Microwabeable meal container	0.550-0.650 g

DATA COLLECTION AND DISCUSSION

Adequate and uniform sample sizes for each product analyzed were determined either by size or weight to maintain uniformity among sample aliquots. Heating at various temperatures was investigated as most products require heating the contents prior to con-



Figure 1. SCION HT3 Headspace Sampler together with the SCION Instruments 8300 GC platform in combination with to 8700 SQ-MS.

Table 2. Instrumentation operating conditions.

Injector	Split 80:1, 230 °C
Column	Restek RTX-VMS
Oven Program	40 °C (4.0 min), 18 °C/min to 100 °C (1.0 min), 40 °C/min to 230 °C (10 min)
Carrier	Helium
Flow	2 mL/min
Software	MSWS/ HT3 Teklink
MS transfer line	150 °C
Ion source	200 °C
Ionization mode	EI
Scan start	0.50
Scan mode	Full scan
	HT3
Oven temperature	150 °C
Transfer line temperature	150 °C
Sample temperature	50 °C
Sample equilibrium	20 min

sumption. Previous literature indicates that 100 °C is used to mimic optimal heating as this is the boiling point of water. For this study platen sample temperatures of 50, 100, 150, 200 and 250 °C for all packaging materials were investigated. Analysis for samples below 100 °C indicated poor response, while the highest temperatures caused the material to char within the vials, rendering the chromatographic results inconclusive. Therefore, and as expected, the temperature of 100 °C was selected as optimal for the experiments to be further carried out.

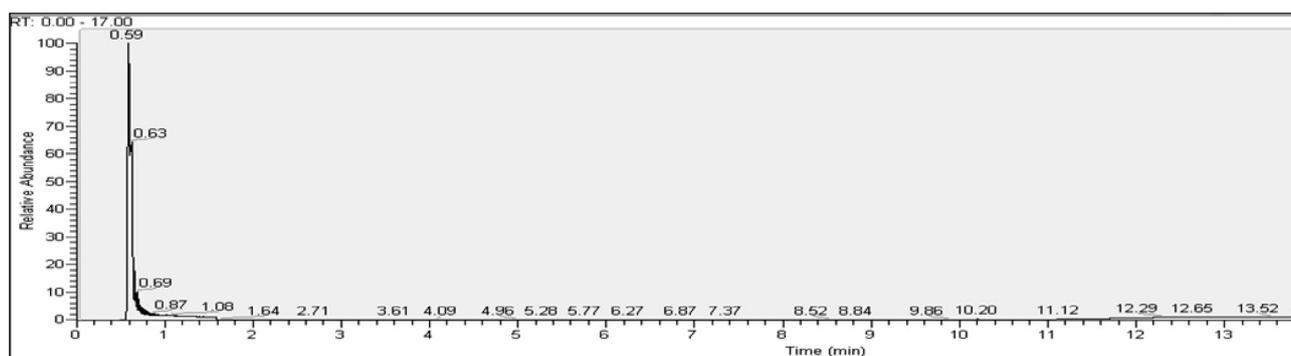
Seven replicates were analyzed at 40 °C as a baseline to determine if any VOCs were emitted from the products prior to heating. Several blanks were run prior to the analysis of each batch of contact packaging material to ensure system cleanliness. A representative chromatogram for a typical blank is provided in **Figure 2**. All five packaging materials produced their own unique chromatograms at the optimum temperature of 100 °C and are presented in **Figure 3**. The majority of compounds present in the materials investigated were alcohols, ketones and branched and straight chained hydrocarbons. The presence of 2-pentanone, also known as methyl propyl ketone, was found in four out of the five packaging products investigated. 2-pentanone is sometimes used in very small amounts as a flavouring food additive. Two other ketones, 3-pentanone and methyl isopropyl ketone are isomers of 2-pentanone. Identification of the major peaks in each chromatographic representation was performed using the NIST library database.

It is worth noting the presence of acetone at 1.53 minutes and methacrolein at 2.18 minutes in the frozen vegetable bag (**Figure 3a**). Methacrolein is an unsaturated aldehyde used in the manufacture of polymers or resins.

The late eluting peaks between 10-13 minutes for the boil in the bag rice packaging were dodecane, tridecane, tetradecane, pentadecane and hexadecane, respectively (**Figure 3b**).

Styrene eluted at the retention time of 9.24 minutes (**Figure 3c**). It is also noticeable the presence of benzene at 3.24 minutes and phenol at 10.26 minutes.

As expected, the presence of methacrolein at 2.18 minutes was also observed in the commercial food

**Figure 2.** Typical blank run prior to each analysis.

NOTAS TÉCNICAS

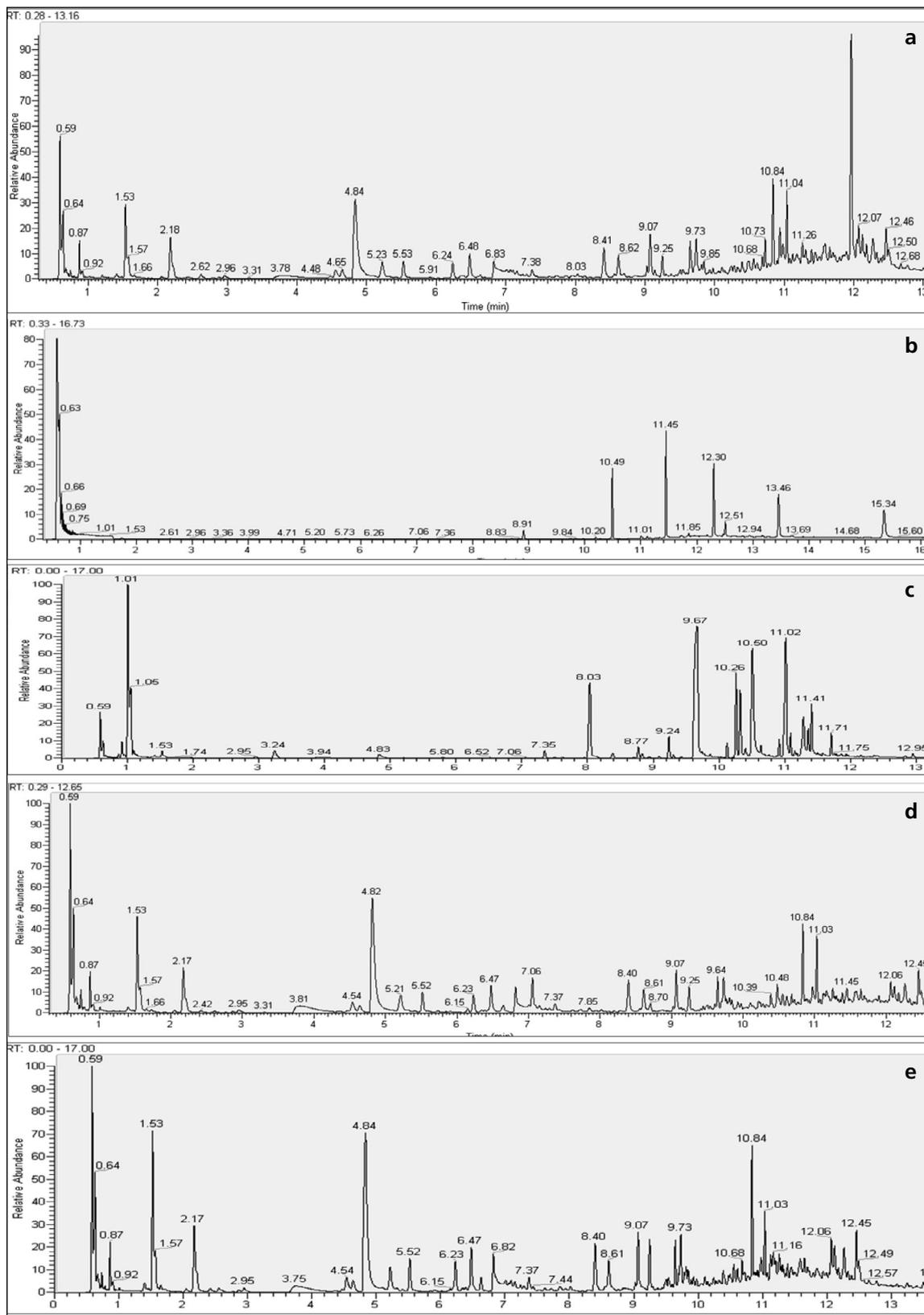


Figure 3. a) Frozen vegetable bag, b) Boil in bag rice, c) Styrofoam cups, d) Commercial food container (Lid), e) Microwaveable meal bowl.

container (**Figure 3d**). Acetone is also present in this packaging material at 1.53 minutes.

Regarding the microwaveable meal container, long chain hydrocarbons such as methylheptane, trimethylhexane, dimethylheptene (from 5.10-7.01 minutes) is also remarkable (**Figure 3e**).

Conclusion

The HT3 Automated Headspace Analyzer performed well in the static mode for analyzing solvents in food packaging materials. Many of the chromatographically identified peaks for all the contact packaging materials analyzed were branched and unbranched hydrocarbons (from C6 to C18). Additionally, many alcohols, ketones, trace amounts of aromatics such as phenol and low levels of VOCs such as 2-butanone and benzene were identified. The late eluting peaks (between 10-13 minutes) for the boil in the bag rice

packaging (alkane hydrocarbons) were not seen in this order in any other packaging material investigated making the identification of this product unique. It should be noted that this technique is excellent for differentiating among contact packaging products as each displayed unique fingerprints. Static headspace analysis permits the analysis of the trace surface components making this unique distinction possible. The trapping module of the HT3 was not utilized for this investigation. Further studies are underway using dynamic headspace analysis as it offers significantly lower levels of detection. Using the method parameters, the identification of VOC contaminants is possible by static headspace analysis. The SCION headspace system allows for unattended operation and no sample preparation. The Method Optimization Mode (M.O.M) has many advantages as no sample preparation is needed. The HT3 is capable of switching between both static and dynamic modes within a single schedule enabling both low and high level component analysis.

NOVEDADES TÉCNICAS



NUEVA SECCIÓN DE APLICACIONES EN LA WEB

¿Buscando alguna nueva aplicación? En la web de Scharlab hemos creado una nueva sección de **APLICACIONES**.

En esta nueva sección se pueden consultar aplicaciones reales de nuestros productos o de los de nuestras representadas. Con el fin de facilitar la búsqueda, es posible filtrar por marca o por producto para una selección más rápida.

Todas las aplicaciones que se muestran en la web forman parte de nuestra amplia base de datos de apli-

caciones, por lo que, si está buscando una aplicación y no la localiza en nuestra web, puede ponerse en contacto con nosotros en el email consultas@scharlab.com.

Nuestra base de datos de aplicaciones de cromatografía se nutre de las propias aplicaciones de nuestro laboratorio, nuestro departamento de I+D y las de nuestros clientes.

Todos los usuarios de columnas Scharlab pueden colaborar en la construcción de nuestra biblioteca de aplicaciones, tan solo tienen que enviarnos su aplicación y Scharlab les obsequiará con una columna de recambio.

Más información <https://www.scharlab.com/aplicaciones.php>

Scharlab, S.L.

Gato Pérez, 33. Pol. Ind. Mas d'en Cisa.
08181 Sentmenat, Barcelona, Spain
Tel.: +34 93 745 64 00 - Fax: +34 93 715 27 65
e-mail: consultas@scharlab.com

The screenshot shows the Scharlab website interface. At the top, there is a search bar and navigation links for 'Scharlab', 'Soluciones', 'Eventos', 'Noticias', and 'Contactar'. Below the search bar, there are tabs for 'PRODUCTOS', 'SERVICIOS', 'PROMOCIONES', and 'RECURSOS'. The main content area is titled 'Cromatografía' and contains a description of Scharlab's expertise in chromatography. To the right, there is a grid of product categories: 'ExtraBond®. Extracción en fase sólida', 'QUECHERS', 'Patrones orgánicos', 'Cromatografía iónica', 'HPLC: columnas y accesorios', 'KromaPhase Core-Shell', 'GC: columnas y accesorios', 'Servicio de consulta en cromatografía', 'Publicaciones Scharlab', and 'Notas de Aplicación'. The footer includes social media icons, a newsletter sign-up, and contact information.

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., Dordrech, Holland (1985), p. 346.

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

Figuras: Se enviarán en un archivo diferente, separadas y numeradas por orden de aparición en el texto. Las leyendas deberán 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](https://www.sciex.com/zenorevolution)



The SCIEX clinical diagnostic portfolio is For In Vitro Diagnostic Use. Rx Only. Product(s) not available in all countries. For information on availability, please contact your local sales representative or refer to www.sciex.com/diagnostics. All other products are For Research Use Only. Not for use in Diagnostic Procedures. Trademarks and/or registered trademarks mentioned herein, including associated logos, are the property of AB Sciex Pte. Ltd. or their respective owners in the United States and/or certain other countries [see www.sciex.com/trademarks]. © 2021 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-07-13384-A

