

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

SECYTA

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRFÍA
Y TÉCNICAS AFINES

35
BOLETIN DE LA SECYTA
VOLUMEN 35 NÚM.1 (2014)
WWW.SECYTA.ORG

Soluciones Bruker para el análisis químico



SCION GC
Cromatógrafos de Gases



SCION SQ & TO
Sistemas GCMS y GCMSMS



compact QqTOF
Sistemas LCMS-QTOF



aurora Elite
Sistemas ICP-MS



EVOQ LC-TO
Sistemas LC-MS/MS
Triple Cuadrupolo

Sistemas innovadores en Cromatografía y Espectrometría de Masas para Análisis Químico

- Soluciones potentes, estables y fáciles de implementar para cualquier reto analítico.
- Integración de tecnologías innovadoras y software diseñado para una máxima productividad y capacidad en cualquier aplicación analítica.
- Amplia combinación de tecnologías. Soluciones con GC, GC-MS Simple Cuadrupolo, GC-MSMS Triple Cuadrupolo, LC-MSMS Triple Cuadrupolo, ICP-MS, LCMS-QTOF, LC-IT, FTMS y MALDI-TOF/TOF
- Excelente soporte de expertos comprometidos con Vd. y sus objetivos analíticos.

Contacte con nosotros para mas detalles en info-bcad-spain@bruker.com o www.bruker.com

**Ahora disponible
también opción
libre de Helio
en GC SCION
y GC-MS!**

CROMATOGRAFÍA Y TÉCNICAS AFINES

Madrid, Junio de 2014 Vol. 35, núm. 1

ISSN 1132-1369

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

ÍNDICE

2 EDITORIAL

ARTÍCULO

- 3 Determinación de pesticidas en aguas residuales y lodos deshidratados por cromatografía líquida-espectrometría de masas

J. Campo, A. Masiá, C. Blasco, Y. Picó

NOTICIAS DE LA SECyTA

- 27 14^{as} Jornadas de Análisis Instrumental (JAI)

- 29 Nuevos socios

INFORMACIONES

- 30 Calendario de actividades

INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA

- 32 Artículos de interés

- 34 Reseña de libros

DE NUESTRAS EMPRESAS COLABORADORAS

- 36 Novedades técnicas

41 NORMAS GENERALES DE PUBLICACIÓN

43 NORMATIVA DE CONCESIÓN DE AYUDAS PARA LA ASISTENCIA A CONGRESOS

Redacción: María Luz Sanz (mlsanz@iqog.csic.es)
Ana Cristina Soria Monzón (acsoria@iqog.csic.es)
Instituto de Química Orgánica General (CSIC).
Juan de la Cierva 3, 28006 Madrid. Tel. 91 562 29 00
Fco. Javier Moreno (javier.moreno@csic.es)
José Ángel Gómez Ruiz (joseangel.gomez.ruiz@csic.es)
Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación (CSIC-UAM).
Nicolás Cabrera 9, 28049 Madrid. Tel. 91 001 79 00

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

Colaboradores: A. Agüera

Depósito legal: M-1902-1975

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

Diseño de portada: Pau de Riba

Los autores son responsables del contenido de sus artículos.

EDITORIAL

Estimados socios de la SECyTA,

Es conocido por todos que desde el año 2009 la disminución año tras año de los recursos destinados a la ciencia nos ha situado en el momento actual en los niveles presupuestarios de hace más de 15 años, con lo que eso representa para la ciencia española. Como presidenta de la SECyTA, quiero aprovechar este editorial para daros a todos los socios unas palabras de ánimo, y deciros que, en estos momentos tan complicados en los que todos tenemos que hacer un esfuerzo, la SECyTA pondrá todos los medios a su alcance para minimizar los efectos de la situación actual en nuestra pequeña comunidad científica y empresarial. Por ello, nos queremos mostrar lo más generosos posible, dentro de nuestras limitaciones, en la política de becas para fomentar vuestra asistencia a nuestras reuniones anuales y a los congresos nacionales e internacionales relacionados con las técnicas de separación. Quiero y deseo que esta situación económica pase lo antes posible y que todos podamos celebrarlo en un futuro muy próximo.

En la vida de la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines, las reuniones anuales son una de nuestras actividades más importantes, ya que permiten el encuentro con los socios, el intercambio de opiniones y la presentación de las innovaciones más interesantes en el campo de las técnicas de separación. Como ya sabéis, del 1 al 3 del próximo mes de octubre se celebrarán en Barcelona las 14^{as} Jornadas de Análisis Instrumental (JAI-2014) dentro del marco de la Expoquimia, lo que ayudará a dar una mayor difusión a nuestra reunión dentro de la comunidad química española y de otros países. Esta edición es la segunda que organiza nuestra Sociedad en colaboración con la Sociedad Española de Química Analítica (SEQA) y con el apoyo de la Sociedad de Espectroscopia Aplicada (SEA), la Sociedad Española de Espectrometría de Masas (SEEM) y la Sociedad Española de Proteómica (SEProt). Como ya es habitual, se prestará especial atención a los jóvenes investigadores, potenciando su inscripción mediante becas y favoreciendo su participación en todas las actividades.

Como en ediciones anteriores, a lo largo de las jornadas tendremos ocasión de conocer el impacto que la innovación y el desarrollo del conocimiento, tanto de las Técnicas Analíticas como del Análisis Instrumental, tienen en la resolución de los problemas actuales de la sociedad. Se presentarán los últimos avances en estos campos enfocados principalmente a la miniaturización, automatización, acoplamiento on-line, tratamiento de muestra, etc. y sus aplicaciones a diversas áreas de conocimiento, como medio ambiente, alimentos, fármacos y sistemas biológicos. Se ha elaborado un programa científico atractivo, competitivo y sugerente que permitirá crear un foro de discusión entre todos los profesionales del sector, favoreciendo la interacción entre los diferentes actores relacionados con el Análisis Instrumental (científicos, empresas, estudiantes, administración, etc.), y que potenciará las colaboraciones entre todos los profesionales implicados, lo que revertirá en beneficio de todos. Toda la información sobre la reunión la encontraréis en la página web de la SECyTA y en www.jai2014.com.

Durante las jornadas contaremos con conferenciantes de elevado prestigio como los Drs. Peter Schoenmakers (Universidad Libre de Ámsterdam), Salvatore Fanali (Instituto de Metodologías Químicas del CNR, Roma), Marcos N. Eberlin (Universidad de Campinas, Sao Paulo) y María Teresa Galcerán (Universidad de Barcelona), que nos contarán el resultado de sus últimas investigaciones relacionadas con las técnicas de separación y la espectrometría de masas. Las últimas tendencias en bioanálisis, bioelectrónica, bionanotecnología, nano-biosensores, tecnologías lab-on-a-chip, técnicas quimiométricas aplicadas al estudio de metabolómica, especiación y miniaturización e integración de sistemas analíticos serán abordadas por Evgeny Katz (Universidad Clarkson, Nueva York), el profesor Jeroen Kool (Universidad Libre de Ámsterdam), el profesor Romà Tauler (IDAEA, CSIC, Barcelona), el Dr. Arben Merkoçi (Institut Català de Nanociència i Nanotecnologia, Barcelona), la Dra. Pilar Bermejo (Universidad de A Coruña), y la Dra. M^a Mar Puyol (Universidad Autónoma de Barcelona). También tendremos nuestras sesiones de jóvenes investigadores y, como no podía ser de otra manera, la X Edición de los Premios José Antonio García Domínguez, patrocinados por Bruker Española S.A. Os animamos a todos a asistir y os esperamos en Barcelona.

María José González Carlos
Presidenta de la SECyTA

Determinación de pesticidas en aguas residuales y lodos deshidratados por cromatografía líquida-espectrometría de masas.

Julián Campo*, Ana Masiá, Cristina Blasco, Yolanda Picó

Grupo de Investigación en Seguridad Alimentaria y Medio Ambiental (SAMA-UV), Facultad de Farmacia, Universidad de Valencia, Av. Vicent Andrés Estellés s/n. 46100, Burjassot, Valencia, España.

* Corresponding author. Tel. +34 963543092; fax: +34 963544954; E-mail address: Julian.Campo@uv.es

RESUMEN

Este trabajo describe la puesta a punto de un método para determinar 50 pesticidas en aguas residuales y lodos deshidratados por cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas. La extracción en fase sólida (SPE) se aplicó al análisis de pesticidas en aguas y el método QuEChERS al análisis en sedimentos. El porcentaje de recuperaciones osciló entre 48.5% (diazinón) y 70% (hexitiazox y terbumetón), en las aguas residuales, y entre 40% (atrazina, desetil-atrazina, carbendazima y paratión-metil) y 105% (fenoxón-sulfona) en los lodos deshidratados, todos con desviaciones estándar relativas inferiores al 20%. Los límites de detección para los pesticidas van de 0.01 a 2.00 ng L⁻¹ en las aguas y de 0.03 a 1.67 ng g⁻¹ en los lodos deshidratados. Además se presentan los resultados de un amplio estudio realizado en octubre de 2010 y 2011 en 16 estaciones depuradoras de aguas residuales (EDAR) de los ríos Ebro, Guadalquivir, Júcar y Llobregat (España). En 2010 se detectaron hasta 29 pesticidas en las entradas de las depuradoras y 28 en las salidas, mientras que en 2011 se encontraron 33 y 34 analitos, respectivamente. Estos pesticidas se encontraron en intervalos de concentración de 0.33 ng L⁻¹ (terbumetón, 2011) a 2526.05 ng L⁻¹ (diurón, 2010) en el influente, y de 0.25 ng L⁻¹ (terbumetón, 2011) a 2821.12 ng L⁻¹ (carbendazima, 2011) en el efluente. En cuanto a las muestras de lodos, se detectaron 11 pesticidas en 2010 y 24 en 2011 en concentraciones de hasta 25667.34 ng g⁻¹ peso seco (ps).

Keywords: Aguas residuales, lodo deshidratado, LC-MS/MS, pesticidas, extracción en fase sólida (SPE), QuEChERS.

1. INTRODUCCIÓN

Los plaguicidas - ampliamente utilizados para proteger las plantas contra enfermedades, malas hierbas e insectos - son bioacumulativos y debido a su toxicidad también pueden afectar a otros organismos diferentes a

los que se pretende eliminar (Moganti *et al.*, 2008), especialmente en ecosistemas acuáticos (González *et al.*, 2012; Köck-Schulmeyer *et al.*, 2012). Debido a su extensa utilización en el tratamiento de cultivos, y a la escorrentía y flujos de retorno en la agricultura de regadío, los pesticidas contaminan las aguas superficiales, las cuales constituyen la principal vía de diseminación de estos desde sus zonas de aplicación a otros compartimentos del medio ambiente (Blasco y Picó, 2009). Así, a medida que el agua discurre por los campos de cultivo, recoge y transporta plaguicidas, que finalmente se depositan en lagos, ríos, humedales, aguas costeras y subterráneas. Además, gran parte de esta escorrentía incontrolada también termina en las Estaciones Depuradoras de Aguas Residuales (EDAR). Por todo lo anterior, con frecuencia se detectan pesticidas polares y altamente solubles en aguas superficiales y residuales en rangos de concentración del orden de ng L⁻¹ (Barco-Bonilla *et al.*, 2010; Belenguer *et al.*, 2014; Belmonte *et al.*, 2005; Köck-Schulmeyer *et al.*, 2011; Kuster *et al.*, 2008; Lazartigues *et al.*, 2011; Masiá *et al.*, 2013b; Ricart *et al.*, 2010).

Existen pocos artículos en revistas científicas que analicen las concentraciones de plaguicidas en EDAR españolas (Barco-Bonilla *et al.*, 2010; Bueno *et al.*, 2012), y la mayoría se centran principalmente en las EDAR ubicadas a lo largo del río Llobregat (González *et al.*, 2012; Köck-Schulmeyer *et al.*, 2012; Ricart *et al.*, 2010), dejando clara la falta de investigación en otras cuencas hidrográficas. Además, debido a la falta de niveles de referencia para estos compuestos en aguas residuales, su porcentaje de eliminación de dichas aguas apenas se ha determinado.

Para muestras ambientales, se han desarrollado y aplicado varios métodos de preparación de muestras, separación cromatográfica y detección de pesticidas. Los métodos más usuales de preparación de la muestra, en el caso de aguas, incluyen la extracción en fase sólida (SPE), la microextracción en fase sólida (SPME) y la microextracción en fase líquida (LLME) (Bedendo and Carasek, 2010; Belenguer *et al.*, 2014; Bonansea *et al.*, 2013). En el caso de matrices sólidas, la extracción con disolventes

sigue siendo obligada antes de utilizar alguno de los métodos anteriores para purificar los extractos. El método QuEChERS [acrónimo en inglés de **Q**uick, **E**asy, **C**heap, **E**ffective, **R**udge and **S**afe (rápido, fácil, económico, eficaz, sólido y seguro)], es una técnica de preparación de muestras sencilla y directa, ideal para el análisis multiresiduo de plaguicidas en una amplia gama de productos agrícolas y alimentarios (Belenguer *et al.*, 2014; Masiá *et al.*, 2013a). Pero a pesar de las remarcables ventajas que el método QuEChERS tiene sobre otros métodos de extracción con disolventes y su amplia difusión en el campo alimentario, su aplicación a muestras medioambientales es todavía muy escasa. Por otro lado, la cromatografía líquida de alta resolución combinada con espectrometría de masas en tándem (LC-MS/MS) es la técnica más común para la determinación de pesticidas debido a su capacidad cuantitativa y buena sensibilidad (en el rango de ng L⁻¹).

En este trabajo se optimizan y validan métodos de SPE y QuEChERS para la determinación de 50 plaguicidas (pertenecientes a diferentes familias químicas y actualmente en uso) en aguas de depuradora y lodos deshidratados, respectivamente. Además, los métodos desarrollados se aplican a una campaña de seguimiento (influyente, efluente y lodos deshidratados) realizada en varias EDAR localizadas en todo el territorio español. Estos datos han permitido calcular el porcentaje de eliminación de los pesticidas analizados en las depuradoras.

2. MATERIAL Y MÉTODOS

2.1. Reactivos

La selección de los pesticidas y metabolitos se basó en criterios como la extensión de uso del plaguicida, su solubilidad en agua y la susceptibilidad de su análisis por LC-MS. La lista incluye compuestos de diferentes familias, entre los que se encuentran: organofosforados, ureas, fenilureas, azoles, neonicotinoides, carbamatos, triazinas, cloroacetanilidas y acetanilidas.

Se trabajó con patrones de plaguicidas de alta pureza (98-99.9%) suministrados por Sigma-Aldrich (Steinheim, Alemania): acetoclor, alaclor, atrazina, desisopropil-atrazina, desetil-atrazina, azinfos-etil, azinfos-metil, buprofezín, carbendazima, carbofurano, 3-hidroxi-carbofurano, clorfenvinfos, clorpirifos, diazinón, diclofentión, dimetoato, diurón, etión, fenitrotión, fentión, fentión-sulfóxido, fentión-sulfona, hexitiazox, imazalil, imidacloprid, isoproturón, malatión, metiocarb, metoalaclor, molinato, ometoato, paratión-etil, paratión-metil, propanil, proclo-

raz, propazina, piriproxifén, simazina, tebuconazole, terbumetón, terbumetón-desetil, terbutilazina, 2-hidroxi-terbutilazina, desetil-terbutilazina, terbutrina, tiabendazol y tolclofos-metil. Otros patrones como los de fenoxón, fenoxón-sulfóxido y fenoxón-sulfona, suministrados por Dr. Ehrenstorfer (Augsburg, Alemania) estaban disponibles en disolución de acetonitrilo a una concentración de 10 µg mL⁻¹. Se prepararon disoluciones de patrones individuales en metanol a una concentración de 1000 mg L⁻¹. La disolución patrón de trabajo se preparó mezclando cantidades apropiadas de las disoluciones individuales y diluyéndolas en metanol hasta una concentración final de 0.5 mg L⁻¹. Las disoluciones de trabajo se prepararon diariamente por dilución de esta disolución en agua. Todas las disoluciones se almacenaron en botellas de vidrio de color ámbar a 4°C en la oscuridad.

El formiato amónico, el hidróxido de sodio y el ácido fórmico fueron adquiridos de Sigma-Aldrich (Steinheim, Alemania), mientras que el diclorometano y el metanol (grado gradiente para cromatografía líquida) se obtuvieron de Merck (Darmstadt, Alemania). El acetonitrilo se compró a Honeywell Burdick & Jackson (Muskegon, USA), el sulfato de magnesio a Alfa Aesar GmbH & CoKG (Karlsruhe, Alemania), el tri-sodio citrato dihidrato a VWR Chemicals (Leuven, Belgium), el cloruro de sodio y el di-sodio citrato de hidrógeno sesquihidrato a Merck KGaA (Darmstadt, Alemania), y el PSA y el C₁₈ a Análisis Vínicos SL (Tomelloso, España). El agua de alta pureza se preparó usando un sistema de purificación Milli-Q (Millipore, Milford, MA, USA).

2.2. Preparación de la muestra y análisis instrumental

2.2.1. Extracción de las aguas residuales

La separación y concentración de los plaguicidas presentes en las muestras de agua se realizó por extracción en fase sólida (SPE) (Masiá *et al.*, 2013a). Muy brevemente, las muestras de agua (250 mL) se pasan mediante vacío a través de cartuchos STRATA (Phenomenex 200 mg de sorbente / 6 mL de cartucho, Torrance, CA, USA), previamente pre-acondicionados (5 mL de metanol - diclorometano (50:50, v/v) y 10 mL de agua). Los cartuchos se secan y, a continuación, los analitos se eluyen gota a gota, y si es posible por gravedad, con 10 mL de diclorometano-metanol (50:50, v/v). Los extractos se evaporan a sequedad y se reconstituyen con 1 mL de metanol.

2.2.2. Extracción de los lodos deshidratados

El método QuEChERS se aplicó a 1 g de muestra de lodo liofilizado, que se pesó en un tubo falcón de 50 mL, y

se homogeneizó con 7.5 mL de agua y 10 mL de acetoni-trilo. Después se añadieron MgSO_4 (6 g), NaCl (1.5 g), tri-sodio citrato dihidrato [$\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 + 2\text{H}_2\text{O}$] (1.5 g) y di-sodio citrato de hidrógeno sesquihidrato [$\text{HOC}(\text{COOH})(\text{CH}_2\text{COONa}) 2 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$] (0.75 g). La mezcla se agitó intensamente en un vórtex durante 1 min y se centrifugó a 3000 rpm durante 5 min. Se limpió una alícuota (1 mL) de la fase orgánica superior mediante extracción de fase sólida dispersiva (dSPE) utilizando PSA (50 mg), MgSO_4 (150 mg) y C_{18} (50 mg). Esta mezcla se agitó en un vórtex durante 1 min y se centrifugó a 3000 rpm durante 5 min para finalmente analizar el sobrenadante.

2.2.3. Determinación mediante LC-MS/MS

Se utilizó un cromatógrafo líquido de la serie HP1200, provisto de un inyector automático, un desgasi-ficador, una bomba cuaternaria y un horno de columna, acoplado con un espectrómetro de masas de triple cua-drupolo (QqQ) Agilent 6410, equipado con una interfaz de ionización por electrospray (Agilent Technologies, Waldbronn, Alemania). En el cromatógrafo se utilizó una columna analítica Luna C_{18} (150 mm x 2.0 mm, 3 μm) de Phenomenex (Torrance, USA). La fase móvil estuvo compuesta de agua (A) y metanol (B), ambos conteniendo 10 mM de formiato amónico, y con el siguiente gra-diente lineal: 0 min (50 % B), 10 min (83 % B), 12 min (83 % B), 12.5 min (98 % B), 15.5 min (98 % B), y regre-so a las condiciones iniciales (tiempo de estabilización de 12 min, tiempo total de ejecución de 27.5 min). La tempe-ratura de la columna fue 30°C, el flujo de la fase móvil 0.4 mL min⁻¹ y el volumen de inyección 5 μL .

La determinación espectrométrica se realizó en modo SRM (selected reaction monitoring) con ionización por electrospray (ESI) en modo positivo. Para cada compuesto se monitorizaron dos transiciones ión precursor → ión pro-ducto características. La primera transición, y más abun-dante, se utilizó para la cuantificación, mientras que la segunda se usó como confirmación. Los parámetros de la fuente de ionización y la fragmentación se optimizaron por inyección directa de disoluciones patrón de plaguicidas. La energía de colisión y el voltaje de cono se optimizaron para cada pesticida (Tabla 1). Se utilizó nitrógeno como gas de colisión, nebulización y desolvatación. Los parámetros de la fuente de electrospray fueron: voltaje del capilar 4000 V, nebulizador 15 psi, temperatura de la fuente 300° C con flujo de gas de 10 L min⁻¹. Con el fin de maximizar la sensi-bilidad, el equipo trabajó en modo MRM (multiple reac-tion monitoring) dinámico, con un voltaje de 7 eV en la celda de aceleración para todos los compuestos.

Los datos se procesaron utilizando el software

MassHunter para análisis cualitativo y cuantitativo (cuantificación con patrón externo basada en las áreas de los picos) (A GL Sciences, Tokio, Japón).

2.2.4. Garantía de calidad/Control de calidad

Los métodos de análisis se validaron cuidadosamente y se realizó un estricto control de calidad de los resulta-dos. Para ello, parámetros como linealidad, sensibilidad, recuperaciones, precisión y efectos de matriz se evalua-ron en aguas residuales y lodos deshidratados de acuerdo a las Directrices relativas a la validación del procedi-miento y al control de calidad para residuos de plaguici-das (Documento N° SANCO/12495/2011) (Tabla 2). La linealidad se estableció mediante curvas de calibración ajustadas por mínimos cuadrados y obtenidas inyectando soluciones de concentraciones entre 0.01 y 50 ng mL⁻¹ de cada compuesto en metanol y en extractos de cada matriz. Los límites de detección (LOD) y cuantificación (LOQ) del método, ambos calculados utilizando matrices adicio-nadas, se definieron como la cantidad mínima de analito cuya transición de confirmación (SRM_2) presentó una relación señal-ruido (S/R) = 3 y = 10, respectivamente.

Con el fin de evaluar el efecto matriz se realizó una comparación entre las pendientes de las curvas de cali-bración preparadas tanto con metanol como con cada una de las matrices objeto de estudio. También se llevaron a cabo pruebas de recuperación adicionando muestras de agua con 10 ng L⁻¹ y muestras de lodos con 25 ng g⁻¹ de cada plaguicida. Se realizaron cinco repeticiones con el fin de evaluar la precisión del método.

En cuanto al control de calidad, se analizaron blancos de laboratorio y de campo, matrices adicionadas y se eva-luó la reproducibilidad de los resultados en cada muestra analizándolas por triplicado. Dichas repeticiones presen-taban diferencias inferiores al 25% para todos los plagui-cidas encontrados por encima del límite de detección del método analítico.

2.3. Descripción de la zona de estudio

Este estudio abarca 16 EDAR que vierten sus efluen-tes a los ríos Ebro (6), Guadalquivir (5), Júcar (2) y Llobregat (3), los cuales se encuentran entre los 15 ríos más largos de España (910, 657, 498 y 156 km, respec-tivamente). Estos ríos y sus cuencas fueron seleccio-nados debido a su importancia económica y ambiental (Navarro-Ortega *et al.*, 2012).

La ubicación de las EDAR monitorizadas en las cua-tro cuencas se muestra en la Fig. 1. Las EDAR analizadas

Tabla 1. Condiciones del MRM dinámico usado para la determinación de residuos de pesticidas por LC-MS/MS

Pesticida	t _R ^(a) (min)	Δt _R ^(b)	Ion Precursor	SRM ₁ ^c	Frag ^(d) (V)	EC ^(e) (V)	SRM ₂ ^(f)	Frag ^(d) (V)	EC ^(e) (V)	SRM ₂ /SRM ₁ (%)(%DSR) ^(g)
Acetoclor	13.1	3	270	224	120	10	148	120	10	32.2 (31)
Alaclor	13.09	3	270	238	80	10	162	80	15	85.7 (79)
Atrazina	9.06	2.5	216	174	120	15	132	120	20	16.6 (3)
Desetil-atrazina	3.82	2.2	188	146	120	15	104	121	24	29.8 (1)
Desisopropil-atrazina	2.62	1.5	174	132	120	15	96	120	15	117.9 (13)
Azinfos-etil	12.9	2	346	137	80	20	97	80	32	80.7 (5)
Azinfos-metil	10.03	2	318	132	80	8	125	80	12	57.3 (24)
Buprofezín	16.83	1.8	306	201	120	10	116	120	15	61.3 (4)
Carbendazima	3.91	3.5	192	160	95	17	132	95	25	10.3 (2)
Carbofurano	6.53	2	222	165	120	10	123	120	15	61.3 (4)
3-hidroxi-carbofurano	2.75	2	255	220	70	5	163	70	15	80 (11)
Clorfenvinfos	14.53	1.8	359	155	120	10	127	120	15	82.4 (28)
Clorpirifos	17.02	2	350	198	92	13	97	92	33	88.5 (0)
Diazinón	14.57	1.5	305	169	128	21	153	128	17	86.9 (74)
Diclofentión	17.02	1.5	315	287	120	5	259	120	10	46.7 (8)
Dimetoato	3.06	2.1	230	199	80	5	171	80	10	37.5 (12)
Diurón	9.82	2.5	233	160	120	20	72	120	20	4.0 (2)
Etión	17.01	2	385	199	80	5	171	80	15	38.5 (3)
Fenitrotión	12.45	1.5	278	125	140	15	109	121	12	61.6 (55)
Fenoxón	16.51	2	263	231	128	9	216	128	21	34.5 (6)
Fenoxón-sulfona	7.13	2.5	295	280	136	13	109	136	33	71.6 (23)
Fenoxón-sulfóxido	14.33	2	279	247	114	5	169	114	13	70.7 (27)
Fentión	14.33	2	279	247	114	5	169	114	13	70.7 (27)
Fentión-sulfona	7.89	2	311	125	146	17	109	146	21	59.4 (2)
Fentión-sulfóxido	7.13	3	295	280	136	13	109	136	33	71.6 (23)
Hexitiazox	17.24	1.8	353	228	120	10	168	120	20	60.7 (4)
Imazalil	14.31	2	297	201	120	15	159	120	20	57.2 (3)
Imidacloprid	2.37	1.8	256	209	80	10	175	80	10	60.2 (19)

Tabla 1 (cont.). Condiciones del MRM dinámico usado para la determinación de residuos de pesticidas por LC-MS/MS

Pesticida	$t_R^{(a)}$ (min)	$\Delta t_R^{(b)}$	Ion Precursor	SRM ₁ ^c	Frag ^(d) (V)	EC ^(e) (V)	SRM ₂ ^(f)	Frag ^(d) (V)	EC ^(e) (V)	SRM ₂ /SRM ₁ (%)(%DSR) ^(g)
Isoproturón	9.45	2.5	207	165	120	10	72	120	20	16.7 (1)
Malatión	12.08	2	331	127	80	5	99	80	10	78.7 (37)
Metiocarb	11.45	2	226	169	80	5	121	80	10	75.4 (9)
Metoalaclor	13.01	2	284	252	120	10	176	120	15	10.2 (1)
Molinato	11.89	1.02	188	126	80	10	55	80	20	56.0 (9)
Ometoato	1.68	1.5	214	183	80	5	125	80	20	75.6 (3)
Paratión-etil	13.93	1.5	292	264	88	4	236	88	8	40.9 (5)
Paratión-metil	10.77	1.5	264	232	110	5	125	120	20	14.30
Procloraz	14.95	2	376	308	80	10	266	80	10	21.1 (12)
Propanil	11.48	2	218	162	120	15	127	120	20	64.6 (40)
Propazina	11.16	2	230	188	120	15	146	120	20	90.5 (9)
Piriproxifén	17.01	1.5	322	227	120	10	185	120	10	30.1 (4)
Simazina	6.61	2	202	132	120	20	124	120	20	81.8 (15)
Tebuconazole	14.31	2	308	125	95	25	70	95	21	5.1 (1)
Terbumetón	11.46	2	226	170	95	17	114	95	25	13.0 (0)
Terbumetón-desetil	7.2	2	198	142	90	13	86	90	25	28.5 (2)
Terbutilazina	11.51	1.5	230	174	95	13	96	95	25	13.3 (6)
2-hidroxi-terbutilazina	7.5	3	212	156	95	13	86	95	25	27.1 (1)
Desetil-terbutilazina	7.51	2	202	146	95	13	79	95	25	9.7 (4)
Terbutrín	13.22	2	242	186	120	15	71	120	20	4.4 (1)
Tiabendazol	5.3	3	202	175	95	25	131	95	25	34.7 (1)
Tolclofos-metil	15.03	2	301	269	120	15	125	115	12	112.0 (49)

(a) t_R = tiempo de retención; (b) Δt_R = intervalo del tiempo de retención, esto es la ventana del tiempo de retención centrado; (c) SRM₁ = ion producto seleccionado para cuantificación; (d) Frag = voltaje de fragmentación; (e) EC = energía de colisión; (f) SRM₂ = ion producto seleccionado para confirmación; (g) (%DSR) = desviación estándar relativa de la ratio SRM₂/SRM₁, calculada a partir de los valores medios obtenidos de las curvas de calibración de la matriz ajustada.

Tabla 2. Recuperación de los pesticidas seleccionados (Rec. %) y Desviación Estándar Relativa (DSR %) para una concentración de 10 ng L⁻¹ en aguas residuales y 25 ng g⁻¹ en sedimentos; límite de detección (LOD) y límite de cuantificación (LOQ) obtenidos para las dos matrices analizadas; efecto matriz expresado como la ratio pendiente en matriz / pendiente en el solvente (EM %).

Pesticida	Aguas residuales					Lodos deshidratados				
	Rec. (%)	DSR (%)	LOD (ng L ⁻¹)	LOQ (ng L ⁻¹)	EM (%)	Rec. (%)	RSD (%)	LOD (ng g ⁻¹)	LOQ (ng g ⁻¹)	EM (%)
Acetoclor	66	4	2.00	6.00	79.5	61	12	1.67	5.00	45.9
Alaclor	58	11	2.00	6.00	76	75	13	1.67	5.00	61.4
Atrazina	65	17	1.30	4.00	78	40	10	1.08	3.25	70.9
Desetil-atrazina	56	6	2.00	6.00	55	40	14	1.67	5.00	56.0
Deisopropil-atrazina	54	3	2.00	6.00	54	99	12	1.67	5.00	62.1
Azinfos-etil	58	17	0.50	1.50	73.5	98	12	0.42	1.25	67.8
Azinfos-metil	51	7	0.50	1.50	75.5	98	14	0.42	1.25	61.2
Buprofezín	52	19	0.50	1.50	100	62	11	0.42	1.25	59.2
Carbendazima	65	16	0.01	0.04	-	40	10	0.03	0.10	51.2
Carbofurano	58	13	0.20	0.60	72	77	11	0.17	0.50	81.2
3-hidroxi-carbofurano	67	5	0.20	0.60	82	42	13	0.17	0.50	85.1
Clorfenvinfos	61	18	0.20	0.60	80.5	42	20	0.17	0.50	65.2
Clorpirifos	52	4	0.20	0.60	99.5	44	11	0.17	0.50	50.9
Diazinón	49	6	0.04	0.20	83	60	15	0.03	0.10	58.4
Diclofentión	65	15	0.50	1.50	99.5	62	12	0.42	1.25	49.7
Dimetoato	57	4	1.00	3.00	72.5	64	11	0.83	2.50	56.7
Diurón	49	11	1.00	5.00	67.5	43	11	0.83	2.50	60.5
Etión	54	4	0.50	1.50	100.5	42	14	0.42	1.25	56.5
Fenitrotión	67	12	2.00	6.00	83.5	78	9	1.67	5.00	72.9
Fenoxón	78	7	0.40	2.00	77.5	78	13	0.34	1.00	60.8
Fenoxón-sulfona	57	12	0.20	1.00	85	105	10	0.17	0.50	-4.7
Fenoxón-sulfóxido	53	4	0.20	1.00	72	91	14	0.17	0.50	-0.2
Fentión	51	10	0.20	1.00	88.5	62	13	0.17	0.50	62.8
Fentión-sulfona	58	3	0.20	1.00	87	63	12	0.17	0.50	55.9
Fentión-sulfóxido	61	11	0.20	1.00	83	44	12	0.17	0.50	56.1
Hexitiazox	70	6	0.20	1.00	100	78	12	0.17	0.50	57.0
Imazalil	65	20	0.30	1.00	75.5	64	13	0.25	0.75	55.8
Imidacloprid	60	9	0.04	0.20	70	64	12	0.03	0.10	55.9
Isoproturón	56	7	0.30	1.00	75	64	10	0.25	0.75	60.5
Malatión	51	9	0.30	1.00	92	43	13	0.25	0.75	581.1
Metiocarb	66	5	0.30	1.00	76	41	11	0.25	0.75	44.2
Metoalaclor	52	8	0.30	1.00	80	61	12	0.25	0.75	47.8
Molinato	61	17	0.50	1.50	78	63	14	0.42	1.25	40.8
Ometoato	54	6	0.30	1.00	62.5	92	10	0.25	0.75	82.6
Paratión-etil	61	7	2.00	6.00	93	42	11	1.67	5.00	36.4
Paratión-metil	68	17	2.00	6.00	90.5	40	11	1.67	5.00	50.0
Procloraz	53	14	0.80	6.00	99.5	78	11	0.67	2.00	64.8

Tabla 2 (cont.). Recuperación de los pesticidas seleccionados (Rec. %) y Desviación Estándar Relativa (DSR %) para una concentración de 10 ng L⁻¹ en aguas residuales y 25 ng g⁻¹ en sedimentos; límite de detección (LOD) y límite de cuantificación (LOQ) obtenidos para las dos matrices analizadas; efecto matriz expresado como la ratio pendiente en matriz / pendiente en el solvente (EM %).

Pesticida	Aguas residuales					Lodos deshidratados				
	Rec. (%)	DSR (%)	LOD (ng L ⁻¹)	LOQ (ng L ⁻¹)	EM (%)	Rec. (%)	RSD (%)	LOD (ng g ⁻¹)	LOQ (ng g ⁻¹)	EM (%)
Propanil	57	3	0.30	1.00	75	44	12	0.25	0.75	64.3
Propazina	62	14	0.30	1.00	73	63	14	0.25	0.75	47.0
Piriproxifén	67	14	0.50	1.50	98.5	43	15	0.42	1.25	56.5
Simazina	58	8	2.00	6.00	73.5	63	13	1.67	5.00	46.9
Tebuconazole	49	11	0.13	0.40	-	43	12	0.33	1.00	59.4
Terbumetón	70	7	0.01	0.04	-	78	12	0.03	0.10	51.3
Desetil-terbumetón	66	4	0.13	0.40	-	61	12	0.33	1.00	62.9
Terbutilazina	67	13	0.01	0.04	-	78	9	0.03	0.10	50.3
2-hidroxi-terbutilazina	65	17	0.01	0.04	-	40	9	0.03	0.10	74.7
Desetil-terbutilazina	52	5	0.01	0.04	-	44	10	0.03	0.10	-2.5
Terbutrín	65	12	0.13	0.40	84.5	80	10	0.33	1.00	27.5
Tiabendazola	54	4	0.13	0.40	-	42	14	0.33	1.00	0.6
Tolclofos-metil	66	12	0.50	1.50	90	41	12	0.42	1.25	54.8

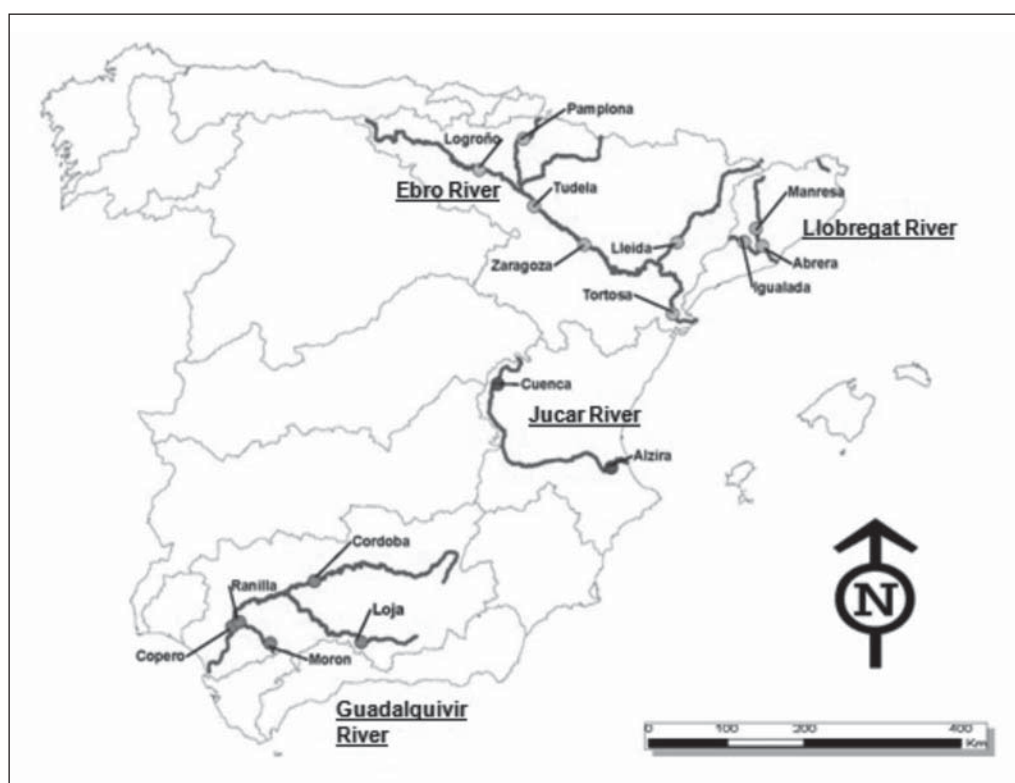


Figura 1. Localización de las EDAR en cada una de las cuencas seleccionadas.

en el río Ebro fueron Logroño, Pamplona, Tudela, Zaragoza, Lleida y Tortosa; en el río Júcar, Cuenca y Alzira; en el río Llobregat, Igualada y Manresa (en 2011 se añadió Abrera), y en el río Guadalquivir, Córdoba, Loja, Morón de la Frontera, Ranilla y Coperó (estas dos últimas tratan las aguas residuales de la ciudad de Sevilla, la cuarta ciudad más grande de España). Sus características se resumen en la **Tabla 3**.

Se realizaron dos campañas, octubre de 2010 y 2011, en las que se recogieron muestras de influente, efluente y lodos deshidratados en cada EDAR (15 en 2010 y 16 en 2011). Se recogieron muestras integradas de influente y efluente mediante un muestreador automático de volumen proporcional durante 24 horas (el dispositivo toma un volumen de muestra constante a intervalos de tiempo variables después de que un volumen determinado de aguas residuales ha pasado el punto de muestreo). En 2010, se analizaron muestras de influentes y efluentes puntuales en Alzira, Loja y Cuenca, mientras que en el 2011, sólo las muestras de Cuenca fueron puntuales. Las muestras de lodos deshidratados fueron proporcionadas por operarios de las EDAR y se trasladaron rápidamente a papel de aluminio. Antes de los análisis, las aguas residuales se filtraron con filtros de fibra de vidrio de 1 μm y después con filtros de membrana de nylon de 0,45 μm (VWR, Barcelona, España) vacío. Es importante señalar que durante los períodos estudiados los caudales del influente y el efluente no cambiaron significativamente.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Optimización y validación del método analítico

La **Fig. 2** muestra el cromatograma obtenido por LC-MS/MS al analizar una muestra de agua residual (efluente) adicionada con la mezcla patrón de 40 de los pesticidas estudiados a una concentración de 50 ng L^{-1} . La separación no es completa entre los distintos pesticidas, pero la especificidad del espectrómetro de masas permite cuantificar apropiadamente y eluirlos de la columna cromatográfica en un tiempo razonable, de aproximadamente 20 min, en las condiciones cromatográficas descritas en la sección experimental.

Los límites de determinación (LOD) y cuantificación (LOQ) obtenidos para los pesticidas en las aguas residuales y en los lodos deshidratados se muestran en la **Tabla 2**. Todos los compuestos presentan LOD inferiores a 100 ng L^{-1} , que es la tolerancia para plaguicidas individuales en el agua potable. En las muestras de agua residual los LOD oscilaron entre 0.01 y 2 ng L^{-1} , mientras que en las

de lodos se encontraban entre 0.03 y 1.67 ng g^{-1} . Por su parte, los LOQ se encontraron entre 0.04 ng L^{-1} y 6 ng L^{-1} para las aguas; y entre 0.1 y 5 ng g^{-1} para los lodos.

Las curvas de calibrado presentaron coeficientes de determinación (R^2) superiores a 0.99 para todos los compuestos seleccionados en ambas matrices. El efecto matriz se estudió en extractos de aguas y lodos adicionados a concentraciones entre 1 y 50 ng mL^{-1} en el extracto final, y se compararon con patrones de idéntica concentración preparados en metanol. En ambos casos, la respuesta fue lineal y se puede observar cómo, en general, tanto las muestras de agua residual como las de lodos deshidratados presentaban supresión de la respuesta inducida por la matriz (hasta un 46% y un 105%, respectivamente). No se observó incremento en la respuesta de los analitos para las aguas pero sí para los lodos (malatión 481% de incremento; **Fig. 3**). En todos los casos, el efecto de la matriz se corrigió mediante el uso de la curva de calibración preparada en matriz.

La eficiencia de la extracción de los 50 plaguicidas en agua por SPE y en lodos por el método de QuEChERS se presenta en la **Tabla 2**. En las aguas, las recuperaciones variaban de 49% a 70%, y en los lodos de 40% a 105%, con desviaciones estándar relativas por debajo del 20% en todos los casos.

3.2. Presencia de plaguicidas en muestras de aguas residuales y lodos

De los 43 analitos analizados en 2010, 29 se detectaron en las muestras de influente y 28 en las de efluente (**Tabla 4**). En 2011, de los 50 analitos seleccionados, se detectaron 33 y 34 en las muestras de influentes y efluente, respectivamente. Por lo tanto, no hay diferencias aparentes en el número de pesticidas que se encontraron a la entrada y a la salida de las EDAR consideradas.

La frecuencia de detección (en porcentaje) de las diferentes familias de plaguicidas durante ambas campañas, para cada cuenca hidrográfica, se muestra en la **Fig. 4**. Organofosforados, triazinas y azoles fueron los pesticidas más frecuentes, seguidos de carboxamidas, imitadores de hormonas juveniles y triazinas.

Si se tienen en cuenta las concentraciones máximas permisibles (MAC, por su sigla en inglés) estipuladas en la Directiva 2008/105/CE sobre plaguicidas en aguas de interior y otras aguas superficiales (700 ng L^{-1} para el alaclor; 2000 ng L^{-1} para la atrazina; 1800 ng L^{-1} para el diurón; 1000 ng L^{-1} para el isoproturón; 4000 ng L^{-1} para la simazina) solo el diurón supera estos límites, aunque el

Tabla 3. Descripción de las Estaciones Depuradoras de Aguas Residuales (EDAR) en las diferentes cuencas (los parámetros de calidad son representativos de todo el año).

Cuenca	EDAR	Residuos	Población Equiv. ^a	Población Servida (habitantes)	Caudal (m ³ día ⁻¹)	Tratamiento	Calidad del Influyente (mg L ⁻¹)	Calidad de Efluente (mg L ⁻¹)
EBRO	Pamplona	Doméstico	776190	349104 (2011)	86141 (2011)	Secundario ^b	DBO ₅ = 334; SS ^f = 298	DBO ₅ = 19; SS = 13 (2000)
	Logroño	Doméstico	466560	242374 (2011)	51387 (2011)	Secundario ^b	DBO ₅ = 283; SS = 217	DBO ₅ = 10; SS = 8 (2011)
	Tudela	Doméstico	46237	38969 (2010)	18573 (2010)	Secundario ^c	DBO ₅ = 223; SS = 214	DBO ₅ = 11; SS = 18 (2010)
	Zaragoza	Doméstico	1200000	652472 (2011)	259200 (2011)	Secundario ^b	DBO ₅ = 288	DBO ₅ = 23 (2011)
	Lleida	Doméstico	186000	140000 (2009)	59706 (2009)	Secundario ^b	DBO ₅ = 170; SS = 120	DBO ₅ = 9; SS = 6 (2011)
	Tortosa	Doméstico	46847	34642 (2011)	6670 (2011)	Secundario ^c	DBO ₅ = 355; SS = 343	DBO ₅ = 6; SS = 11 (2011)
GUADALQUIVIR	Córdoba	Doméstico	522000	516128 (2012)	108000 (diseño)	Secundario ^c	DBO ₅ = 1540; SS = 344	DBO ₅ = 77; SS = 20 (2013)
	Loja	Doméstico	30480	30480 (diseño)	-	Secundario ^c	-	-
	Morón de la Frontera	Doméstico	30000	30000 (diseño)	90000 (diseño)	Secundario ^c	DBO ₅ = 100	DBO ₅ = 4 (2010)
	Copero (Sevilla)	Doméstico	1487500	711000 (2010)	135000 (2010)	Secundario ^b	DBO ₅ = 244; SS = 254	DBO ₅ = 156; SS = 95 (2013)
	Ranilla (Sevilla)	Doméstico	555000	555000 (diseño)	90000 (diseño)	Terciario ^d	DBO ₅ = 370; SS = 400	DBO ₅ = 25; SS = 35 (diseño)
	Manresa	Doméstico, industrial	196167	196167 (diseño)	53500 (diseño)	Secundario ^b	DBO ₅ = 220; SS = 310	DBO ₅ = 11; SS = 25 (2011)
LLOBREGAT	Igualada	Doméstico	285666	80000 (diseño)	20000 (diseño)	Secundario ^c	DBO ₅ = 1118; SS = 875	DBO ₅ = 56; SS = 88 (2011)
	Abra	Doméstico	80000	285666 (diseño)	23000 (diseño)	Secundario ^b	DBO ₅ = 200; SS = 225	DBO ₅ = 4; SS = 5 (2011)
	Cuenca	Doméstico	80000	57000 (2012)	15000 (2012)	Secundario ^c	-	-
JUCAR	Alzira	Doméstico	232656	96230 (2012)	33584 (2012)	Terciario ^d	DBO ₅ = 220; SS = 220	BOD ₅ = 11; SS = 4 (2012)

(a) Población Equivalente: valores de diseño; (b) Pretratamiento: cribado, eliminación de arenas y grasas / Tratamiento biológico: aireación, floculación y decantación, desnitrificación; (c) Pretratamiento: cribado, eliminación de arenas y grasas / Tratamiento biológico: aireación, floculación y decantación; (d) Pretratamiento: cribado, eliminación de arenas y grasas / Tratamiento biológico: aireación, floculación y decantación / Tratamiento terciario: microfiltración, desodorización, ósmosis inversa; (e) DBO₅: Demanda bioquímica de oxígeno (cinco días); (f) SS: Sedimentos en suspensión.

Tabla 4. Concentración y frecuencia de aparición (en porcentaje) de cada plaguicida en las muestras de agua residual analizadas en 2010 y 2011. Las concentraciones se presentan como rango (mínimo - máximo), incluyendo el promedio entre paréntesis.

Familia/Compuesto	2010		2011	
	Concentración (ng L ⁻¹)	Frecuencia (%)	Concentración (ng L ⁻¹)	Frecuencia (%)
Anilida	2.01 - 49.76 (14.60)	10	n.d.	0
Propanil	2.01 - 49.76 (14.60)	10	n.d.	0
Azole	2.87 - 2120.84 (158.06)	91	2.62 - 229.08 (23.84)	38
Imazalil	5.22 - 2120.84 (292.32)	80	2.62 - 229.08 (35.88)	69
Procloraz	2.87 - 63.15 (23.81)	87	11.81 - 11.81 (11.81)	6
Benzimidazole	n.a.	n.a.	0.59 - 2821.12 (154.71)	92
Carbendazima	n.a.	n.a.	4.89 - 2821.12 (268.87)	47
Tiabendazole	n.a.	n.a.	0.59 - 505.36 (40.56)	91
Carbamato	2.79 - 140.40 (24.72)	17	1.26 - 105.31 (7.43)	10
3-hidroxi-carbofurano	4.48 - 140.40 (72.62)	10	4.05 - 4.05 (4.05)	3 ^b
Carbofurano	2.79 - 42.10 (9.00)	27	2.76 - 4.46 (3.61)	6
Metiocarb	3.77 - 5.74 (4.73)	20	1.26 - 105.31 (14.92)	31
Molinato	5.76 - 19.16 (12.54)	10	n.d.	0
Carboxamida	0.46 - 15.71 (4.97)	90	1.34 - 2.03 (1.78)	13
Hexitiazox	0.46 - 15.71 (4.97)	90	1.34 - 2.03 (1.78)	13
Cloroacetanilida	34.27 - 313.51 (129.21)	11	1.15 - 42.59 (23.50)	8
Acetoclor	n.d.	0	11.93 - 35.17 (28.86)	9
Alaclor	n.d.	0	n.d.	0
Metolaclor	34.27 - 313.51 (129.21)	33	1.15 - 42.59 (18.14)	16
Imitador de hormonas juveniles	0.48 - 75.46 (17.92)	90	1.58 - 1.58 (1.58)	3
Piriproxifén	0.48 - 75.46 (17.92)	90	1.58 - 1.58 (1.58)	3 ^a
Neonicotinoide	2.00 - 6.75 (3.39)	67	1.39 - 165.66 (34.44)	59
Imidacloprid	2.00 - 6.75 (3.39)	67	1.39 - 165.66 (34.44)	59
Organofosforados	1.02 - 848.00 (78.11)	24	0.69 - 640.16 (30.84)	14
Azinfos-etil	52.85 - 65.49 (59.17)	7 ^b	38.18 - 135.50 (86.84)	6
Azinfos-metil	n.d.	0	n.d.	0
Clorfenvinfos	3.07 - 268.10 (52.59)	80	0.69 - 78.16 (18.06)	44
Clorpirifos	1.02 - 163.72 (19.09)	90	0.86 - 108.68 (14.08)	72
Diazinón	3.58 - 315.97 (73.87)	97	0.72 - 75.34 (15.88)	84
Diclofentión	7.48 - 34.86 (14.59)	53	n.d.	0
Dimetoato	2.82 - 620.56 (101.09)	93	1.98 - 640.16 (88.13)	50
Etión	n.d.	0	4.22 - 12.80 (8.62)	9
Fenclorfos	n.d.	0	n.a.	n.a.
Fenitrotión	23.79 - 23.79 (23.79)	3 ^a	n.d.	0
Fenoxón	n.d.	0	n.d.	0
Fenoxón-sulfona	n.d.	0	16.76 - 16.76 (16.76)	3 ^b
Fenoxón-sulfóxido	5.14 - 50.36 (17.07)	20	n.d.	0
Fentión	n.d.	0	n.d.	0
Fentión-sulfona	10.07 - 35.34 (15.96)	33	13.22 - 13.22 (13.22)	3 ^a
Fentión-sulfóxido	n.d.	0	14.53 - 16.76 (15.65)	6
Malatión	848.00 - 848.00 (848.00)	3 ^a	n.d.	0
Ometoato	2.42 - 5.64 (3.98)	17	2.80 - 2.80 (2.80)	3 ^b
Paratión-etil	n.d.	0	n.d.	0
Paratión-metil	n.d.	0	n.d.	0
Tolclofos-metil	n.d.	0	n.d.	0

Tabla 4 (cont.). Concentración y frecuencia de aparición (en porcentaje) de cada plaguicida en las muestras de agua residual analizadas en 2010 y 2011. Las concentraciones se presentan como rango (mínimo - máximo), incluyendo el promedio entre paréntesis.

Familia/Compuesto	2010		2011	
	Concentración (ng L ⁻¹)	Frecuencia (%)	Concentración (ng L ⁻¹)	Frecuencia (%)
Triazina	3.90 - 277.44 (27.20)	35	0.25 - 236.83 (20.93)	35
Atrazina	3.90 - 27.44 (12.82)	47	7.20 - 36.90 (20.88)	13
Deisopropil-atrazina	14.55 - 41.79 (21.97)	20	31.60 - 34.63 (33.12)	6
Desetil-atrazina	15.99 - 158.37 (56.77)	57	6.42 - 24.74 (19.79)	9
Propazina	6.74 - 277.40 (42.82)	27	1.53 - 5.70 (3.66)	9
Simazina	5.00 - 5.00 (5.00)	7	4.55 - 37.79 (20.25)	22
Terbumetón	n.a.	n.a.	0.25 - 49.92 (11.78)	28
Desetil-terbumetón	n.a.	n.a.	0.46 - 236.83 (45.94)	28
Terbutilazina	n.a.	n.a.	2.15 - 35.54 (12.44)	50
2-hidroxi-terbutilazina	n.a.	n.a.	0.94 - 176.79 (24.47)	78
Desetil-terbutilazina	n.a.	n.a.	3.04 - 80.77 (19.90)	59
Terbutrín	5.00 - 182.87 (23.81)	73	0.82 - 73.46 (18.05)	84
Triazole	n.a.	n.a.	0.52 - 261.63 (22.99)	34
Tebuconazole	n.a.	n.a.	0.52 - 261.63 (22.99)	34
Sin clasificar	1.59 - 9.03 (5.68)	43	n.d.	0
Buprofezín	1.59 - 9.03 (5.68)	43	n.d.	0
Urea	1.00 - 2526.05 (168.64)	77	1.08 - 1217.94 (84.60)	69
Diurón	19.10 - 2526.05 (321.66)	77	5.56 - 1217.94 (158.72)	81
Isoproturón	1.00 - 101.76 (15.63)	77	1.08 - 34.22 (10.48)	56

(a) Sólo en la muestra de influente; (b) Sólo en la muestra de efluente; n.d.: no detectado; n.a.: no analizado.

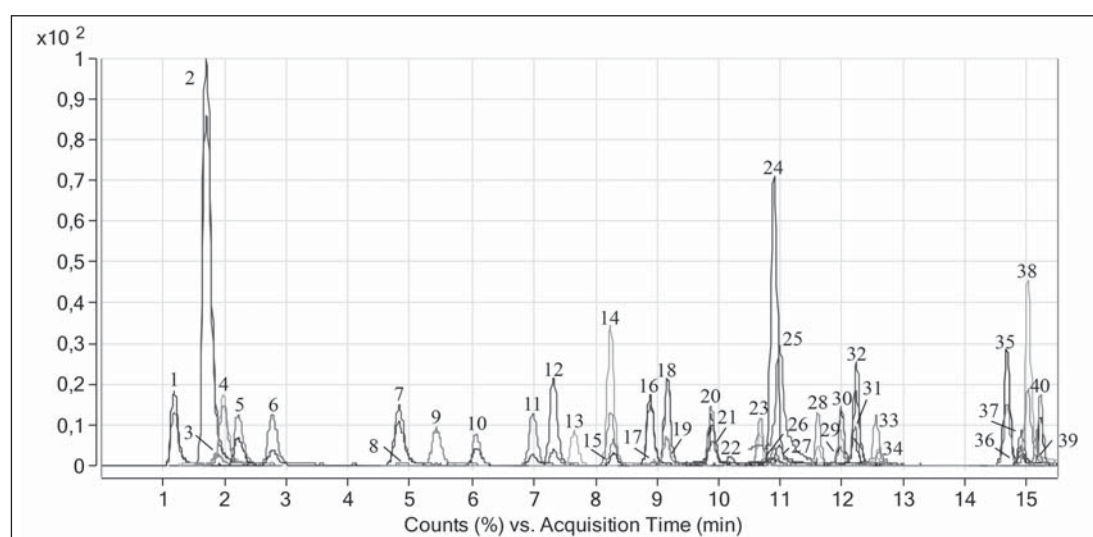


Figura 2. Cromatograma obtenido por LC-MS/MS al analizar una muestra de efluente adicionada con 50 ng L⁻¹ con la mezcla patrón de 40 pesticidas (1- ometoato, 2- imidacloprid, 3- desisopropil-atrazina, 4- 3-hidroxi-carbofurano, 5- dimetoato, 6- desetil-atrazina, 7- carbofurano, 8- simazina, 9- fenoxón-sulfona, 10- fentión-sulfona, 11- atrazina, 12- isoproturón, 13- diurón, 14- azinfos-metil, 15- fenoxón, 16- propazina, 17- paratión-metil, 18- metiocarb, 19- propanil, 20- malatión, 21- molinato, 22- fenitrotión, 23- azinfos-etil, 24- terbutrín, 25- metoalaclor, 26- alaclor, 27- acetoclor, 28- paratión-etil, 29- imazalil, 30- fentión, 31- clorfenvinfos, 32- diazinón, 33- procloraz, 34- tolclofos-metil, 35- buprofezín, 36- diclofentión, 37- piriproxfén, 38- etión, 39- clorpirifos, 40- hexitiazox).

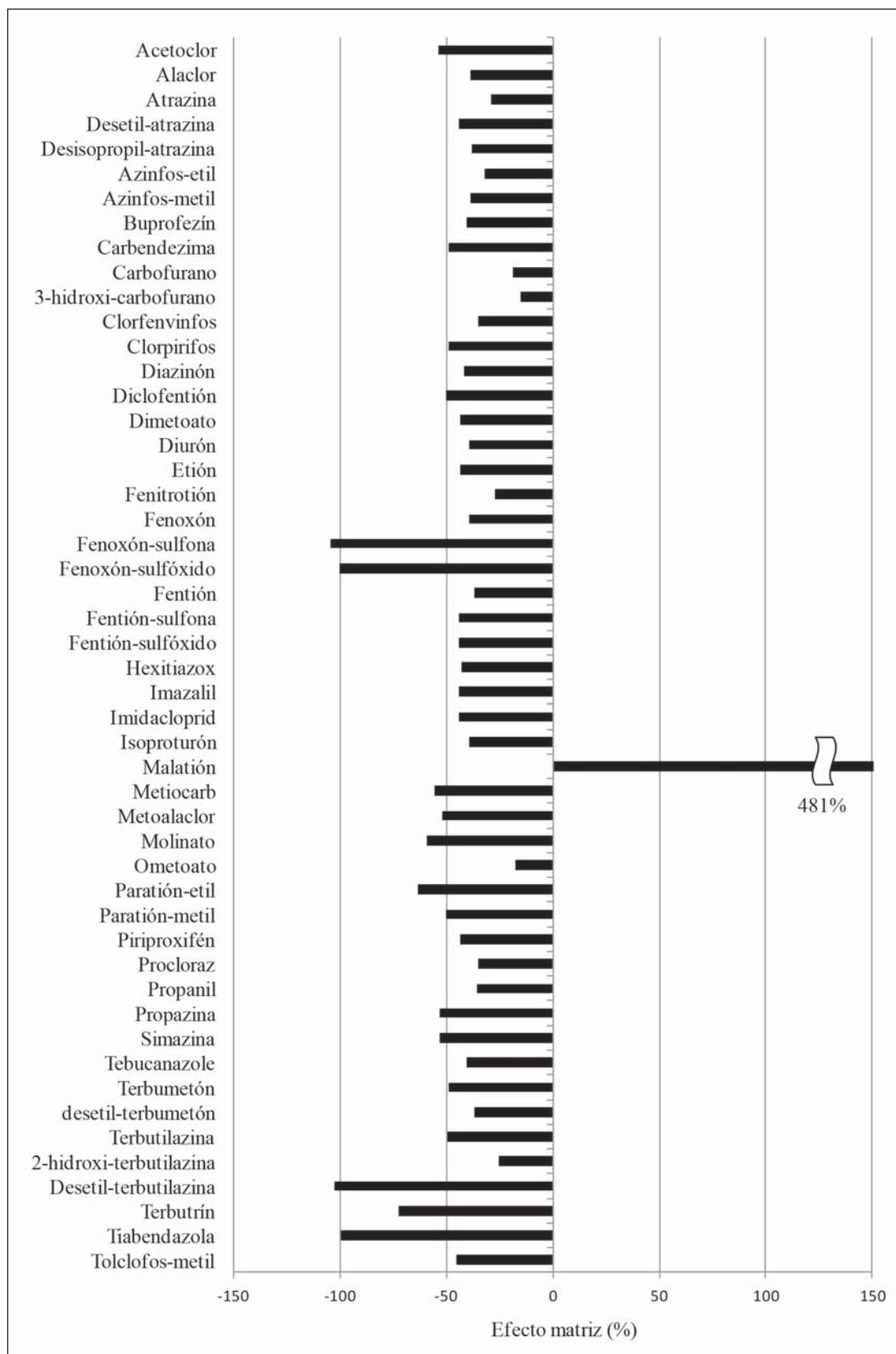
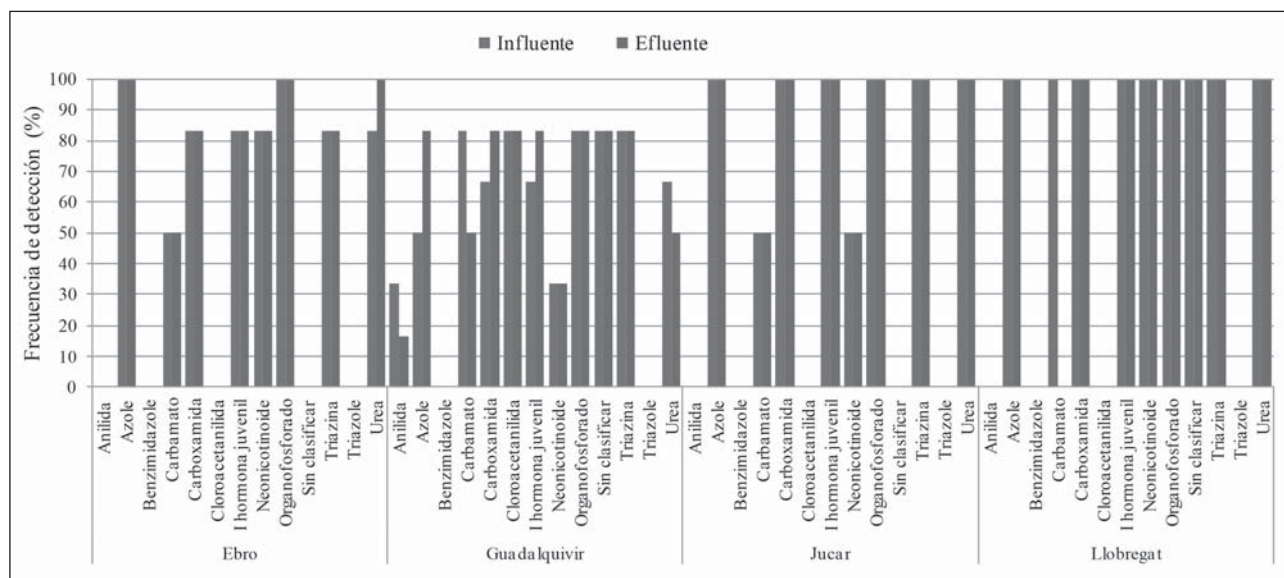


Figura 3. Efecto matriz (%) a concentraciones de 1-50 ng g⁻¹ en el extracto final de lodos deshidratados.

(a)



(b)

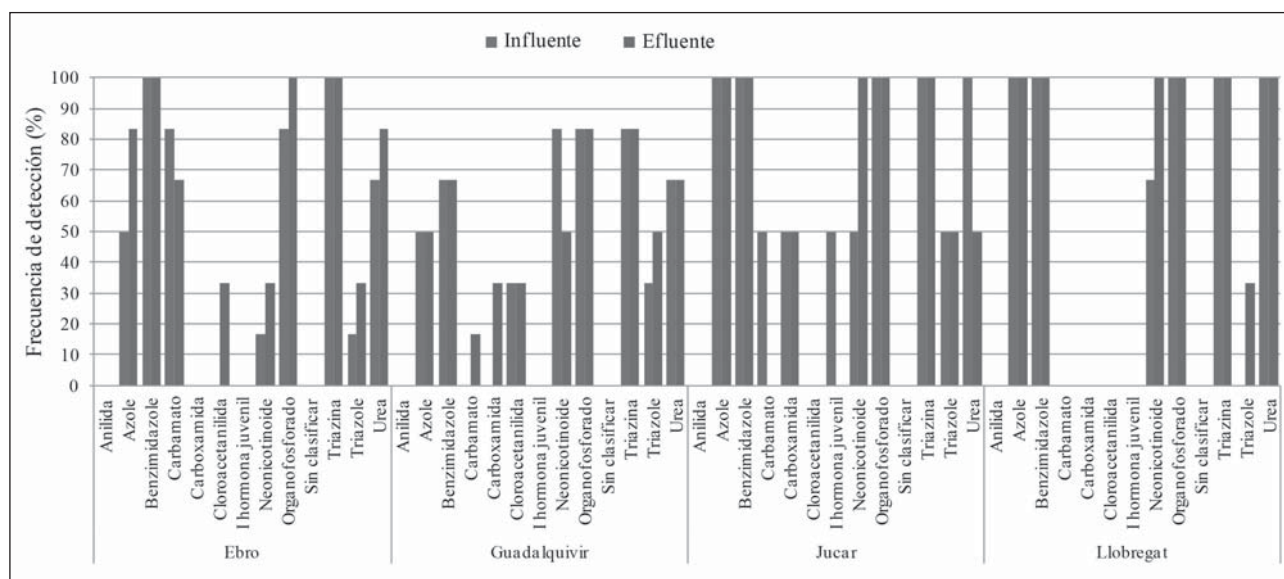


Figura 4. Frecuencia de detección (%) de las diferentes familias de plaguicidas en las EDAR de las cuatro cuencas de los ríos en las campañas de muestreo de (a) 2010 y (b) 2011.

límite de 500 ng L⁻¹ establecido para la suma total de plaguicidas (Directiva del Consejo Europeo 98/83/EC) se ha superado en muchos de los efluentes de las EDAR analizadas. Sin embargo, es importante destacar que aunque las concentraciones de los pesticidas detectados en este estudio fueron relativamente bajas (de acuerdo con las Directivas); este estudio sólo analizó algunos de ellos. Una gran variedad de otros compuestos, incluyendo otros pesticidas y productos de transformación, puede contribuir a la mala calidad de las aguas residuales que se van a reutilizar, especialmente si se tiene en cuenta que no hay ninguna ley o norma de la UE o de EEUU que legisle los niveles máximos de plaguicidas en aguas residuales (Barco-Bonilla *et al.*, 2010).

En lo referente a los lodos, en la primera campaña de muestreo se detectaron 11 pesticidas, mientras que en la segunda, el número de analitos identificados aumentó hasta 24. Es importante señalar que en 2011 todos los lodos de las EDAR estaban contaminados, con al menos un pesticida, de manera similar a lo ocurrido en 2010 con las muestras de las EDAR del Júcar y el Ebro. En dicho año, sólo el 40% y el 50% de los lodos de las EDAR del Guadalquivir y Llobregat, respectivamente, estaban contaminados con pesticidas. Con respecto a la frecuencia de las diferentes familias, y teniendo en cuenta los resultados obtenidos para las aguas residuales, es posible observar cómo los pesticidas que se detectaron comúnmente en las muestras de influente y efluente también estuvieron presentes en los lodos (**Tabla 5**).

El porcentaje de eliminación de los plaguicidas se calculó a partir de la concentración de analito en el influente (C_{in}) y el efluente (C_{ef}): $[(C_{in} - C_{ef}) / C_{in}] \times 100\%$. De acuerdo con esta ecuación, y evaluando la remoción de las familias más ubicuas, en 2010, en los organofosforados osciló entre ninguna (para clorfeninfos se encuentra una mayor concentración a la salida que a la entrada) y 93% (dimetoato), mientras que para los azoles se encontraba en un rango de -119% (imazalil) a 77% (procloraz). Del mismo modo, en 2011, el porcentaje de eliminación de organofosforados estaba entre -4575% (diazinón) y 97% (clorfeninfos), y en el caso de las triazinas, éste osciló entre -570% (terbutilazina) y 91% (terbumetón-desetil).

Al analizar la eliminación de pesticidas por cuenca y año, en el 2010, la EDAR menos eficiente en el río Ebro fue Tortosa, con -811% de remoción de clorfeninfos, y la más eficiente fue Pamplona, con un 74% de eliminación de diazinón (**Fig. 5**). En las EDAR del Guadalquivir, la remoción varió entre -290% de piriproxifén y 96% de propazina, ambas en Coper. En las EDAR del río Júcar,

los porcentajes estuvieron entre -204% de piriproxifén, en Cuenca, y 76% de dimetoato, en Alzira. Por último, en la cuenca del Llobregat, la EDAR de Manresa mostró el porcentaje de eliminación más bajo (-101% de hexitiazox) y el más alto (37% de clorfeninfos).

Trabajos anteriores que investigaron la presencia y la eliminación de plaguicidas en otras EDAR también indican porcentajes de remoción muy bajos y muy variables siendo, con frecuencia, las concentraciones de estos más altas en los efluentes que en los influentes (Bueno *et al.*, 2012; Köck-Schulmeyer *et al.*, 2013). Esto se podría deber a las variaciones en el muestreo debido a las limitaciones que lo condicionan. Las muestras de influente, efluente y lodos se recogieron el mismo día, sin embargo el tiempo de retención hidráulica oscila entre 24 y 72 h, y el tiempo de retención de sólidos entre 7.5 y 25 días, dependiendo de la planta. Las muestras compuestas de 24 horas pueden ser insuficientes para determinar la eliminación de pesticidas en las distintas EDAR.

En segundo lugar, las cargas de pesticidas se estimaron utilizando los resultados de agua filtrada, que no tienen en cuenta la fracción de compuestos en la fase no acuosa, por lo que se podría subestimar la carga total (Barco-Bonilla *et al.*, 2010). Otra causa podría ser la presencia de conjugados y/o metabolitos de plaguicidas que vuelven de nuevo a su forma original durante el tratamiento, la hidrólisis, o la desorción del material particulado durante la depuración de las aguas residuales (Köck-Schulmeyer *et al.*, 2013).

4. CONCLUSIONES

Este estudio muestra que tanto la SPE para aguas residuales como el QuEChERS para lodos deshidratados, combinados con la determinación por LC-MS/MS son métodos eficaces y exactos para la determinación de residuos de plaguicidas en dichas matrices.

Los datos obtenidos durante un periodo de dos años, confirman que la mayoría de los pesticidas sólo se eliminan parcialmente durante el tratamiento secundario utilizado, por lo general, en las estaciones depuradoras, lo que demuestra su persistencia (en 2010, el 42% de los analitos estaban presentes en más de la mitad de los efluentes de las EDAR consideradas). Los bajos porcentajes de remoción que se obtuvieron en este estudio (en 2010, 50% de los pesticidas no fueron eliminados o reducidos en las EDAR) podrían estar relacionadas con el proceso de depuración utilizado, los tiempos de retención hidráulica y de sólidos, además de la dilución y la temperatura

Tabla 5. Concentración y frecuencia de aparición (en porcentaje) de cada plaguicida en las muestras de lodo deshidratado analizadas en 2010 y 2011. Las concentraciones se presentan como rango (mínimo - máximo), incluyendo el promedio entre paréntesis.

Familia/Compuesto	2010		2011	
	Media (ng g ⁻¹ peso seco)	Frecuencia (%)	Media (ng g ⁻¹ peso seco)	Frecuencia (%)
Anilida	n.d.	0	29.59 - 29.59 (29.59)	7
Propanil	n.d.	0	29.59 - 29.59 (29.59)	7
Azole	0.10 - 1166.06 (120.80)	58	0.89 - 523.33 (51.60)	50
Imazalil	0.10 - 1166.06 (237.38)	92	0.89 - 523.33 (96.89)	86
Procloraz	2.43 - 9.14 (4.21)	25	3.74 - 8.88 (6.31)	14
Benzimidazole	n.a.	n.a.	0.61 - 198.30 (48.50)	32
Carbendazima	n.a.	n.a.	0.61 - 83.87 (17.14)	43
Tiabendazole	n.a.	n.a.	1.16 - 198.30 (79.87)	21
Carbamato	n.d.	0	n.d.	0
3-Hidroxi-carbofurano	n.d.	0	n.d.	0
Carbofurano	n.d.	0	n.d.	0
Metiocarb	n.d.	0	n.d.	0
Molinato	n.d.	0	n.d.	0
Carboxamida	1.41 - 7.31 (2.96)	42	3.26 - 7.63 (4.79)	21
Hexitiazox	1.41 - 7.31 (2.96)	42	3.26 - 7.63 (4.79)	21
Cloroacetanilida	2.24 - 2.24 (2.24)	6	n.d.	0
Acetoclor	n.d.	0	n.d.	0
Alaclor	n.d.	0	n.d.	0
Metolacolor	2.24 - 2.24 (2.24)	17	n.d.	0
Imitador de hormonas juveniles	4.09 - 40.92 (12.60)	42	2.72 - 63.04 (20.96)	36
Piriproxifén	4.09 - 40.92 (12.60)	42	2.72 - 63.04 (20.96)	36
Neonicotinoide	n.d.	0	0.79 - 1.06 (0.86)	29
Imidacloprid	n.d.	0	0.79 - 1.06 (0.86)	29
Organofosforados	0.05 - 77.88 (6.58)	260	0.66 - 25667.34 (1321.27)	11
Azinfos-etil	n.d.	0	n.d.	0
Azinfos-metil	n.d.	0	n.d.	0
Clorfeninfos	n.d.	0	2.19 - 2.19 (2.19)	7
Clorpirifos	1.02 - 77.88 (22.00)	92	1.80 - 112.55 (26.45)	93
Diazinón	0.62 - 21.66 (4.02)	83	0.66- 14.62 (4.99)	71
Diclofentión	n.d.	0	4.12 - 425.90 (145.70)	21
Dimetoato	n.d.	0	n.d.	0
Etión	0.03 - 0.03 (0.03)	17	1.45 - 25667.34 (6427.03)	29
Fenclorfos	n.d.	0	n.a.	n.a.
Fenitrotión	0.27 - 0.27 (0.27)	17	n.d.	0
Fenoxón	n.d.	0	n.d.	0
Fenoxón-sulfona	n.d.	0	n.d.	0
Fenoxón-sulfóxido	n.d.	0	n.d.	0
Fentión	n.d.	0	n.d.	0
Fentión-sulfona	n.d.	0	n.d.	0
Fentión-sulfóxido	n.d.	0	n.d.	0
Malatión	n.d.	0	n.d.	0
Ometoato	n.d.	0	n.d.	0

Tabla 5 (cont.). Concentración y frecuencia de aparición (en porcentaje) de cada plaguicida en las muestras de lodo deshidratado analizadas en 2010 y 2011. Las concentraciones se presentan como rango (mínimo - máximo), incluyendo el promedio entre paréntesis.

Familia/Compuesto	2010		2011	
	Media (ng g ⁻¹ peso seco)	Frecuencia (%)	Media (ng g ⁻¹ peso seco)	Frecuencia (%)
Paratión-etil	n.d.	0	n.d.	0
Paratión-metil	n.d.	0	n.d.	0
Tolclofos-metil	n.d.	0	n.d.	0
Triazina	2.59 - 10.61 (4.41)	7	0.91 - 60.35 (6.43)	10
Atrazina	n.d.	0	n.d.	0
Deisopropil-atrazina	n.d.	0	n.d.	0
Desetil-atrazina	n.d.	0	n.d.	0
Propazina	n.d.	0	n.d.	0
Simazina	n.d.	0	n.d.	0
Terbumetón	n.a.	n.a.	2.72 - 2.72 (2.72)	7
Desetil-terbumetón	n.a.	n.a.	n.d.	0
Terbutilazina	n.a.	n.a.	2.33 - 5.41 (4.38)	21
2-hidroxi-terbutilazina	n.a.	n.a.	4.21 - 4.21 (4.21)	7
Desetil-terbutilazina	n.a.	n.a.	n.d.	0
Terbutrín	2.59 - 10.61 (4.41)	42	0.91 - 60.35 (14.42)	71
Triazole	n.a.	n.a.	1.21 - 16.94 (6.87)	36
Tebuconazole	n.a.	n.a.	1.21 - 16.94 (6.87)	36
Sin clasificar	0.87 - 3.21 (1.37)	42	n.d.	0
Buprofezín	0.87 - 3.21 (1.37)	42	n.d.	0
Urea	n.d.	0	6.29 - 44.25 (25.27)	14
Diurón	n.d.	0	44.25 - 44.25 (44.25)	7
Isoproturón	n.d.	0	6.29 - 6.29 (6.29)	7

n.d.: no detectado; n.a.: no analizado.

Experience the quintessence

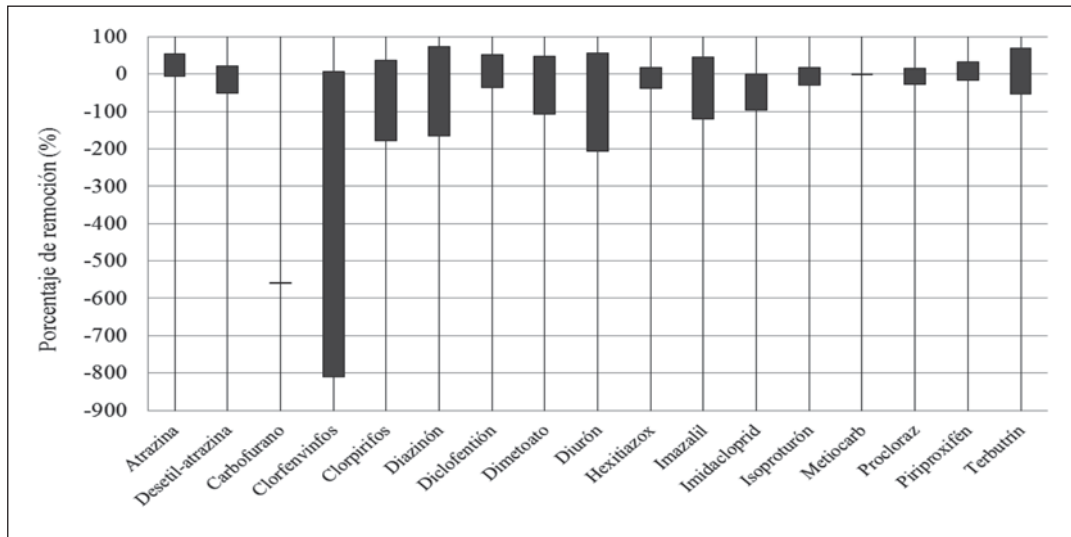
El sistema Milli-Q® Integral pone en su mano agua purificada y ultrapura.

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

Más información www.millipore.com/ultrapure



(a)



(b)

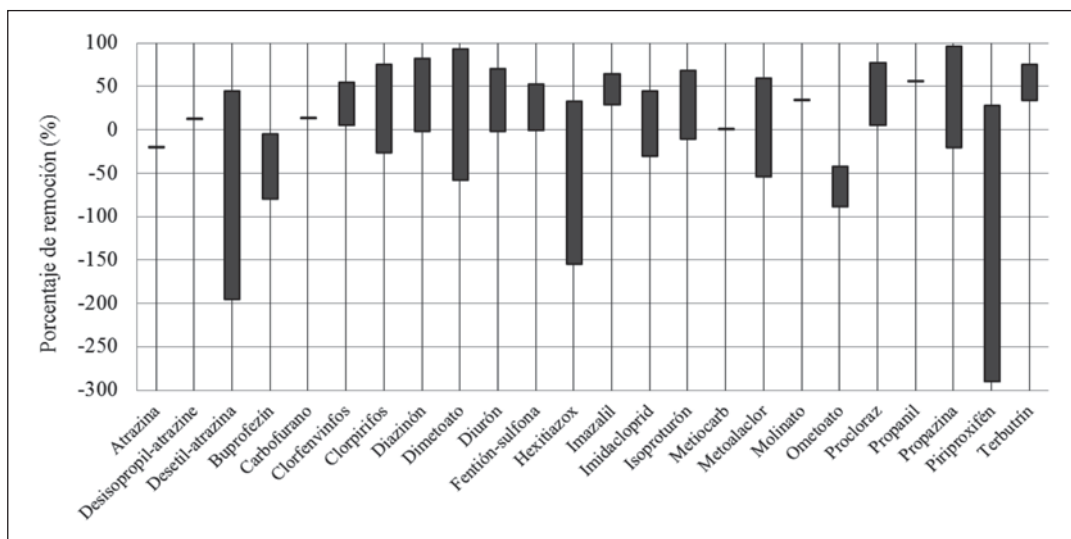
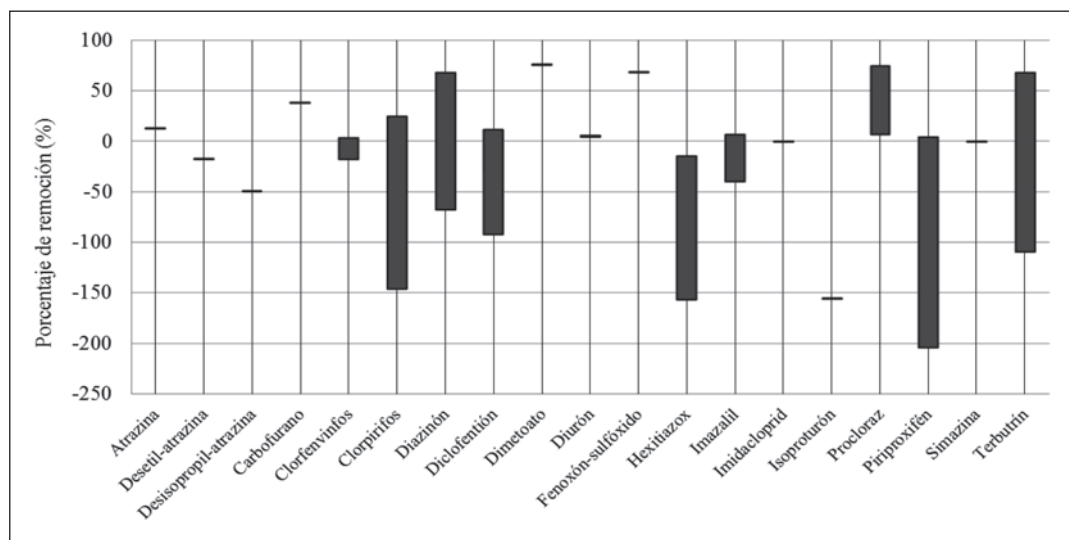


Figura 5. Porcentaje de eliminación de pesticidas en las EDAR de los ríos (a) Ebro, (b) Guadalquivir, (c) Júcar y (d) Llobregat en 2010.

(c)



(d)

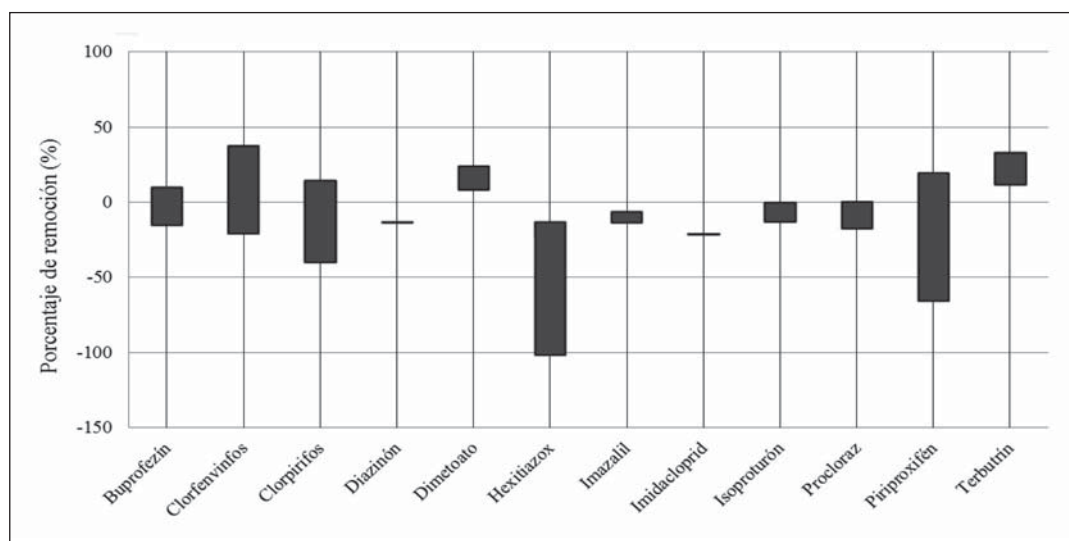


Figura 5 (cont.). Porcentaje de eliminación de pesticidas en las EDAR de los ríos (a) Ebro, (b) Guadalquivir, (c) Júcar y (d) Llobregat en 2010.

Nuevo Lanzamiento Chromeleon 7.2

Thermo Scientific™ Dionex™ Chromeleon™ 7.2 Chromatography Data System (CDS) es el primer software que combina separación (GC/IC/LC) y espectrometría de masas (MS) en un entorno global de empresa. **Chromeleon 7.2 CDS ofrece:**

Una plataforma de software que permite modernizar la cuantificación en flujos de trabajo de cromatografía y MS, reduciendo errores analíticos y esfuerzos de aprendizaje • Herramientas de productividad para el procesamiento instantáneo de datos, detección de pico precisa y edición de informes flexible • Arquitectura encarada al futuro, escalable y flexible

Le permite utilizar su MS como cualquier otro detector de rutina.

Simplemente Inteligente

- Solicite su CD de demostración de Chromeleon 7.2 CDS en thermoscientific.com/chromeleon



Aumenta tu productividad

solventando tus retos cromatográficos

Un paso adelante en el muestreo automático

La calidad de los resultados en cromatografía de gases depende de diversos factores, la estabilidad del sistema cromatográfico, la robustez y sensibilidad del detector, la habilidad del analista en la ejecución de la preparación de muestra...

Dentro de este proceso, la preparación de muestra y su introducción en el sistema cromatográfico suponen pasos fundamentales en la obtención de datos analíticos repetitivos y fiables.

El muestreador automático Thermo Scientific Triplus RSH posibilita la manipulación robótica de la muestra, de manera que añade la utilización de ciclos avanzados de manipulación de muestra a los modos de inyección de líquidos, espacio de cabeza y microextracción en fase sólida (SPME).

Tus resultados mejorarán en precisión y reproducibilidad, a la vez que tu laboratorio incorporará ventajas únicas en la operación desatendida del sistema y flexibilidad en la manipulación de la muestra.

Precisión Excepcional

- Funcionamiento reproducible
- Preparación básica de muestras y patrones automatizada
- Exactitud y fiabilidad

Flexibilidad Inigualable

- Cambio automático del modo de inyección sin intervención del usuario
- Inyección precisa de micro-muestras
- Ajuste automático de la técnica de inyección

Máxima Productividad

- Capacidad para un gran número de muestras
- Diseñado para realizar análisis 24/7 totalmente desatendidos
- Robustez



inicial de las aguas residuales y la configuración de la planta, junto con las propiedades físico-químicas de cada compuesto. Estos bajos porcentajes son responsables de la alta concentración de plaguicidas (por ejemplo, diurón) que se detectó en algunos efluentes, lo que puede poner en peligro la calidad del agua de los ecosistemas cuando dichos efluentes se reutilizan o se vierten directamente a los ríos. En consecuencia, las estaciones depuradoras de aguas residuales se pueden considerar un foco de contaminación de las aguas superficiales. También cabe señalar que el vertido directo de aguas residuales sin tratar a los ríos es mucho peor.

Teniendo en cuenta el principio de precaución, es recomendable una vigilancia continua y un control de calidad más estricto de las aguas residuales con el fin de adquirir un conocimiento más completo de la situación ambiental de las cuencas de los principales ríos españoles. Esto es muy importante si se quiere tener una imagen representativa de la calidad del agua de dichos ríos en un momento determinado, especialmente porque los niveles de contaminantes varían tanto espacial como temporalmente. Además, la monitorización de contaminantes debe ser complementada con estudios relacionados con la determinación de los efectos causados por la contaminación.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por el Ministerio Español de Economía y Competitividad a través de los Proyectos “Evaluación y predicción de efectos causados por el cambio global en la cantidad y calidad del agua en ríos ibéricos” (SCARCE, CSD-665-2009; <http://www.scarceconsolider.es/publica/P000Main.php>) y “Evaluación de contaminantes emergentes en la cuenca del río Turia: de la investigación básica a las aplicaciones de forensía medioambiental” (CGL2011-29703-C02-02; <http://mefturia.es/>).

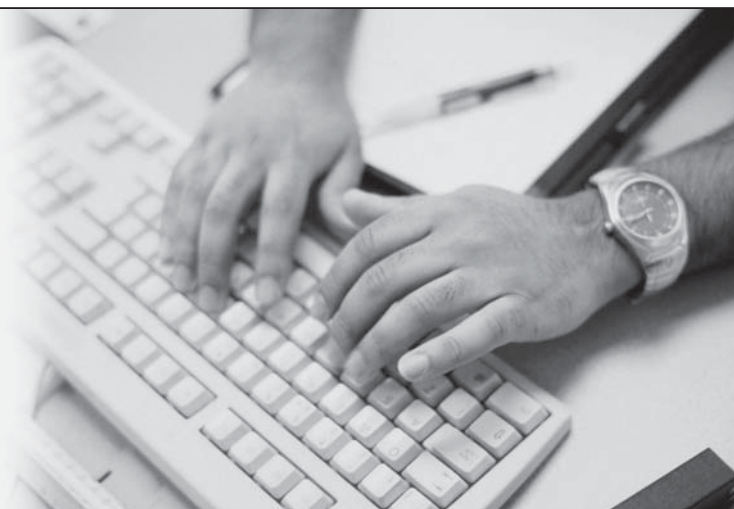
REFERENCIAS

- Barco-Bonilla, N., Romero-González, R., Plaza-Bolaños, P., Garrido Frenich, A., Martínez Vidal, J.L., 2010. Analysis and study of the distribution of polar and non-polar pesticides in wastewater effluents from modern and conventional treatments. *J. Chromatogr. A* 1217, 7817-7825.
- Bedendo, G. C., Carasek, E., 2010. Simultaneous liquid-liquid microextraction and polypropylene microporous membrane solid-phase extraction of organochlorine pesticides in water, tomato and strawberry samples. *J. Chromatogr. A* 1217, 7-13.
- Belenguer, V., Martínez-Capel, F., Masiá, A., Picó, Y., 2014. Patterns of presence and concentration of pesticides in fish and waters of the Júcar River (Eastern Spain). *J. Hazard. Mater.* 265, 271-279.
- Belmonte Vega, A., Garrido Frenich, A., Martínez Vidal, J.L., 2005. Monitoring of pesticides in agricultural water and soil samples from Andalusia by liquid chromatography coupled to mass spectrometry. *Anal. Chim. Acta* 538, 117-127.
- Blasco, C., Picó, Y., 2009. Prospects for combining chemical and biological methods for integrated environmental assessment. *TrAC Trends. Anal. Chem.* 28, 745-757.
- Bonansea, R. I., Amé, M. V., Wunderlin, D. A., 2013. Determination of priority pesticides in water samples combining SPE and SPME coupled to GC-MS. A case study: Suquia River basin (Argentina). *Chemosphere* 90, 1860-1869.
- Bueno, M.J.M., Gomez, M.J., Herrera, S., Hernando, M.D., Agüera, A., Fernández-Alba, A.R., 2012. Occurrence and persistence of organic emerging contaminants and priority pollutants in five sewage treatment plants of Spain: Two years pilot survey monitoring. *Environ. Pollut.* 164, 267-273.
- Directiva del Consejo Europeo /83/EC de 3 Noviembre de 1998 acerca de la calidad del agua para consumo humano. *Off. J. Eur. Communities L* 330/32 (1998).
- Directiva del Parlamento Europeo y del Consejo 2000/60/CE que establece un marco comunitario de actuación en el ámbito de la política de aguas, *Official Journal C* 513, 23/10/2000 (2000).
- Documento N° SANCO/12495/2011. Method validation and quality control procedures for pesticide residues analysis in food and feed.
- González, S., López-Roldán, R., Cortina, J.L., 2012. Presence and biological effects of emerging contaminants in Llobregat River basin: A review. *Environ. Pollut.* 161, 83-92.
- Köck-Schulmeyer, M., Ginebreda, A., Postigo, C., López-Serna, R., Pérez, S., Brix, R., Llorca, M., López de Alda, M.J., Petrovic, M., Munné, A., Tirapu, L., Barceló, D., 2011. Wastewater reuse in Mediterranean semi-arid areas: The impact of discharges of tertiary treated sewage on the load of polar micro pollutants in the Llobregat river (NE Spain). *Chemosphere* 82, 670-678.
- Köck-Schulmeyer, M., Ginebreda, A., González, S., Cortina, J.L., de Alda, M.L., Barceló, D., 2012. Analysis of the occurrence and risk assessment of polar pesticides in the Llobregat River Basin (NE Spain). *Chemosphere* 86, 8-16.

- Köck-Schulmeyer, M., Villagrasa, M., López de Alda, M., Céspedes-Sánchez, R., Ventura, F., Barceló, D., 2013. Occurrence and behavior of pesticides in wastewater treatment plants and their environmental impact. Original Research Article. Sci. Total Env. 458-460, 466-476.
- Kuster, M., López de Alda, M.J., Hernando, M.D., Petrovic, M., Martín-Alonso, J., Barceló, D., 2008. Analysis and occurrence of pharmaceuticals, estrogens, progestogens and polar pesticides in sewage treatment plant effluents, river water and drinking water in the Llobregat river basin (Barcelona, Spain). J. Hydrol. 358, 112-123.
- Lazartigues, A., Fratta, C., Baudot, R., Wiest, L., Feidt, C., Thomas, M., Cren-Olivé, C., 2011. Multiresidue method for the determination of 13 pesticides in three environmental matrices: water, sediments and fish muscle. Talanta 85, 1500-1507.
- Masiá, A., Campo, J., Vázquez-Roig, P., Blasco, C., Picó, Y., 2013a. Screening of currently used pesticides in water, sediments and biota of the Guadalquivir River Basin (Spain). J. Hazard. Mater. 263P, 95-104.
- Masiá, A., Ibañez, M., Blasco, C., Sancho, J.V., Picó, Y., Hernández, F., 2013b. Combined use of liquid chromatography triple quadrupole mass spectrometry and liquid chromatography quadrupole time-of-flight mass spectrometry in systematic screening of pesticides and other contaminants in water samples. Anal. Chim. Acta 761, 117-127.
- Moganti, S., Richardson, B.J., McClellan, K., Martin, M., Lam, P.K.S., Zheng, G.J., 2008. Use of the clam *Asaphis deflorata* as a potential indicator of organochlorine bioaccumulation in Hong Kong coastal sediments. Mar. Pollut. Bull. 57, 672-680.
- Navarro-Ortega, A., Acuña, V., Batalla, R.J., Blasco, J., Conde, C., Elorza, F.J., Elosegí, A., Francés, F., La-Roca, F., Muñoz, I., Petrovic, M., Picó, Y., Sabater, S., Sanchez-Vila, X., Schuhmacher, M., Barceló, D., 2012. Assessing and forecasting the impacts of global change on Mediterranean rivers. The SCARCE Consolidated project on Iberian basins. Environ. Sci. Pollut. Res. 19, 918-933.
- Resolución legislativa del Parlamento Europeo de 16 de diciembre de 2008 sobre la propuesta de Directiva del Parlamento Europeo y del Consejo sobre normas de calidad ambiental en el ámbito de la política de aguas y por la que se modifica la Directiva 2008/105/CE, [COM (2007)0765 - C6-0468/2007 - 2007/0279(COD)] (2008).
- Ricart, M., Guasch, H., Barceló, D., Brix, R., Conceição, M.H., Geiszinger, A., López de Alda, M.J., López-Doval, J.C., Muñoz, I., Postigo, C., Romaní, A.M., Villagrasa, M., Sabater, S., 2010. Primary and complex stressors in polluted Mediterranean rivers: Pesticide effects on biological communities. J. Hydrol. 383, 52-61.

NOTA DE LA 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.*



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

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

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

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

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

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



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

NOTICIAS DE LA SECyTA

14^{as} JORNADAS DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL



Las **14^{as} JORNADAS DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL (JAI)** ofrecen una oportunidad única para conocer las últimas investigaciones en el campo de la Química Analítica y el Análisis Instrumental, tanto desde un punto de vista de investigación fundamental como aplicado a la resolución de los problemas de la sociedad. Con un programa científico atractivo, competitivo y sugerente, las JAI, una edición más, se presentan como un punto de encuentro imprescindible para todos los profesionales implicados en este sector.

La celebración de las JAI dentro del marco de Expoquimia favorece la interacción entre los diferentes actores relacionados con el Análisis Instrumental (científicos, empresas, estudiantes, administración, etc.), potenciando las colaboraciones entre ellos para mejorar tanto el sector científico como el tecnológico.

Esta edición, organizada por la Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines (SECyTA) en colaboración con la Sociedad Española de Química Analítica (SEQA), y con el apoyo de la Sociedad de Espectroscopia Aplicada (SEA), la Sociedad Española de Espectrometría de Masas (SEEM) y la Sociedad Española de Proteómica (SEProt), prestará especial atención a los jóvenes investigadores potenciando su inscripción mediante becas y favoreciendo su participación en todas las actividades.

Estas jornadas tienen el objetivo de dar a conocer el impacto que la innovación y el desarrollo del conocimiento tanto de la Química Analítica como del Análisis Instrumental tienen en la resolución de los problemas actuales de la sociedad.

PROGRAMA CIENTÍFICO: NOVEDADES EN EL ANÁLISIS INSTRUMENTAL

El contenido científico de las 14^{as} JAI planteará y recogerá los avances, retos y fronteras en la instrumentación analítica. Para ello, se está articulando un programa científico con conferencias plenarias de elevada calidad, con ponentes de relevancia internacional que presentarán las últimas novedades sobre los diferentes aspectos de la Química Analítica y el Análisis Instrumental. Asimismo, habrá presentaciones científicas en forma de comunicaciones orales, “keynotes”, “flash-presentations” y sesiones dedicadas a los carteles. Se hará un especial esfuerzo para fomentar y favorecer la participación de jóvenes investigadores en el programa científico.

Conferencias plenarias:

- Ambient mass spectrometry: the whole world in your hands. Dr. Marcos N. Eberlin.
- Nano-LC applied to food analysis. Dr. Salvatore Fanali.
- Bioelectronics: from novel concepts to practical applications - Towards smart biosensors and implantable devices. Dr. Evgeny Katz.
- Analytics faster than a snake's attack. Dr. Jeroen Kool.
- Título por confirmar. Dr. Peter Schoenmakers.

Conferencias invitadas:

- Especiación de metaloproteínas en el medio marino. Dra. Pilar Bermejo.
- Analytical challenges and new trends in LC-MS. Dra. María Teresa Galcerán.
- Nanomaterials in diagnostics and sensor removal applications. Dr. Arben Merkoçi.

- Miniaturized analytical systems: simplification and improvement of conventional analytical instrumentation. Dra. M^a Mar Puyol.
- Desarrollo y aplicación de métodos quimiométricos para el análisis de datos ómicos ambientales. Dr. Romà Tauler.

SECRETARÍA TÉCNICA DEL CONGRESO

GRUPO PACÍFICO

Marià Cubí, 4 - Pral.

08006 BARCELONA (SPAIN)

Tel. +34 932 388 777 - Fax +34 932 387 488

e-mail: jai2014@pacifico-meetings.com

FECHAS CLAVE

15/08/2014	Fecha límite cuota reducida
1/10/2014	Inauguración de las 14 ^{as} JAI
3/10/2014	Clausura de las 14 ^{as} JAI

CUOTAS DE INSCRIPCIÓN (IVA incluido)

	antes 15/08/2014	después 16/08/2014
General	525 €	600 €
Socios de Sociedades organizadoras y expositores	395 €	475 €
Expoquimia		
Estudiantes (tarifa reducida)*	180 €	196 €

*La cuota reducida está dirigida a estudiantes de tercer ciclo y jóvenes investigadores. Para poder acogerse a esta cuota deberán ser miembros de alguna de las Sociedades organizadoras.

La cuota de inscripción incluye:

- Derecho a presentar comunicaciones (previa aceptación por el Comité Científico).
- Acceso a las sesiones (conferencias, comunicaciones, carteles).
- Comidas.
- Cafés.
- Portafolios conteniendo programa científico y resúmenes de las contribuciones científicas.
- Libre acceso a EXPOQUIMIA, EQUIPLAST y EUROSURFAS.

La inscripción debe realizarse a través del formulario online disponible en la web de las Jornadas (www.jai2014.com).

PUBLICACIÓN DE LAS COMUNICACIONES

El libro de resúmenes (o equivalente) se publicará y distribuirá entre los participantes junto con el programa científico.

Como en ediciones anteriores, las comunicaciones se podrán publicar en las revistas especializadas: Analytical and Bioanalytical Chemistry y Journal of Chromatography. En todos los casos deberán superar el proceso de revisión de la revista correspondiente.

COMITÉS

Comité Organizador

Presidenta	María José González (SECyTA)
Vicepresidenta	Elena Domínguez (SEQA)
Secretarias	Belén Gómara (SECyTA)
	Mercedes Torre (SEQA)
Tesorero	Jordi Díaz (SECyTA)
Vocales	Esteban Abad (SEEM)
	José Miguel Vadillo (SEA)
	Manuel M. Sánchez (SEProt)

Comité Científico

Presidenta	María José González (SECyTA)
Vicepresidenta	Elena Domínguez (SEQA)
Secretaria	Belén Gómara (SECyTA)
Vocales	Damià Barceló (SEEM)
	M ^a Cruz Moreno (SEA)
	Fernando J. Corrales (SEProt)
	Yolanda Picó (SECyTA)
	Elena Ibáñez (SECyTA)
	Joan Grimalt (SECyTA)
	Fco. Javier Santos (SECyTA)
	Soledad Muniategui (SEQA)
	José Luis Pérez Pavón (SEQA)
	Encarna Moyano (SEEM)
	José Manuel Costa (SEA)

PREMIOS

El Comité Científico, en colaboración con las Sociedades participantes y con las casas comerciales, otorgará premios a las mejores contribuciones en distintos temas. Las normas para optar a los mismos se pueden encontrar en la web de las Jornadas (www.jai2014.com).

BECAS

Con el fin de promover la participación de jóvenes investigadores, EXPOQUIMIA otorgará, a través de las distintas Sociedades, 50 becas. Por su parte, las Sociedades organizadoras completarán el número necesario para que todos los jóvenes que estén interesados puedan asistir.

En la página web (www.jai2014.com) de las Jornadas se facilitará el modelo de solicitud y la documentación necesaria para su presentación. Para la solicitud de becas, los interesados deben dirigirse a la Sociedad a la que pertenecen.

NUEVOS SOCIOS DE LA SECyTA

1723

Andrés Costa, María Jesús
C/ Artes Gráficas, 6 pta 7
46010 VALENCIA

1724

Ten Doménech, Isabel
C/ Sierra Martés 6, 12
46015 VALENCIA

1725

Gilbert López, Bienvenida
Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimen-
tación (CIAL), CSIC
C/ Nicolás Cabrera, 9
28049 MADRID

1726

Clavijo Roa, Sabrina del Sol
Burdils, 57
07680 MANACOR (BALEARES)

1727

von Eyken Bonafonte, Anna
Institut Quimic Sarrià.
Laboratori d'Anàlisis Mediambiental
Vía Augusta, 390
08017 BARCELONA

1728

González Sálamo, Javier
C/ Tajinaste, 47 Urbanización Carmenaty
38300 LA OROTAVA (SANTA CRUZ DE TENERIFE)

1729

Ayala Cabrera, Juan Francisco
Las Eras, 14
38208 SAN CRISTÓBAL DE LA LAGUNA (SANTA
CRUZ DE TENERIFE)

1730

Rubírola Gamell, Adrià
Aigües de Barcelona
General Batet, 1-7
08028 BARCELONA

1731

Cerdà Martín, Víctor
Calle Pi, 37
07193 BUNYOLA (SA COMA, BALEARES)

1733

Balcells Aribau, Georgina
Grupo de investigación en Bioanálisis y Servicios
Analíticos
Laboratorio de Control Antidopaje de Barcelona
IMIM (Instituto Hospital del Mar de Investigaciones
Médicas)
Doctor Aiguader, 88
08003 BARCELONA

1734

Borràs Iglesias, Eva
Prat de la Riba, 9, 2, 1
43001 TARRAGONA

1735

Fernández Pascual, Sergi
C/ Florencio Vives, 10, 2ª^a
43002 TARRAGONA

1737

Bago Rodríguez, Ana María
Avenida Meridiana, 388-390, 5ª^a
08030 BARCELONA

1739

Guillem Parra, Maite
Bulevar Juan Carlos I, 21, 10ºJ
24400 PONFERRADA (LEÓN)

1740

Dulsat Mas, Júlia
Platja Cassà, 26 5º piso
08350 ARENYS DE MAR (BARCELONA)

1741

Singla Milà, Mireia
Doctor Santiago Tiffón, 1
08107 MARTORELLES (BARCELONA)

1745

Fariña Gómez, Noemí
Instituto de Química Orgánica General
Consejo Superior de Investigaciones Científicas
(CSIC)
Juan de la Cierva, 3
28006 MADRID



INFORMACIONES

CALENDARIO DE ACTIVIDADES

- 1. 10th Annual LC/MS/MS Workshop on Environmental Applications and Food Safety**
1 - 3 Julio de 2014. Barcelona (España)

Conference Secretariat: Dr. Mira Petrovic
Catalan Institute for Water Research (ICRA)
mpetrovic@icra.cat

- 2. PREP 2014: 27th International Symposium on Preparative and Process Chromatography**
20 - 23 Julio de 2014. Boston, Massachussets (EE.UU.)

Ms. Janet Cunningham (PREP Symposium/Exhibit Manager)
www.LinkedIn.com/in/BarrEnterprises
janetbarr@aol.com
<http://www.prepsymposium.org/>

- 3. ISSS 2014: 20th International Symposium on Separation Sciences**
30 de Agosto - 2 de Septiembre de 2014. Praga (República Checa)

Symposium chairmen: A. Horna y P. Jandera
Secretaría: Radanal, Ltd.
Okružní 613, 530 03 Pardubice,
Czech Republic
info@iss2014.cz
www.iss2014.cz/en/

- 4. Dioxin 2014: 34th International Symposium on Halogenated Persistent Organic Pollutants**
31 Agosto - 5 Septiembre de 2014. Madrid (España)

Chair: Dra. Begoña Jiménez
Secretaría Técnica:
MCI Spain
dioxin2014@mci-group.com
www.dioxin2014.org

- 5. ISC 2014: 30th International Symposium on Chromatography**
14 - 18 Septiembre de 2014. Salzburgo (Austria)

PCO Tyrol Congress (Conference Secretariat)
Rennweg 3, A-6020 Innsbruck, AUSTRIA
i.kaehler@cmi.at
www.pco-tyrolcongress.at

- 6. 14^{as} Jornadas de Análisis Instrumental**
1 - 3 Octubre de 2014. Barcelona (España)

Presidenta comité organizador:
Prof. M^a José González
Secretaría Técnica:
Grupo Pacífico
jai2014@pacifico-meetings.com
<http://jai2014.com/index.php/es/>

- 7. International Symposium on GPC/SEC and Related Techniques**

30 de Septiembre - 2 de Octubre de 2014. Frankfurt (Alemania)

Organizadora: Suzanne Decatur
Suzanne@cosmoscience.org
Web: goo.gl/j9DCrW

- 8. SFC 2014: 8th International Conference on Packed Column SFC**
8 - 10 Octubre de 2014. Basilea (Suiza)

Conference manager: Michelle Besanceney
register@greenchemistrygroup.org
greenchemistrygroup.org/index.html

- 9. µTAS 2014: 18th International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Science**

26 - 30 de Octubre de 2014. San Antonio (Tejas, EE.UU.)

Conference Co-chairs: Stephen C. Jacobson y Jörg P. Kutter
www.microtas2014.org/

- 10. HPLC 2015: 42nd International Symposium on High Performance Liquid Phase Separations and Related Techniques**

21 - 25 Junio de 2015. Ginebra (Suiza)

Symposium Chair : Prof. Gérard Hopfgartner
Congress Secretariat: Symporg SA
Rue Rousseau 30
CH-1201 Geneve / Switzerland
hplc2015@symporg.ch
www.hplc2015-geneva.org/

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

6 - 10 Septiembre de 2015. Burdeos (Francia).

Conference Co-chairs: Philippe Garrigues y Christian Rolando
<http://www.euroanalysis2015.com>

12. IMA 2015: 9th International Conference on Instrumental Methods of Analysis-Modern Trends and Applications

20 - 24 Septiembre de 2015. Kalamata (Grecia)

Chairpersons:
 Profs. John Kapolos y
 Maria Ochsenkühn-Petropoulou
www.ima2015.teikal.gr
ima2015@teikal.gr

13. ITP 2014 & LACE 2014: 21st International Symposium on Electro- and Liquid Phase-Separation Techniques. 20th Latin-American Symposium on Biomedical, Biopharmaceutical and Industrial Applications of Capillary Electrophoresis and Microchip Technology

4 - 8 Octubre de 2014. Natal (Brasil)

<http://www.latince.com>

14. SPICA2014: International Symposium Preparative & Industrial Chromatography & Allied Techniques

5 - 8 Octubre 2014. Basilea (Suiza)

Chairman: E. Francotte
secretariat@ldorganisation.com
www.ldorganisation.com/v2/produits.php?langue=english&cle_menus=1238915759

15. RAFA 2015: 7th Recent Advances in Food Analysis

3 - 6 Noviembre de 2015. Praga (República Checa)

Prof. Dr. Jana Hajslova (chair) and Prof. Dr. Michel Nielen (co-chair)
http://www.rafa2015.eu/RAFA_2015_1st_flyer.pdf

16. APCE 2014: 14th Asia Pacific International Symposium on Microscale Separation and Analysis

7 - 10 Diciembre de 2014. Kyoto (Japón)

APCE2014@anchem.mc.kyoto-u.ac.jp



Queridos lectores,

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

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

El Comité Editorial



ARTÍCULOS DE INTERÉS

USO DE DIFERENTES TÉCNICAS CROMATOGRAFICAS PARA EL ANÁLISIS DE ANTIOXIDANTES Y SUS PRODUCTOS DE DEGRADACIÓN EN ENVASES Y RECUBRIMIENTOS ALIMENTARIOS DE POLIPROPILENO

La migración a los alimentos de compuestos provenientes de los envases que los contienen es un problema con importante repercusión. Los embalajes deberían estar diseñados para ceder la menor cantidad posible de sustancias al alimento, para no afectar a sus características físico-químicas y para preservarlos de agentes ambientales. Sin embargo, desgraciadamente, en la actualidad los envases son una fuente potencial de contaminación de alimentos. En muchos casos los envases incluyen en su composición antioxidantes como el Irgafos 168 o Irganox 1010 para preservar la estructura del polímero al ser sometido a altas temperaturas o frente a la luz Ultravioleta (UV), pero sin embargo algunos de estos compuestos y sus productos de degradación pueden migrar a los alimentos. Uno de los envases más utilizados es el polipropileno (PP), obtenido de la polimerización del propileno, que pertenece al grupo de las poliolefinas y presenta una gran resistencia física.

La cromatografía desempeña un papel fundamental en la detección y cuantificación de estos compuestos procedentes de los envases, constituyendo por ello una herramienta imprescindible en el campo de la química analítica. En los últimos años, esta técnica ha experimentado grandes avances que han llevado a la diversificación de sus equipos con el fin de aportar una mayor capacidad resolutoria. En esta revisión se resumen tres artículos recientes donde emplean diferentes técnicas analíticas como son la espectrometría de masas con ionización por electrospray (ESI MS), la cromatografía de gases (GC) acoplada tanto a detectores de llama (FID) como de masas (MS), la cromatografía de gases completa en dos dimensiones (GCxGC) acoplada a un espectrómetro de masas con analizador de tiempo de vuelo (TOF MS) o la cromatografía de líquidos (LC) para el análisis de antioxidantes y sus compuestos de degradación en envases o recubrimientos de PP sometidos a diferentes tratamientos físico-químicos.

Microwave heating causes rapid degradation of antioxidants in polypropylene packaging, leading to greatly increased specific migration to food simulants as shown by ESI-MS and GC-MS

Jonas Alin, Minna Hakkarainen

Journal of Agricultural and Food Chemistry 59 (2011) 5418-5427

En la actualidad se ha generalizado el uso del horno microondas (MW) para el calentamiento de alimentos y con ello los envases se han ido adaptando para poder soportar dicha radiación. En este trabajo se pretende determinar si la migración experimentada por los antioxidantes procedentes de envases de PP sometidos a diferentes simulantes de alimentos (agua, 10% etanol, 99,9% etanol, 3% ácido acético y 90:10 isooctano/etanol) durante el calentamiento por MW es general o específica y comparar dicha migración con la obtenida mediante calentamiento convencional. Para conseguir este objetivo los extractos se analizaron mediante GC-MS utilizando una columna CP-SIL 8 CB y mediante ESI MS, proponiendo el uso de esta última técnica como una nueva alternativa para el análisis de compuestos semivolátiles en este tipo de matriz.

El empleo de ambas técnicas resultó complementario, observándose una degradación significativa de los antioxidantes y un aumento de migración específica durante el calentamiento con MW en los simulantes de alimentos grasos, mientras que no se detectó degradación durante el tratamiento convencional a las mismas temperaturas. La migración detectada en los ensayos con disolventes acuosos fue significativamente menor, limitada por la solubilidad de los migrantes en estos disolventes. La migración de los compuestos individuales fue, en general, menor que los límites de seguridad establecidos y que los calculados teóricamente por los autores para el peor de los escenarios posibles en los envases estudiados. La única excepción fue para el 2,4-di-tert-butilfenol (producto de degradación del Irgafos 168) que migró en mayores concentraciones durante el calentamiento con MW en isooctano.

Comprehensive on-line HPLC-GC for screening potential migrants from polypropylene into food: The effect of pulsed light decontamination as an example

Roberto Castillo, Maurus Biedermann, Anne-Marie Riquet, Koni Grob

Polymer Degradation and Stability 98 (2013) 1679-1687

Una técnica utilizada para la esterilización de envases alimentarios es la aplicación de pulsos de luz blanca

(PL) rica en UV de 200-400 nanómetros, debido a sus altos porcentajes de higienización en superficies irradiadas con la eliminación de hasta el 99,9% del total de microorganismos presentes. En este trabajo los autores estudian los efectos de los PL y la posible formación de compuestos de degradación en films de PP que contienen Irgafos 168. Los resultados se comparan con los obtenidos al suplementar esos films por extrusión con Irgafos 168, Irganox 1076, Tinuvin 326 y Chimassorb 81.

Para la cuantificación de los compuestos se utilizó como sistema cromatográfico HPLC-GC-FID. Mediante LC se recogieron 6 fracciones que fueron sometidas a la evaporación de la fase móvil, posteriormente derivatizadas e inyectadas en GC. La separación de los compuestos se llevó a cabo empleando una columna de 3% dimetilsiloxano y su identificación se realizó analizando dichas fracciones en GC-TOF MS.

Los autores observaron que los pulsos de luz no producían aumentos significativos de los productos de degradación en los PP no adicionados. Sin embargo, se producía un incremento significativo de estos productos en los films adicionados de manera complementaria con Irgafos 168, superando en muchos casos el límite de control establecido por la legislación vigente (1 mg/Kg). No se observaron aumentos significativos en los polipropilenos irradiados adicionados con Irganox 1076, Tinuvin 326 y Chimassorb 81. Por otra parte en los films de polipropileno comerciales con aditivos desconocidos se detectó el Irgafos 168 y sus productos de degradación además de ftalatos y derivados del Irganox 1076.

Comprehensive two-dimensional gas chromatography for determining the effect of electron beam treatment of polypropylene used for food packing

Maurus Biedermann, Roberto Castillo, Anne-Marie Riquet, Koni Grob.

Polymer Degradation and Stability 99 (2014) 262-273

La esterilización de materiales para la fabricación de envases por radiación mediante haz de electrones (E-Bean) es una técnica extendida en la industria, debido a que la mayoría de dichos materiales están formulados para ser estables frente a esta radiación. Sin embargo, se ha observado que algunos de sus componentes experimentan ciertos fenómenos de degradación. En este trabajo se estudian los efectos ligados al tratamiento por E-Bean en la composición de sustancias migrantes de 4 films alimentarios elaborados a partir de un PP tratado con el antioxidante Irgafos 168. Al igual que en el artículo anterior, tres de dichos films se trataron posteriormente con el estabilizante Tinuvin 326 y los antioxi-

dantes Irganox 1010 e Irganox 1076, respectivamente. Asimismo, se compararon los resultados con los obtenidos para un PP comercial, a dos niveles diferentes de radiación.

Para llevar a cabo estos análisis se utilizaron dos técnicas cromatográficas diferentes: GC y GCxGC, evaluándose la utilidad de distintas columnas cromatográficas. Para los análisis por GC se seleccionó una columna con fase DB-17 (50% fenilmetilpolisiloxano), empleándose dicha columna como primera dimensión en GCxGC y una PS-255 (1% vinil 99% metilpolisiloxano) como segunda dimensión. Mientras que en los análisis por GC se observaron diversas coeluciones, en GCxGC se consiguió una resolución adecuada para la mayoría de los analitos. Gracias al empleo de un TOF MS se consiguió la identificación de nuevos compuestos de degradación. La cuantificación, sin embargo, se realizó mediante FID según la legislación vigente.

En el análisis de polipropilenos no irradiados sintetizados en el laboratorio se observó la aparición de numerosos compuestos migrantes de degradación del antioxidante Irgafos 168 en todas las muestras. En los irradiados aparecieron estos mismos compuestos, muchos de los cuales en sus formas oxidadas, y además nuevos hidrocarburos saturados. Al estudiar diferentes intensidades de radiación, se observó que con 40 kGy no se producía un aumento significativo de nuevos hidrocarburos saturados y destacaba la aparición de 1,3-ditert-butilbenceno; al igual que con 100 kGy no se detectaron cambios considerables a excepción de un incremento significativo de Tinuvin 326 en los adicionados con el mismo. Finalmente, en los PP comerciales no irradiados detectaron numerosos compuestos no presentes en el resto de muestras, entre los que cabe destacar erucamida, estearamida y la presencia de Irganox 1076; en los irradiados aparecieron productos de degradación de los antioxidantes y otros nuevos compuestos como vinil palmitato y N,N-dimetil-n-octadecilamina.

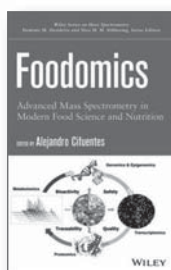
La comparación de estos resultados con los obtenidos en el trabajo anterior (Biedermann y col. 2013) mediante HPLC-GC, llevó a los autores a la conclusión de que el uso de GCxGC permitía alcanzar resultados similares y era una técnica más sencilla desde el punto de vista técnico.

Cipriano Carrero Carralero

Instituto de Química Orgánica General (CSIC)



RESEÑA DE LIBROS



“Foodomics: Advanced Mass Spectrometry in Modern Food Science and Nutrition”

Editor: Alejandro Cifuentes

ISBN: 978-1-118-16945-2

Abril 2013, 580 pages

Editorial: WILEY

Wiley Series on Mass

Spectrometry (Editores: D. M.

Desiderio, N. M. M. Nibbering)

Este libro presenta los fundamentos de la *Alimentómica* (*Foodomics* en inglés), una nueva disciplina que, empleando técnicas ómicas, investiga los alimentos, incluyendo sus múltiples conexiones con la nutrición y la salud. Este libro es el primero dedicado a esta disciplina y ofrece nuevas aproximaciones analíticas basadas en el uso de técnicas de espectrometría de masas avanzadas para el estudio de los alimentos. En el primer capítulo se expone una visión general de los fundamentos de la Alimentómica, así como sus aplicaciones y retos. Los capítulos 2 a 6 están dedicados a las aplicaciones de la proteómica en la ciencia de los alimentos, incluyendo una descripción de instrumentos y métodos de última generación, así como aplicaciones de la proteómica a la caracterización de alérgenos alimentarios, el estudio de suplementos alimentarios antioxidantes y la biología de sistemas. Los capítulos 7 y 8 se dedican, respectivamente, al uso de técnicas de espectrometría de masas avanzadas para el desarrollo y caracterización de alimentos transgénicos, y al estudio del metaboloma microbiano. Los siguientes nueve capítulos (del 9 al 17) muestran las posibilidades de la metabolómica basada en espectrometría de masas en la investigación en nutrición y salud, en seguridad alimentaria, calidad y trazabilidad, las investigaciones en una futura nutrición personalizada, el estudio del efecto de la dieta en el ejercicio físico mediante marcadores metabólicos, y la investigación en enfermedades relacionadas con la dieta; también se trata en este bloque el impacto de la Alimentómica en la nutrición óptima o cómo esta disciplina proporciona información crucial sobre micronutrientes como folatos, compuestos fenólicos como ingredientes funcionales, y lípidos (lipidomics). Los capítulos 18 y 19 presentan los principios fundamentales de la “Alimentómica verde” y el uso de quimiometría en espectrometría de masas y Alimentómica. Finalmente, el último capítulo del libro está dedicado a la descripción de las posibilidades de la biología de sistemas en la investigación de alimentación y nutrición.

Este libro está escrito por especialistas de reconocida trayectoria a nivel internacional y será de gran utilidad para investigadores de distintas disciplinas relacionadas con la alimentación y la salud.

Índice

1. Foodomics: Principles and Applications
2. Next Generation Instruments and Methods for Proteomics
3. Proteomic-Based Techniques for the Characterization of Food Allergens
4. Examination of the Efficacy of Antioxidant Food Supplements Using Advanced Proteomics Methods
5. Proteomics in Food Science
6. Proteomics in Nutritional Systems Biology: Defining Health
7. MS-Based Methodologies for Transgenic Foods Development and Characterization
8. MS-Based Methodologies to Study the Microbial Metabolome
9. MS-Based Metabolomics in Nutrition and Health Research
10. Shaping the Future of Personalized Nutrition with Metabolomics
11. How Does Foodomics Impact Optimal Nutrition?
12. Lipidomics
13. Foodomics Study of Micronutrients: The Case of Folate
14. Metabolomics Markers in Acute and Endurance/Resistance Physical Activity: Effect of the Diet
15. MS-Based Omics Evaluation of Phenolic Compounds as Functional Ingredients
16. Metabolomics of Diet-Related Diseases
17. MS-Based Metabolomics Approaches for Food Safety, Quality, and Traceability
18. Green Foodomics
19. Chemometrics, Mass Spectrometry, and Foodomics
20. Systems Biology in Food and Nutrition Research

Bienvenida Gilbert

Laboratorio de Alimentómica
Instituto de Investigación en Ciencias
de la Alimentación (CIAL)



EMPRESAS colaboradoras

PROTECTORAS

- **AGILENT TECHNOLOGIES SPAIN, S.L.**
Ctra. A-6, km 18,200
28230 LAS ROZAS
(Madrid)
- **BRUKER ESPAÑOLA, S.A.**
Avda. Marie Curie, 5, Edificio Alfa - Pta. Baja
Parque Empresarial Rivas Futura
28529 RIVAS-VACIAMADRID
(Madrid)
- **PERKIN ELMER ESPAÑA, S.L.**
Avda. de los Encuarteres, 19
28760 TRES CANTOS
(Madrid)
- **TEKNOKROMA ANALÍTICA, S.A.**
Camí de Can Calders, 14
08173 SANT CUGAT DEL VALLÉS
(Barcelona)
- **THERMO FISHER SCIENTIFIC**
Valportillo I, 22; 1ª Planta
Edificio Caoba
28108 ALCOBENDAS (Madrid)
- **WATERS CROMATOGRFÍA, S.A.**
Ronda Can Fatjó, 7-A
Parc Tecnologic del Vallés
08290 Cerdanyola del Valles
(Barcelona)

ASOCIADAS

- **AL AIR LIQUIDE ESPAÑA, S.A.**
Paseo de la Castellana, 35
28046 MADRID
- **GILSON INTERNATIONAL B.V.**
Avda. de Castilla, 1 Edf. Best Point Of. 9-12
Polígono Empresarial San Fernando
28830 SAN FERNANDO DE HENARES (Madrid)
- **INGENIERÍA ANALÍTICA, S.L.**
Avenida Cerdanyola, 73
08172 SANT CUGAT DEL VALLÉS (Barcelona)
- **IZASA, S.A.**
Aragoneses, 13
Polígono Industrial Alcobendas
28108 ALCOBENDAS (Madrid)
- **LECO INSTRUMENTOS, S.L.**
Avda. de la Industria, 43
28760 TRES CANTOS (Madrid)
- **MILLIPORE IBÉRICA, S.A.U.**
Avda. de Burgos, 144
28050 MADRID
- **SCHARLAB, S.L.**
Gato Pérez, 33
Polígono Industrial Mas D'en Cisa
08181 SENTMENAT (Barcelona)
- **SERVICIO Y MANTENIMIENTO DE TÉCNICAS ANALÍTICAS, S.A.L. (SYMTA, S.A.L.)**
San Máximo, 31
28041 MADRID
- **S.I.A. ENGINYERS, S.L.**
Monturiol, 16, baixos
08018 BARCELONA
- **SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CARBUROS METÁLICOS**
C/ Aragón, 300
08009 BARCELONA
Tlf.: 902 13 02 02
oferta@carburos.com
- **SUGELABOR**
Sicilia, 36
28038 MADRID



NOVEDADES TÉCNICAS



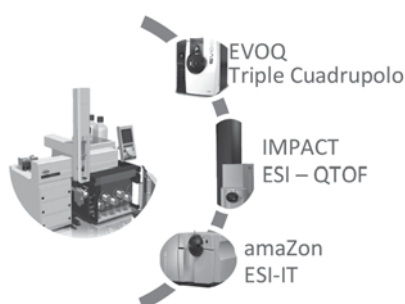
Bruker Chemical Analysis

NUEVOS HPLC/UHPLC BRUKER ADVANCE OLE



Una parte no siempre cuidada de los sistemas más novedosos de LC-MS y LC-MS/MS es precisamente el sistema de cromatografía líquida, siendo fundamental para el rendimiento del sistema completo y desde luego digno de prestársele atención en los nuevos desarrollos instrumentales.

Poniendo hincapié en la orientación de soluciones para aplicaciones analíticas, Bruker presenta sus nuevos sistemas Advance de HPLC, UHPLC y UHPLC^{OLE} diseñados específicamente para el acoplamiento a espectrometría de masas en cualquier configuración para los distintos espectrómetros de Masas de Bruker.



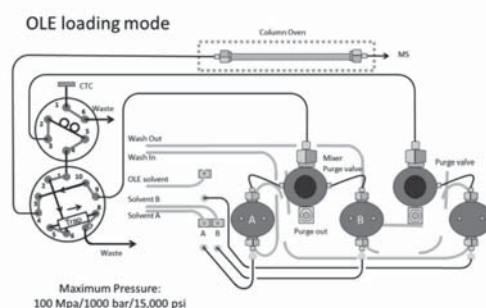
Con esta incorporación, se reafirma el concepto de sistemas de LC-MS integrados, independientemente de la tecnología de detección, con una orientación fundamentalmente analítica, ofreciendo sencillez de uso, robustez, integración de las distintas herramientas y una máxima productividad.

Cada una de las configuraciones ofrece prestaciones especialmente diseñadas para las distintas tecnologías de detección por Espectrometría de Masas: Triple Cuadrupolo Bruker EVOQ, ESI-QqTOF Compact e Impact, Trampa de Iones amaZon.

Advance HPLC. Sistema integrado de bombas binarias y horno de columnas diseñado especialmente para detección por MS, con mínimo volumen muerto. Ofrece alta velocidad y reproducibilidad en gradientes rápidos.

Advance UHPLC. Sistema integrado de bombas binarias, de altas prestaciones con rango de presiones de hasta 15.000 psi, diseñado para el trabajo con técnicas de Ultra-Alta eficacia.

Advance UHPLC^{OLE}. Sistema integrado de bombas binarias con un tercer canal integrado que permite Extracción en Fase Sólida completamente automatizado. Mediante esta tercera bomba integrada, el sistema permite sin supervisión del analista la preconcentración de muestras reales "on line", extendiendo la sensibilidad del sistema global de LC-MS, manteniendo sencillez de uso y una completa automatización.



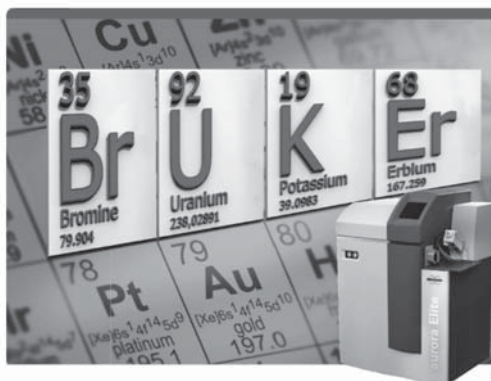
La combinación de estos sistemas con la detección por Triple Cuadrupolo o Q-TOF MS permite extender los rangos de aplicación más allá de lo conocido hasta ahora. Especialmente a aplicaciones en matrices acuosas, donde se ofrecen las mejores prestaciones para este tipo de tecnología.

El sistema OLE permite la inyección directa de hasta 1 mL, frente a los 5-10 µL típicos en UHPLC; ello permi-

te mejorar la señal y la sensibilidad en un factor de hasta 1.000, sin añadir complejas preparaciones de muestra.

Con esta incorporación no sólo mejoran las prestaciones analíticas de los sistemas Bruker LC-MS, sino que además se consigue una integración completa del sistema, con un único interlocutor para todas las cuestiones instrumentales.

SOLUCIÓN PARA ESPECIACIÓN BRUKER LC-ADVANCE ACOPLADO A ICP-MS AURORA ELITE



Las técnicas de especiación de metales, basadas en el acoplamiento de cromatografía líquida con ICP-MS, son ya una realidad incorporada a la rutina de los laboratorios de hoy día. A pesar de ello, todavía se necesita evolucionar especialmente en lo que se refiere a la automatización de los sistemas de rutina y a la integración real de las configuraciones.

Asimismo, la sensibilidad sigue siendo un desafío, puesto que para los elementos tóxicos, los límites de detección totales y para cada una de las especies son cada vez más exigentes.

Bruker ha presentado una solución novedosa en el campo de la especiación que combina su sistema de ICP-MS de Ultra Alta sensibilidad aurora ELITE con los sistemas Bruker HPLC Advance. La combinación de ambos sistemas aporta una perfecta integración y sencillez de uso.

Pero lo realmente novedoso es la extraordinaria sensibilidad que permite el sistema, ofreciendo Límites de Detección en muestras reales del orden de pocos ng/L de las distintas especies de As.

Estas prestaciones combinadas con la automatización del sistema ofrecen una solución definitiva a la implementación de las técnicas de especiación en los laboratorios de rutina.

Para obtener más información de Bruker, póngase en contacto con Bruker Chemical & Applied Markets en info-bcad-spain@bruker.com o en la web www.bruker.com



Bruker Chemical Analysis

Bruker Española, S.A.

Parque Empresarial Rivas Futura
C/ Marie Curie, 5. Edificio Alfa
28521 Rivas Vaciamadrid
(Madrid)
Tel. +34 91 4994634 / 4080
Fax +34 91 656 62 37
info-bcad-spain@bruker.com



Thermo SCIENTIFIC

DETECTOR DE AEROSOL CARGADO THERMO SCIENTIFIC DIONEX CORONA VEO

Detecta aquello que otros detectores universales no ven

Introducción

No existe un detector para cromatografía de líquidos (LC) que proporcione resultados ideales. Quizás la característica más deseada en un detector es la capacidad de analizar de forma exacta y precisa un amplio rango de compuestos con una respuesta consistente y uniforme para todos ellos.

Habitualmente, un analito responde más que otros, o simplemente no responde nada en un detector particular. El detector UV requiere que la molécula contenga un cromóforo y la respuesta entre analitos varía ampliamente según la naturaleza del cromóforo presente. El detector de índice de refracción no puede utilizarse en elución en gradiente y es sensible a la temperatura. La espectrometría de masas sólo puede analizar compuestos que formen iones en fase gas. Y el detector evaporativo de dispersión de luz muestra variación en la respuesta entre analitos y curvas de calibrado complejas y no lineales.

El detector de aerosol cargado (CAD) es una tecnología revolucionaria que proporciona una respuesta consistente para compuestos no volátiles y la mayoría de compuestos semi-volátiles a niveles sub-nanogramo en columna y a lo largo de un amplio rango dinámico. Este detector no requiere que la molécula contenga un cromóforo o sea capaz de ionizarse (Figura 1). La variación de respuesta entre analitos es mínima e independiente de la estructura química, desde azúcares simples a proteínas. Finalmente, este detector no condiciona los procesos de separación al ser un detector completamente compatible con elución en gradiente.

Funcionamiento del detector

El principio de operación de este detector se ilustra en la Figura 2. Básicamente, el detector convierte el efluente de la columna en un aerosol seco y aplica una carga eléctrica a las partículas, de manera que la cantidad de carga medida por el electrómetro es proporcional a la masa del compuesto. Los procesos que tienen lugar en el detector son:

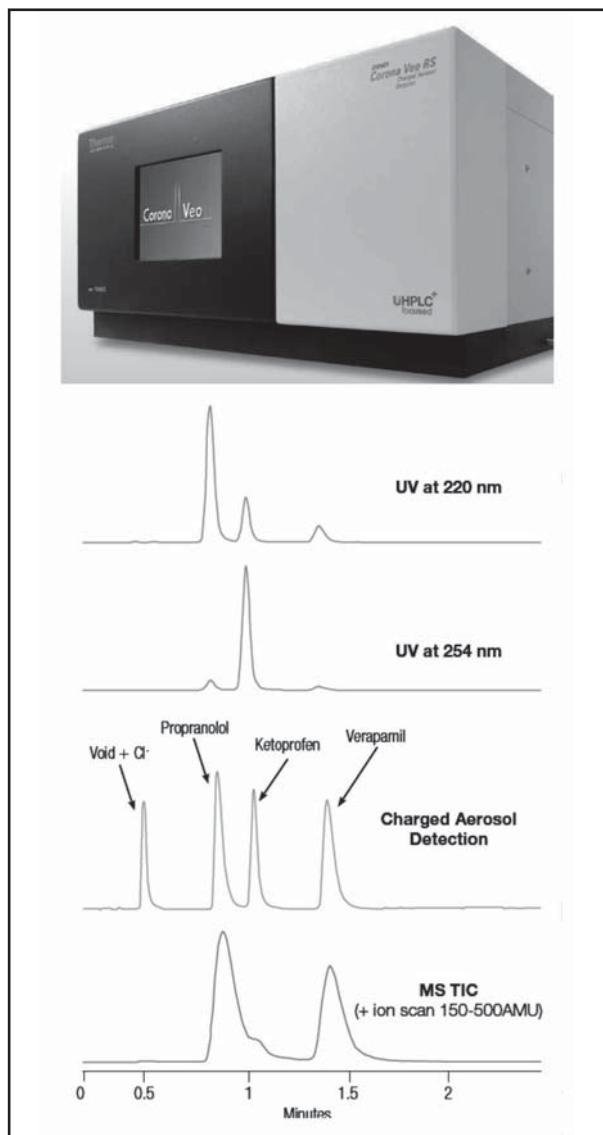


Figura 1: Arriba: detector Thermo Scientific Dionex Corona VEO; Abajo: comparación de la respuesta de detectores UV, CAD y MS. Obsérvese la ausencia de respuesta para todos los compuestos con detector UV y MS, así como la uniformidad de respuesta para el detector CAD.

- 1) El eluyente de la columna cromatográfica entra en el detector.
- 2) Se produce la nebulización neumática del eluyente.
- 3) Las gotas más pequeñas entran en el tubo de secado y forman partículas una vez que el disolvente es evaporado.
- 4) Las gotas más grandes se expulsan por el drenaje.
- 5) Las partículas secas entran en la cámara de mezcla.
- 6) El flujo de gas del detector pasa a través de la aguja de descarga (corona).

- 7) El gas cargado colisiona con las partículas del aerosol, transfiriéndoles carga.
- 8) El gas ionizado sin reaccionar es eliminado.
- 9) Las partículas cargadas remanentes son analizadas.
- 10) La señal originada se transfiere al software cromatográfico.

La respuesta del detector está directamente relacionada con la masa de compuesto que entra en el detector. Un incremento en la cantidad de compuesto que entra en el detector conlleva un incremento en el tamaño de las partículas que se forman en el detector. Las partículas más grandes pueden acomodar más carga, resultando en una mayor respuesta en el detector. Siempre que un compuesto forme una partícula en el proceso de nebulización y desolvatación podrá ser analizado mediante detección de aerosol cargado, independientemente de su estructura química.

Características del detector

El detector Thermo Scientific Dionex Corona Veo mejora las capacidades y extiende las ventajas de la detección de aerosol cargado frente a versiones precedentes. Las principales características del detector son:

- 1) Respuesta independiente de la estructura química. Una elección excelente para la medida relativa cuando no hay patrones disponibles (estudios de impurezas o degradación).
- 2) Excelente sensibilidad, sub-nanogramo en columna, independiente del flujo de fase móvil (detector de masa).

- 3) Amplio rango dinámico, hasta 4 órdenes de magnitud, que permite analizar en el rango pg a µg en columna (por ejemplo, permite medida simultánea de principios activos farmacéuticos e impurezas a niveles < 0.05% en un mismo análisis).
- 4) Amplio rango de aplicación que permite analizar cualquier compuesto no volátil y la mayoría de semi-volátiles, sin necesidad de cromóforos o ionización.
- 5) Compatible con HPLC, UHPLC y micro LC al permitir flujos de trabajo entre 0.01 y 2.0 ml/min
- 6) Compatible con operación en gradiente.
- 7) Operación simple e intuitiva, sin requisitos de optimización.
- 8) Integración sencilla en cualquier sistema cromatográfico, HPLC, UHPLC o SFC de cualquier fabricante.
- 9) Detección complementaria ortogonal a la proporcionada por los detectores UV y MS.

Amplio rango de aplicación

El detector Thermo Scientific Dionex Corona Veo proporciona resultados previsibles sin necesidad de una optimización compleja. Este detector puede utilizarse en un amplio rango de aplicaciones tanto en investigación básica como en procesos de control de calidad. En la Figura 3 se muestran algunos ejemplos:

- 1) Lípidos
- 2) Polímeros
- 3) Fármacos
- 4) Azúcares

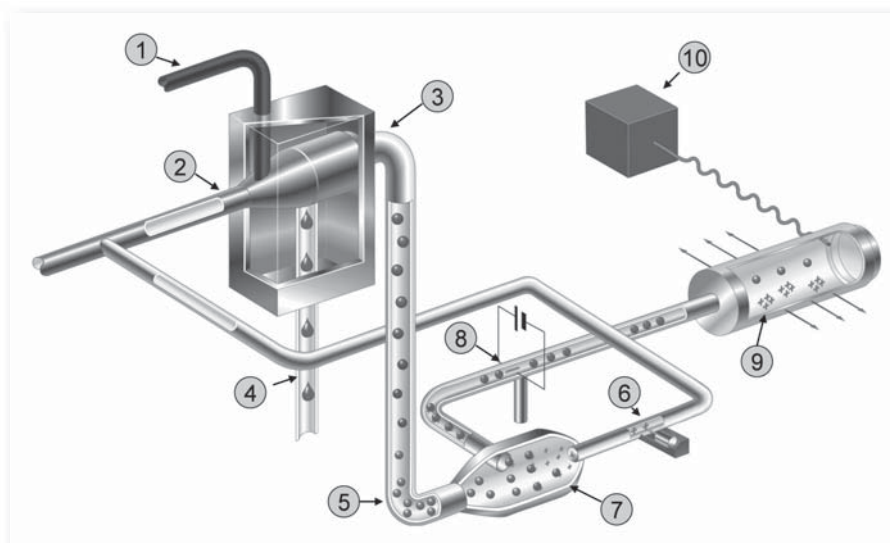


Figura 2: Esquema de funcionamiento del detector de aerosol cargado.



EL NUEVO SISTEMA DE ALTA RESOLUCIÓN PEGASUS GC-HRT DE LECO, con ionización por impacto electrónico (EI) e ionización química (IC) y espectrometría de masas de tiempo de vuelo de alta resolución (HRT), es una solución flexible y complementaria a los sistemas TOF actuales.

La alta sensibilidad, la resolución de picos y la reproducibilidad del sistema GC-TOFMS han hecho de la técnica una de las plataformas más utilizadas para el estudio del perfil metabólico en plantas y animales, así como en seguridad alimentaria, en el campo del petróleo y combustibles, y en el análisis de productos naturales. El sistema Pegasus GC-HRT de LECO proporciona beneficios adicionales, tales como menores tiempos de análisis, deconvolución efectiva del pico y capacidad de examinar un abundante conjunto de datos de nuevos materiales y muestras biológicas. Además, el uso de la instrumentación de alta resolución TOFMS reduce las interferencias de la matriz y permite la producción de datos precisos de masa exacta de alta calidad, necesarios para la determinación de fórmulas robustas, la identificación de metabolitos y la identificación y comparación con la biblioteca de bases de datos. En cuanto a las estrategias basadas en metabolómica y biología de sistemas, el nuevo sistema de alta resolución Pegasus GC-HRT de LECO ofrece las téc-

nicas de ionización EI, así como la ionización CI que se traduce en una identificación más segura de los metabolitos y es especialmente importante para el estudio de muestras biológicas donde la necesidad de la detección del ion molecular puede ser crítica.

LECO ha demostrado la aplicación y el valor de ambas ionizaciones por impacto de electrones (EI) y de ionización química (CI) con TOFMS de alta resolución en las áreas de Metabolómica, Petroléomica, Análisis Químico e identificación del analito con alta fiabilidad. En el análisis de extractos de polímeros, la ionización por EI y CI se mostró efectiva para obtener el perfil total de los analitos y proporcionar información valiosa para el control de calidad en la identificación de adulterantes. Complementar la información estructural obtenida con la fragmentación EI con la determinación de la fórmula molecular por CI, facilita la identificación de varios componentes traza en los extractos. Esto no habría sido posible sin la información de la ionización química CI y de la exactitud de masa exacta del sistema GC-HRT. El nuevo sistema de alta resolución Pegasus GC-HRT de LECO es ideal para la identificación de desconocidos y para obtener información valiosa para procesos y desarrollos sintéticos, el control de calidad de los productos y/o la identificación de los componentes biológicos sintéticos o naturales a partir de muestras complejas.

Más información:

LECO Instrumentos, S.L.
Tlf: 91 803 12 50
www.leco.es



NORMAS GENERALES DE PUBLICACIÓN

1. ARTÍCULOS CIENTÍFICOS

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

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

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

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

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

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

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

1) Hirota, T., Ohki, K., Kawagishi, R., Kajimoto, Y., Mizuno, S. Hypertens. Res. (2007), 30, 489-496.

2) Venter, J. C. “The Emission of Sulfur to the Remote Atmosphere” en *The Biogeochemical Cycling of Sulfur and Nitrogen* (J.N. Galloway et al. Eds.). D. Reidel Publishing Co., Dordrech, Holland (1985), p. 346.

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

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

NORMAS GENERALES DE PUBLICACIÓN

2. INFORMACIÓN BIBLIOGRÁFICA - ARTÍCULOS DE INTERÉS

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

3. NOVEDADES TÉCNICAS

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

4. OTRAS SECCIONES

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Dra. Belén Gómara

Departamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental

Instituto de Química Orgánica General, CSIC

Juan de la Cierva, 3. 28006-Madrid (España)

Tel. 91-5618806 (ext. 385). Fax: 91-5644853. e-mail: secretaria.secyta@gmail.com

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

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

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

Cuota anual: 30€

- Señale la casilla ☐ correspondiente a la dirección en la que desea recibir la correspondencia.
- Puede efectuar el pago de la cuota del primer año mediante cheque bancario (adjuntándolo a esta solicitud) o mediante ingreso/transferencia a la Cuenta Corriente de "BBVA" 0182/4162/27/0201530059 (Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines). Debe figurar en el ingreso o transferencia: "ALTA SECyTA + nombre y primer apellido del Socio"
- ¿Autoriza a incluir su correo electrónico en la página Web de la SECyTA? SÍ NO
(Tache lo que NO proceda)
- ¿Autoriza incluir sus datos de contacto en la sección "Nuevos Socios" del Boletín de la SECyTA? SÍ NO
(Tache lo que NO proceda)

SOCIEDAD ESPAÑOLA DE CROMATOGRFÍA Y TÉCNICAS AFINES

HOJA DE INSCRIPCIÓN

Apellidos Nombre

DNI

☐ Domicilio particular:

Calle Núm.

Municipio Provincia.....

Código postal

Teléfono Correo electrónico

☐ Industria u organización

Calle Núm.

Municipio Provincia.....

Código postal

Teléfono FAX Correo electrónico

DATOS BANCARIOS

Banco/Caja de Ahorros

Sucursal

Dirección Ciudad.....

D.

Con domicilio en

Y con cta. cte. / libreta de ahorro núm. / _ _ _ _ / _ _ _ _ / _ _ / _ _ _ _ _ _ _ _ /

Entidad Oficina D.C. Número de cuenta

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

Atentamente le saluda,

En..... a.....de.....de 2014

Firma:

14^{as} JORNADAS DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL

RECINTO FIRA GRAN VÍA. BARCELONA, 1-3 OCTUBRE 2014

14th INSTRUMENTAL ANALYSIS CONFERENCE

GRAN VIA VENUE. BARCELONA, OCTOBER 1st - 3rd 2014

www.jai2014.com

 **EXPOQUIMIA**
Salón Internacional de la Química

SECYTA SOCIEDAD ESPAÑOLA DE
CROMATOGRAFÍA
Y TÉCNICAS AJUNTES
SEQA Sociedad Española de Química Analítica



Fira Barcelona



AHORA EL FUTURO ESTÁ



SEPARADO DEL PASADO

Imagine un laboratorio en el que todos los analistas pueden adquirir datos MS de alta calidad. Por sí solos. Siguiendo los flujos de trabajo ya existentes y con todo tipo de muestras. Sin entrenamiento. Un laboratorio en el que la incertidumbre sobre los compuestos queda reemplazada por una confirmación rápida y eficaz, y por la seguridad que proporcionan los datos LC/MS. Imagine ahora que todo esto sucede simplemente apretando un botón. Esto va más allá del poder de un espectrómetro de masas. Se trata del Detector ACQUITY QDa™ de Waters. SEPARATING BEYOND QUESTION.™

Visite waters.com/separate



Presentamos el
Detector ACQUITY QDa

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

Ciencias de la vida | Alimentación | Medio Ambiente | Clínica | Análisis Químico

©2013 Waters Corporation. Waters y The Science of What's Possible son marcas registradas de Waters Corporation. ACQUITY QDa y Separating Beyond Question son marcas comerciales de Waters Corporation.