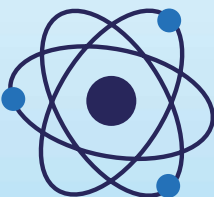


1.^{er} CONGRESO DE

ANÁLISIS INSTRUMENTAL

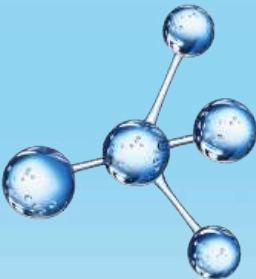
Desarrollos y aplicaciones



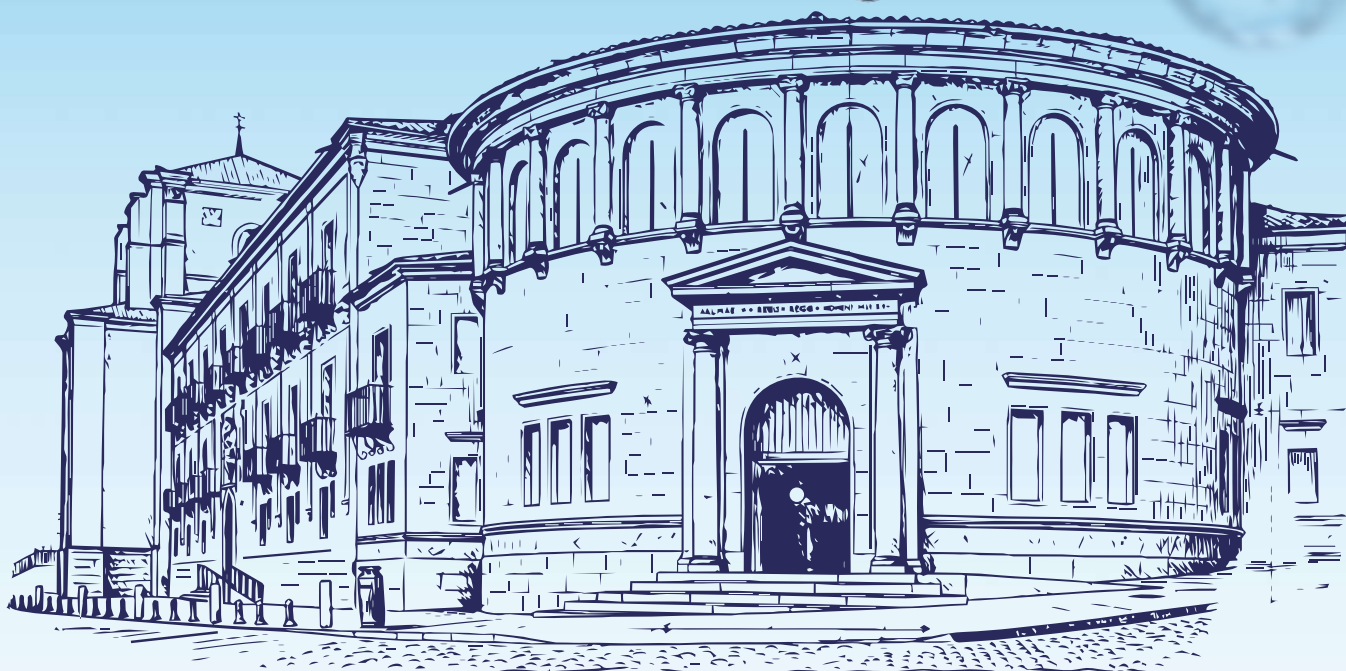
CAI



Salamanca
2026



LIBRO DE
RESÚMENES



Universidad de Salamanca, del 21 al 24 de julio de 2026



ÍNDICE

Conferencias plenarias	4
Conferencias invitadas.....	10
Comunicaciones orales	16
Comunicaciones orales: sesión 1.....	17
Comunicaciones orales: sesión 2.....	21
Comunicaciones orales: sesión 3.....	26
Comunicaciones orales: sesión 4.....	33
Comunicaciones orales: sesión 5.....	40
Comunicaciones orales: sesión 6.....	45
Comunicaciones orales: sesión 7.....	50
Comunicaciones orales: sesión 8.....	54
Comunicaciones orales: sesión 9.....	58
Comunicaciones orales: sesión 10.....	65
Comunicaciones orales: sesión 11.....	72
Comunicaciones orales: sesión 12.....	77
Comunicaciones póster.....	82
Comunicaciones póster: sesión 1.....	82
Comunicaciones póster: sesión 2.....	239



Conferencias Plenarias

Conferencia Plenaria-1

Química Analítica, Comercio Exterior y Fiscalidad: los Laboratorios de Aduanas e Impuestos Especiales

Dr. Antonio Gallardo Melgarejo
Subdirector General Químico-Tecnológico
Departamento de Aduanas e Impuestos Especiales
Agencia Tributaria

Los laboratorios de aduanas e impuestos especiales en España y en la Unión Europea se encargan de llevar a cabo el control analítico de las mercancías objeto de comercio exterior o de aquellas sometidas a impuestos especiales y/o medioambientales.

Su campo de actuación es muy amplio al jugar un papel fundamental en la adecuada aplicación de los aranceles a todas las mercancías de importación, las medidas de restricción o limitaciones al comercio de exportación, así como para su encuadre en los distintos epígrafes fiscales de la legislación en materia de impuestos especiales y/o medioambientales, llevando a cabo análisis físicos-químicos sobre los siguientes grupos de productos:

- PRODUCTOS DEL SECTOR AGROALIMENTARIO
- MATERIAS PRIMAS Y MANUFACTURAS INDUSTRIALES DIVERSAS
 - Minerales, Metales y Aleaciones Metálicas
 - Polímeros y materias plásticas
 - Productos de los sectores textil y calzado
 - Maderas, pastas de celulosa y papel
 - Productos de las industrias químicas: inorgánicos, orgánicos, farmacéuticos, perfumería, fertilizantes, colorantes y pinturas, etc
- HIDROCARBUROS Y ACEITES MINERALES DERIVADOS DEL PETRÓLEO
- ALCOHOLES Y BEBIDAS ALCOHÓLICAS
- ESTUPEFACIENTES Y DROGAS DE ABUSO

El objeto de la conferencia es dar a conocer el trabajo que realizan los mencionados laboratorios incluyendo una breve introducción histórica describiendo los problemas analíticos que motivaron la creación de los laboratorios aduaneros en el siglo XIX y su largo camino hasta la actualidad en la que se presentarán ejemplos del uso sistemático de métodos de análisis muy diversos, tanto clásicos como instrumentales, para la resolución de problemas químicos de índole tributaria.

Deciphering the Exposome: Transforming How We Understand Environment and Disease

Benedikt Warth^{a,b}

^aUniversity of Vienna, Faculty of Chemistry, Department of Food Chemistry and Toxicology, Vienna, Austria

^bExposome Austria, National Research Infrastructure and EIRENE-AT Node, Vienna, Austria

Throughout our lifetimes, we are exposed to a multitude of food- and environment-related exposures, cumulatively referred to as the chemical exposome. Analytical technology remains a major limitation for enabling true exposome-wide association studies (ExWAS) to systematically correlate disease risk with exposure. Sensitivity, selectivity, robustness, and a broad coverage of chemical space remain key challenges in mass spectrometry-based exposomics.

This contribution will present unconventional mass spectrometric workflows for the omics-scale investigation of toxicants that vary widely in terms of physicochemical properties, concentrations, and toxicological modes of action. Targeted next-generation human biomonitoring and non-targeted exposomic approaches will be discussed. Data from different regions of the world will be presented to showcase the complexity of exposure scenarios and their dynamics during windows of vulnerability, such as pregnancy and early life (1, 2). Moreover, the capacity of a newly established, broad-coverage method that integrates traditional targeted data acquisition with untargeted metabolomics and exposomics will be demonstrated (3). Special emphasis will be given to the role of the exposome in breast cancer aetiology and to modern mass spectrometry as the key enabling technology in the expanding exposome field.

Acknowledgments

This work was supported by the European Research Council (ERC; EXPOMET, 101043321) and Exposome Austria, the national Node of the EIRENE Research Infrastructure. Neither the European Union nor the granting authority can be held responsible for them.

References

1. Gu et al. (2025). *Environ. Sci. Technol.*, 59, 21818.
2. Feuerstein et al. (2026). *Environ. Intern.*, 208, 110029.
3. Verri Hernandez et al. (2024) *Anal. Chem.*, 96, 12710.

From Measurement to Meaning: Computational Insights from Complex Analytical Data in Metabolomics

Timothy Ebbels

Imperial College London (UK)

Analytical chemistry is increasingly defined by the generation of large, complex, and information-rich datasets. Advances in instrumentation now enable unprecedented depth and sensitivity across spectroscopy, mass spectrometry, imaging, and multi-omics technologies. However, the central challenge is no longer measurement, but interpretation: extracting robust chemical and biological insight from high-dimensional and heterogeneous data.

These challenges are particularly evident in metabolomics, where the chemical diversity and dynamic nature of the metabolome demand increasingly sophisticated computational approaches. Machine learning, artificial intelligence, and integrative modelling are therefore becoming central to modern analytical science.

In this lecture, I will provide an overview of computational metabolomics research at Imperial College London, illustrating how computational methods can transform complex analytical data into chemical and biological knowledge. Key themes will include multimodal data integration, pathway-based modelling for biologically meaningful interpretation, and the application of AI methods to improve analytical data quality and information extraction.

I will highlight recent advances from our group, including pathway-driven integrative models that leverage modest but coordinated signals across datasets to reveal underlying biology, and deep learning methods for resolution enhancement in J-resolved NMR spectroscopy. These approaches show how computational methods can both improve data quality at the analytical level and enable more interpretable, mechanism-oriented analysis at the systems level.

Overall, I aim to demonstrate how computational approaches are increasingly contributing to the interpretation of complex analytical data, particularly in metabolomics, where integrative modelling and AI-based methods will provide exciting new insights in the coming years.

Enhancing interpretation of non-target mass spectrometry data with open chemical knowledge

Emma L. Schymanski^a

^aLuxembourg Centre for Systems Biomedicine, University of Luxembourg, (Luxembourg)

Exposomics researchers need to identify relevant chemicals covering the entirety of potential exposures over entire lifetimes. With over 100 million chemicals in the largest chemical databases, coupled with broadly acknowledged knowledge gaps, researchers are faced with a seemingly impossible task. Although identification is still regarded as one of the bottlenecks of non-target high resolution mass spectrometry (NT-HRMS) experiments, focus has shifted increasingly to interpretation, to maximise the benefits from this often still incomplete picture. This plenary lecture will use several examples from the Environmental Cheminformatics group to show how open community developments can enhance the interpretation of NT-HRMS data in environmental, metabolomics and exposomics studies. Open data exchange efforts help build knowledge, with activities such as MassBank (<https://massbank.eu/MassBank/>), the NORMAN Suspect List Exchange (NORMAN-SLE; <https://normansle.lcsb.uni.lu/>) and FAIR-TPs (<https://fairtps.lcsb.uni.lu/>). These efforts in turn help define environmentally-relevant “chemical space” and the creation efficient yet informative subsets (e.g., PubChemLite for Exposomics; <https://pubchemlite.lcsb.uni.lu/>)¹ for high throughput non-target screening. These are integrated into open workflows such as patRoön (<https://rickhelmus.github.io/patRoön/>) for direct integration into case studies. Methods such as patent mining, transformation prediction and other prioritization approaches help identify future chemicals of interest – and potential analytical gaps. Several applications in the group will be used to highlight practical use, include environmental monitoring in Luxembourg², metabolomics studies in Manchego sheep all the way through to identifying potential exposure modifiers related to disease progression in neurodegenerative disorders³ and rare disease cohorts.

Acknowledgments:

All group members, collaborators and funding related to this work

References

4. Elapavalore et al. (2025) *Environ Sci Technol Letters*, 12(2):166.
1. Aurich et al. (2023) *Environmental Sciences Europe*, 35(1):94.
2. Talavera Andújar et al. (2024) *Environment International*, 194:109151.

Conferencia Plenaria-5

Quantum dot smartphone device for diagnosing infectious diseases

Warren C. W. Chan, PhD,

Professor

Chemistry, Chemical Engineering, and Biotechnology

Nanyang Technological University (NTU), Singapore

Integrating mobile-cellular devices with multiplex molecular diagnostics can provide the most powerful platform for tracking, managing, and preventing the transmission of infectious diseases. With over 6.8 billion subscriptions globally, we can program handheld mobile-cellular devices to spatially map, temporally track and transmit information on infections over vast geographical space and boundaries. In this presentation, I will discuss the engineering of a simple and low-cost nanotechnology/smartphone device for diagnosing patient infections.

Central to this device are barcodes generated by encasing the nanoparticle quantum dots inside a plastic container for identifying disease targets. This device can analyze 20 μL of sample (from blood or other fluids) and can potentially detect thousands of genetic biomarkers and diseases simultaneously with a zeptomole analytical sensitivity.

This low sensitivity enabled us to see 9 out of 10 patients infected with a pathogen (e.g., HIV, Hepatitis B and C). We engineer this device to be automated with the capability of extraction, amplification, transcription, and barcoding the pathogens in a single unit via pushing a single button. This device advances the capacity for global surveillance of infectious diseases at or near the point of care with the potential to accelerate knowledge exchange of emerging or exigent disease threats with healthcare and military organizations in real-time in the developed and developing world.



Conferencias Invitadas

Conferencia Invitada-1

Decoding Diet–Health Links in Precision Nutrition: The Power of Diverse Study Designs, Metabolomics, and Exposome-Based Approaches

Cristina Andrés-Lacueva^a, Meryl Cruz, Tomás Meroño^a, Montse Rabassa-Bonet, Miriam Martínez-Huélamo^a

^a Biomarkers and Nutrimetabolomics Laboratory, Department of Nutrition, Food Sciences and Gastronomy, Faculty of Pharmacy and Food Sciences, University of Barcelona, 08028 Barcelona, Spain. ^b Centro de Investigación Biomédica en Red Fragilidad y Envejecimiento Saludable (CIBERFES), Instituto de Salud Carlos III, Madrid 28029, Spain

Introduction: Precision nutrition aims to optimize health by tailoring dietary recommendations to individuals or population subgroups sharing similar biological, behavioural, environmental or social characteristics. This approach considers how nutrients, foods and dietary patterns affect nutritional status and health outcomes in the context of dynamic differences occurring between and within individuals. Within the gut-microbiota-brain axis, food- and microbiota-derived metabolites are plausible mediators linking diet with inflammation, intestinal permeability, ageing and cognitive function.

Objectives: To present a metabolomics-based strategy to identify biomarkers of dietary and microbial exposure, characterize metabolotypes associated with cardiometabolic and cognitive health, and support personalized dietary interventions for healthy ageing.

Methods: Complementary study designs were integrated: controlled crossover dietary interventions to discover intake biomarkers; randomized trials in older adults, and longitudinal cohorts on cognitive decline and ageing. Plasma, serum and urine samples were analysed using targeted and untargeted LC-MS/MS. The quantitative exposomics platform enables the simultaneous measurement of endogenous metabolites, food-derived compounds, microbial metabolites, environmental contaminants and lifestyle biomarkers.

Results: Evidence was generated across complementary study designs. Acute controlled dietary interventions identified candidate biomarkers of specific food intake, using legumes as a model. Randomized crossover trials in older adults showed that polyphenol-rich diets can modulate gut microbiota and reduce intestinal permeability. Prospective cognitive cohorts and longitudinal observational studies linked food- and microbiota-derived metabolites with cognitive ageing and cardiometabolic health. Together, these approaches provide complementary evidence for precision nutrition.

Conclusions: Combining quantitative metabolomics, exposomics, robust clinical designs and longitudinal analyses support the transition from intake biomarkers to mechanistic biomarkers and metabolotypes. This approach may contribute to more precise, scalable dietary recommendations aimed at preserving intestinal, metabolic and brain health during ageing.

Acknowledgments:

PID2020-114921RB-C21, PID2021-128542OA-I00, PID2022-141067OA-I00 and PID2023-148013OB-C21/22 by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and by FEDER, UE, as well as from CIBERFES (CB16/10/00269 from ISCIII). ICREA Academia 2018, 2023. Generalitat de Catalunya's Agency AGAUR (2021SGR00687), Maria de Maeztu Unit of Excellence (Grant CEX2021-001234-M) funded by MICIN/AEI/FEDER, UE.

References

1. Alvarez-Buston et al. (2026). The Journal of nutrition, health and aging, 30, 100793
2. Chechi K et al. (2026). Nature Communications, 17, 3477.
3. González-Domínguez et al. (2020). Analytical Chemistry, 20, 13767.

Conferencia Invitada-2

Problemas cuantitativos no resueltos en cromatografía de gases y de líquidos

Joan O. Grimalt^a

^a Instituto de Diagnóstico Ambiental y Estudios del Agua (IDAEA-CSIC), Barcelona

La instrumentación analítica en cromatografía, de gases y de líquidos, se ha desarrollado de forma espectacular en los últimos años de la mano de la espectrometría de masas. Ello ha permitido el análisis de un mayor número de compuestos en concentraciones progresivamente más bajas y en número importante de muestras. La fiabilidad de los análisis ha crecido de forma importante con el uso de estándares internos marcados isotópicamente.

Todo ello ha dado lugar a un gran desarrollo en la capacidad de análisis de un gran número de compuestos en grandes cantidades de muestras.

Sin embargo, a pesar de estos avances, hay diversos aspectos instrumentales que todavía no están resueltos. Uno de ellos se refiere a la adsorción irreversible en las columnas e inyectores en cromatografía de gases y otro en las diferencias de respuestas instrumentales en los diversos compuestos en cromatografía de líquidos acoplada a espectrometría de masas.

En el primer caso, se han encontrado diversos problemas en los esfuerzos de medida del cambio climático mediante compuestos orgánicos y en el segundo en diferentes disfuncionalidades del non-target análisis.

En esta presentación se discuten estos problemas y se plantean diversas alternativas de solución.

Advanced High-Sensitivity, High-Resolution Mass Spectrometry for Contaminant Monitoring in Treated Irrigation Water and Its Agricultural Impact

Lorena Manzano-Sánchez^a, Marc López-Matarín^a, Yi Peng^b, Amadeo R. Fernández-Alba^a, **Maria Jesús Martínez Bueno^a**

^a Research Group “Pesticide Residues”, Department of Chemistry and Physics, University of Almería, Almería (Spain)

^b Institute of Environmental Pollution and Health, School of Environmental and Chemical Engineering, Shanghai University, Shanghai, (China)

Water reuse is increasingly important in semi-arid agriculture, but its safe implementation requires robust analytical tools to identify micro-contaminants that may be transferred through reclaimed water, persist in soil, and reach crops. In this context, high-resolution mass spectrometry (HRMS) provides broad chemical coverage and reliable trace-level identification in complex matrices

The analytical strategy combined direct-injection LC-HRMS for reclaimed water with QuEChERS-based extraction for soil and crop samples, using an ion-trap-enhanced QTOF platform to improve ion utilisation and fragment-ion sensitivity. Data-independent acquisition enabled broad MS/MS coverage, while compound annotation was supported by a homemade theoretical-exact mass database and complemented, for a substantial subset, by confirmation with analytical standards. The screening scope comprised around 530 contaminants of emerging concern, including pharmaceuticals, pesticides, per- and polyfluoroalkyl substance, flame retardants, and transformation products.

The results demonstrate that this approach enables rapid and reliable trace-level screening across connected environmental matrices under realistic agricultural conditions. In greenhouse systems irrigated with reclaimed water, several compounds were detected in soil during cultivation, and some remained measurable after harvest, indicating persistence and carry-over within the agricultural system. In cucumber, selected residues were confirmed at sub- $\mu\text{g}/\text{kg}$ levels, supporting limited transfer to edible tissues. In parallel, flame retardants were also investigated in dust samples, highlighting the value of extending contaminant surveillance beyond aqueous matrices alone.

Overall, this work highlights modern HRMS not only as a highly efficient analytical platform, but also as a key tool for integrated environmental assessment, linking water reuse, soil quality, crop safety, and multipath way exposure within a common scientific framework.

Acknowledgments

This study was conducted as part of the project PID2023-147846OB-C21, which was financed by the Spanish Ministry of Science, Innovation, and Universities.

Particles – Gotta Catch 'Em All!

Pushing the Boundaries of Single Particle Methods

David Clases^a, Manuel Candussi^a, Bernhard Grüner^a, Paul Stüger^a, Siobhan Peters^a, Sara Escudero Cernuda^a, Raphael Hauer^b, Christian Neuper^b, Anton Nrecaj^c, Christian Hill^b, Raquel Gonzalez de Vega^d, Matthias Elinkmann^a, Thomas Lockwood^a

^aNanoMicroLab, University of Graz, Graz (Austria)

^bBrave Analytics, Graz (Austria)

^cPanejo GmbH, Graz (Austria)

^dTESLA, University of Graz, Graz (Austria)

Single particle ICP-MS has transformed our ability to interrogate complex particulate systems, offering highly sensitive and information-rich access to particles in a one-by-one fashion. Yet its applicability remains constrained by inherent limitations. These become particularly evident when targeting particles at both ends of the analysable size range, when particles have heterogeneous compositions or chemically relevant molecular identities. At the same time, the increasing scale and complexity of single particle datasets place growing demands on data treatment, interpretation and analytical confidence.

This presentation explores emerging strategies to expand the analytical scope of single particle analysis beyond these boundaries. These include approaches to retrieve molecular signatures and physical particle properties before particles are destroyed during ICP-MS analysis. In particular, complementary optical and spectroscopic methods, including in-line microscopy, Raman spectroscopy and optical trapping-based approaches, are introduced as routes to access particle-resolved information on size, morphology and chemical identity. In parallel, ICP-TOFMS and new data-processing pipelines are highlighted as powerful tools for screening complex samples for relevant particle populations and enabling in-depth characterisation.

By combining rapid elemental screening with orthogonal particle-resolved techniques, these approaches open new avenues for the analysis of biologically, environmentally and industrially relevant particles in complex real-world samples with greater selectivity, accuracy and interpretative depth. Rather than viewing ICP-MS as a standalone endpoint, this presentation advocates an integrated analytical strategy for deciphering complex particulate systems.

Conferencia Invitada-5

Isotopically Labeled Compounds for Improving the Accuracy and Precision of Analytical Results in Metabolomics, Proteomics and Clinical Analysis.

Pablo Rodríguez-González

Department of Physical and Analytical Chemistry, University of Oviedo (Spain)

Instituto de Investigación Sanitaria del Principado de Asturias (ISPA), Oviedo (Spain)

The translation of prognostic and diagnostic biomarker candidates into clinical applications is time-consuming, costly, and often unsuccessful. Healthcare systems can achieve substantial cost savings through the routine implementation of biomarker testing. In the longer term, the early detection of diseases may help to further reduce the number of expensive interventions or inappropriate medical treatments. However, the discovery and validation of many disease biomarkers are currently limited by the analytical performance of the techniques used for their determination in real biological samples. Reducing measurement uncertainty is thus essential to enable a more reliable assessment of the true biological variability among samples.

Advanced clinical studies aimed at the identification, validation, and quantification of biomarkers in the fields of targeted and untargeted metabolomics and proteomics rely on chromatographic techniques coupled to high- and low-resolution mass spectrometry (MS). The use of isotopically labelled compounds in combination with MS represents the most effective strategy for achieving reliable internal standardization of analytical results capable of correcting for non-quantitative recoveries during sample preparation, matrix effects and instrumental signal drift. Reference procedures based on isotope dilution mass spectrometry can be used to validate more affordable methods with lower metrological quality or to certify new reference materials. In addition, ^{13}C -labeled substrates are used in metabolic flux analysis to enable the quantitative reconstruction of intracellular metabolic pathways, helping to identify metabolic alterations and potential therapeutic targets for cancer treatment.

Different examples will be presented in the fields of targeted and untargeted metabolomics, proteomics, and metabolic flux analysis, highlighting the critical role of isotopically labeled standards in improving analytical quality, ensuring result comparability, and facilitating the successful translation of biomarker candidates into clinical applications as well as advancing the understanding of intracellular metabolism in cancer cells.

Acknowledgments

Project MCIU-22-PID2021- 125795NB-I00 financed by MCIU /AEI / 0.13039/501100011033 / FEDER, UE is acknowledged.



Comunicaciones orales: sesión 1

O-1.1

Caracterización innovadora de complejos LP-AuNP mediante EAF4 acoplado a una plataforma multidetección

Andrea López-Gutiérrez^a, Nuria Rodríguez-Fariñas ^a, Cristina Blasco-Navarro^b, Iván Bravo Pérez^b, Rosa del Carmen Rodríguez Martín-Doimeadios^a and Ángel Ríos^a

^a Departamento de Química Analítica y Tecnología de los Alimentos, Universidad de Castilla La-Mancha, (España)

^b NanoDrug Unit, Facultad de Farmacia de Albacete, Departamento de Química Física, Universidad de Castilla La-Mancha, 02071 Albacete, (España)

Las nanopartículas de oro (AuNPs) han suscitado gran interés en el ámbito biomédico por sus excelentes propiedades ópticas y fisicoquímicas. Sin embargo, al entrar en contacto con los medios biológicos pueden experimentar transformaciones que modifican su tamaño, carga superficial y estado de agregación. Estos cambios pueden afectar a su funcionalidad y posible toxicidad. Para mitigar estos efectos, los liposomas (LP) han sido propuestos como transportadores de las AuNPs para mejorar su estabilidad y biocompatibilidad [1]. Aun así, una vez formado el complejo LP-AuNP es esencial realizar una exhaustiva caracterización de su tamaño y de sus parámetros eléctricos para predecir su estabilidad y comportamiento en medios biológicos. Hasta ahora para esta caracterización se han empleado las técnicas de dispersión dinámica y electroforética de la luz (DLS/ELS). No obstante, al basarse en mediciones por lotes, la heterogeneidad, polidispersión y fuerza iónica de la muestra dificultan la obtención de información específica del complejo LP-AuNP.

En este contexto, una alternativa prometedora es el fraccionamiento en campo de flujo asimétrico en su modalidad de campo eléctrico (EAF4). Esta técnica de separación avanzada que combina en el mismo canal un flujo asimétrico y un campo eléctrico puede acoplarse simultáneamente a varios detectores proporcionando información complementaria sobre el tamaño y las propiedades eléctricas de partículas individuales. Así, en este trabajo se ha empleado por primera vez una estrategia basada en EAF4 con una plataforma multidetectora (absorción ultravioleta-visible (UV-vis), dispersión de luz multiángulo (MALS) y espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS)) para caracterizar complejos LP-AuNP procedentes de distintos métodos de síntesis. Los resultados revelaron la presencia de poblaciones con diferentes tamaños y parámetros eléctricos, lo que aporta información relevante para la predicción de la estabilidad de los distintos complejos en medios biológicos con el fin de utilizarlos de forma segura. Por ello, EAF4 es una estrategia analítica con gran potencial para afrontar los retos actuales en la caracterización por tamaño de formulaciones basadas en LP.

Agradecimientos

PID2022-138761NB-I00, SBPLY/23/180225/000153, 2025-GRIN-38466. Contrato pre-doctoral PREP2022-000195.

Referencias

1. Hamdi et al. (2022). *Heliyon*, 8, e09394

O-1.2

Comprehensive two-dimensional liquid chromatography as an analytical tool to reveal the potential effect of fermentation and enzymatic hydrolysis in soybean meal composition

Fabricio Oliveira^a, Lidia Montero^b, Alejandro Cifuentes^b, Mariana Montero^c, Daniel Perrone^d, Miguel Herrero^b

^aLaboratório de Desenvolvimento e Análise Sensorial de Alimentos, Faculty of Pharmacy, Federal University of Rio de Janeiro (Brazil)

^bFoodomics Laboratory, Institute of Food Science Research - CIAL (CSIC-UAM) (Spain)

^cLaboratório de Alimentos Funcionais, Nutrition Institute, Federal University of Rio de Janeiro (Brazil)

^dLaboratório de Bioquímica Nutricional e de Alimentos, Chemistry Institute, Federal University of Rio de Janeiro (Brazil)

Soybean intake has been linked to various health-promoting effects, largely attributed to its rich content of bioactive constituents, particularly isoflavones and soyasaponins. However, food processing can profoundly alter the soybean phytochemical composition, and such complex modifications cannot be adequately captured using conventional chromatographic approaches. In this study, comprehensive two-dimensional liquid chromatography coupled with tandem mass spectrometry (LC×LC–MS/MS) was employed to profile the metabolome of soybean meal (SBM) and to evaluate alterations induced by two different technological processes, namely, fermentation with *Saccharomyces cerevisiae* (FSBM), and enzymatic hydrolysis using a food-grade cellulase (ESBM). Extraction with methanol:water (1:1, v/v) provided the highest extraction efficiency and the broadest phytochemical coverage. Twelve isoflavones were detected in SBM, while both bioprocessing strategies resulted in complete transformation of glycosylated isoflavones into their aglycone forms, which were exclusively found in FSBM and ESBM. A total of 39 soyasaponins were tentatively identified, of which 28 were exclusive to SBM, and only three were shared among all samples. Fermentation induced a pronounced remodeling of the SBM metabolite profile, with the loss of 39 compounds and the appearance of 42 new ones, including 18 soyasaponins. Enzymatic hydrolysis elicited a distinct compositional shift, characterized by the disappearance of 43 compounds and the formation of 36 new metabolites, seven of which were soyasaponins absent in FSBM. Collectively, these findings underscore the value of advanced chromatographic methodologies, such as LC×LC, for deciphering soybean phytochemical complexity and highlight the potential of targeted biotechnological processing to enhance the chemical diversity, functional attributes, and nutritional quality of soybean-derived ingredients.

O-1.3

Compositional diversity of commercial olive leaf extracts and supplements revealed by UHPLC-ESI-TIMS-QTOF.

Andrea Erdociain-Jiménez^a, Patricia Fernández-Moreno^a, Alejandro Rojas-García^a, Taha Mehany^a, David Arráez-Román^a, Antonio Segura-Carretero^a, Álvaro Fernández Ochoa^a, María de la Luz Cádiz-Gurrea^a

^aDepartment of Analytical Chemistry, University of Granada, 18071 Granada (Spain)

Olive leaf (*Olea europaea* L.) extracts and supplements are widely marketed for their phenolic content, particularly secoiridoids such as oleuropein. However, commercial formulations can differ substantially in composition, with direct implications for product quality and bioactivity [1]. Characterising such diversity is analytically challenging because these matrices contain numerous positional and structural isomers, isobaric species and degradation products that co-elute under HPLC-QTOF conditions [2]. Ion mobility spectrometry (IMS) emerges as an effective strategy to resolve these species and provide *Collision Cross Section* (CCS) values as an orthogonal identification parameter [3].

This work pursues two complementary aims: to evaluate the added value of *Trapped Ion Mobility Spectrometry* (TIMS) coupled to UHPLC-ESI-QTOF for the characterisation of olive leaf-derived products, and to assess the diversity among commercial extracts and supplements, identifying differences between them that are only apparent when incorporating the IMS dimension. A set of 6 commercial extracts and 9 supplements was analysed on a UHPLC-ESI-timsTOF MS/MS platform using *Parallel Accumulation Serial Fragmentation* (PASEF). Data were processed with MZmine 4. Accurate mass and MS/MS spectra were evaluated using SIRIUS and databases such as HMDB, while experimental ^{TIMS}CCS_{N₂} values were cross-referenced with AllCCS and CCSbase.

The IMS dimension increased the number of resolved features by 34% over conventional LC-MS processing, demonstrating its significant analytical added value. This analytical resolving power revealed several isomeric species that would otherwise remain hidden. Oleuropein aglycone was detected in 13 out of 15 samples as two isomers (CCS 165.6 and 238.5 Å²) at the same retention time; similarly, ligustroside showed an analogous behaviour, with two distinct mobility peaks (CCS 191.5 and 201.1 Å²). Beyond these compounds shared by most samples, the mobility dimension also revealed compositional differences between samples. Verbascoside was detected as a single chromatographic peak that the mobility dimension separated into two isomers (CCS 199.8 and 213.3 Å²): both were present in 9 samples, but 3 commercial supplements showed only the lower-CCS isomer. Oleoside displayed an analogous behaviour, with two mobility peaks (164.9 and 228.3 Å²) in 6 samples and a single peak in five others. Without ion mobility, these samples would have been qualitatively indistinguishable for these metabolites, masking their underlying structural diversity. These findings highlight the strong added value of IMS as a powerful tool for differentiating complex botanical extracts and supporting their quality control and standardisation, particularly in products with demonstrated bioactive potential.

1. Medina et al. (2019). *Food Funct.*, 10, 4716.
2. Serrano-García et al. (2024). *J. Agric. Food Chem.*, 72, 27561.
3. Drakopoulou et al. (2021). *J. Agric. Food Chem.*, 69, 15728.

O-1.4

Assessment of *In Vitro* Digestion Protocols on the Bioaccessibility of Nanoparticles and Trace Elements in Food Matrices

Iria Domínguez-Robles^a, Adriana Vázquez-Silva^a, Iria Turnes-Casares^a, Raquel Domínguez-González^a, Manuel Aboal-Somoza^a, Pilar Bermejo-Barrera^a, Antonio Moreda-Piñeiro^a.

^a Trace Elements, Spectroscopy, and Speciation Group (GETEE), Institute of Materials (iMATUS), Department of Analytical Chemistry, Nutrition and Bromatology. Faculty of Chemistry. Universidade de Santiago de Compostela, (Spain).

The importance of *in vitro* models and their advantages over *in vivo* models in assessing the toxicological risk of substances present in food is widely recognised. The growing use of inorganic nanoparticles (NPs) in the food industry has created a need to study their bioavailability following ingestion, with oral bioaccessibility being a key step in this process. However, the diversity of protocols used to simulate gastrointestinal digestion makes it difficult to compare results across studies and limits the ability to draw robust conclusions.

The aim of this study is to compare the oral bioavailability of trace elements in different food matrices by applying two *in vitro* digestion methodologies: the standardised INFOGEST 2.0 protocol, proposed by EFSA as a reference model, and the method developed and optimised by the Trace Elements, Spectroscopy and Speciation Group at the Universidade de Santiago de Compostela since 2001.

Firstly, suspensions of Ag and TiO₂ NPs, as well as representative commercial matrices such as the food additive E171 and silver-coated sugar beads, were studied to assess the differences between the two protocols and their suitability for subsequent analysis by spICP-MS. This comparison enabled us to investigate how digestion conditions affect the stability, size and detection of the NPs. Secondly, both digestion methods were applied to real food samples (hake, mussels and dairy products) to analyse the bioavailability of various trace elements (Zn, Pb, Cu, Cd, As, Fe and Mn, amongst others).

Overall, this study highlights the importance of standardising *in vitro* methods for simulating gastrointestinal digestion in food, with a view to improving the comparability of results and contributing to a more accurate assessment of the risks associated with the intake of metals, both in their ionic and nanoparticulate forms.



Comunicaciones orales: sesión 2

O-2.1

MicroLC-coupled HRdm-IMS-MS enables comprehensive lipidomic structural annotation in ultra-low-volume biological samples

Guillermo Viejo-Palenzuela^{a,b}, Jorge R. Álvarez-Buylla^a, Héctor González-Iglesias^{a,b}, Marcos Bouza^{a,b}

^aInstituto de Productos Lácteos de Asturias (IPLA-CSIC), Oviedo (Spain).

^bInstituto de Investigación Sanitaria del Principado de Asturias (ISPA), Oviedo (Spain).

Lipidomics has emerged as a key discipline for the comprehensive characterization of lipid species and their biological functions, with high-resolution mass spectrometry representing the cornerstone of lipid analysis [1]. However, volume-limited samples remain a critical bottleneck in many biological and clinical applications, (e.g., biopsies, biofluids, ocular matrices, and small-scale cell cultures). Moreover, the high structural diversity of lipids, driven by extensive positional and geometric isomerism, often exceeds the resolving power of LC-MS alone. Although high-resolution approaches such as HRdm-IMS have been proposed, they still face practical limitations in detection sensitivity.

In this work, we aimed to develop a microscale liquid chromatography (MicroLC) method that maximizes ionization efficiency and sensitivity, unlocking the full analytical potential of HRdm-IMS-MS for comprehensive lipidomic profiling of low-volume biological samples [2]. We implemented a MicroLC platform coupled to an electrospray ionization quadrupole time-of-flight (ESI-QTOF) system, operating with reduced injection volumes (0.5 μ L), low flow rates (75 μ L min⁻¹), and optimized ion source parameters compared with conventional UPLC chromatography. MicroLC provided consistent gains in MS signal. Across multiple lipid classes, peak areas increased 5-fold and peak heights 3.5-fold, with only a modest 1.5-fold increase in peak width at half maximum. When integrated with HRdm-IMS, the enhanced sensitivity provided by MicroLC yielded 1.5- to 3.8-fold signal increases depending on lipid class, enabling orthogonal IM separation and further identification of structural isomers missed or partially unresolved during UPLC analysis. In biologically constrained samples, including MIO-M1 glial cell extracts and vitreous humor case-control cohorts, the method provided expanded lipid coverage.

The methodology establishes a powerful platform for analytical, biomedical, and clinical studies where sample availability is the primary bottleneck.

Acknowledgments

This work was financially supported through project PID2022-137319OB-C22/Agencia Estatal de Investigación (AEI)/10.13039/501100011033 and the PCTI Program of the Government of the Principality of Asturias, Spain as well as the FEDER Program of the European Union (IDE/2024/000685). M. B. acknowledges financial support from grant RYC2022-035852-I funded by MICIU/AEI/10.13039/ 501100011033 and by the FSE+.

References

1. Han et al. (2022). *J. Lipid Res.*, 63, 100164.
2. Xu et al. (2024). *Nat. Commun.*, 15, 6252.

O-2.2

Metodologías rápidas y en tiempo real basadas en espectrometría de masas: de la monitorización clínica y defensa a la bioarqueología

Ana María Casas-Ferreira^a, Miguel del Nogal Sánchez^a, Diego García-Gómez, Ana Ballester-Caudet^a, Eliseo Herrero Hernández^a, Encarnación Rodríguez-Gonzalo^a, José Luis Pérez Pavón^a

^aUniversidad de Salamanca. Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología, Plaza de los Caídos s/n, 37008 Salamanca (España)

En las últimas décadas, la Química Analítica ha experimentado un cambio de paradigma impulsado por la necesidad de obtener respuestas rápidas en escenarios complejos. La tendencia actual hacia la Química Verde y la sostenibilidad ha favorecido el desarrollo de métodos basados en espectrometría de masas en los cuales la muestra es introducida directamente en el instrumento. Estas metodologías permiten simplificar o eliminar las etapas de preparación de muestra y separación cromatográfica. Así, no solo reducen el tiempo de análisis y el consumo de reactivos, sino que permiten incluso la monitorización de procesos en tiempo real.

En esta comunicación se presentan los avances desarrollados por nuestro grupo de investigación centrados en la aplicación de dichas metodologías rápidas y en tiempo real para la resolución de desafíos analíticos actuales. En este sentido, se incluyen dos líneas que demuestran la versatilidad de la espectrometría de masas cuando se despoja de las limitaciones de la cromatografía convencional.

La primera línea se centrará en la espectrometría de masas acoplada a ionización secundaria por electrospray (SESI-MS). Se detallará su aplicación en dos vertientes críticas: por un lado, la detección y monitorización de agentes de guerra química y sustancias peligrosas, una herramienta vital para la defensa y la seguridad ciudadana. Por otro lado, se describirá su utilidad en el ámbito clínico para la caracterización de medicamentos inhalatorios.

La segunda línea abordará el desarrollo de métodos basados en el análisis por inyección en flujo acoplado a espectrometría de masas (FIA-MS). Se detallará su aplicación para la determinación del sexo biológico a través del análisis de péptidos derivados de la amelogenina presentes en el esmalte dental. A diferencia de los análisis osteológicos, esta aproximación proteómica mediante FIA-MS ofrece una robustez superior y una velocidad de procesamiento compatible con grandes volúmenes de muestras.

En conclusión, las metodologías aquí descritas mejoran la eficiencia y sostenibilidad del análisis, permitiendo obtener información crítica de forma rápida, incluso instantánea, consolidándose como una alternativa real y versátil frente a los métodos convencionales.

O-2.3

Comprehensive GC×GC–TOF MS as a Versatile Tool for Advanced Chemical Characterization Across Analytical Domains

Julio Lluch^a, Tomas Kovalczuk^b, Sebastiano Pantò^c

^aLECO Instrumentos, (España&Portugal)

^bLECO Instruments, (Czech Republic)

^cLECO EATC, (Germany)

The growing demand for comprehensive chemical characterization in modern analytical chemistry spans multiple disciplines, including chromatography, mass spectrometry, metabolomics, environmental science, and food safety. Complex samples often contain hundreds to thousands of compounds with diverse physicochemical properties, posing a challenge for conventional one-dimensional techniques. In this context, comprehensive two-dimensional gas chromatography coupled with time-of-flight mass spectrometry (GC×GC–TOF MS) has emerged as a powerful and unifying analytical platform.

GC×GC employs two columns with orthogonal selectivity, enabling enhanced separation capacity and structured chromatograms that reflect compound classes. Coupled with TOF MS, which provides rapid acquisition of full-range mass spectra, the technique enables both targeted and non-targeted analysis within a single run. This capability is particularly relevant for interdisciplinary environments such as CAI 2026, where integration of separation, detection, and data analysis is essential.

The versatility of GC×GC–TOF MS is demonstrated across several analytical domains. In petrochemical analysis, it enables detailed characterization of complex mixtures such as crude oil and high-boiling fractions through optimized separation conditions. In food safety and environmental analysis, non-target screening allows detection of contaminants, including pesticide residues and non-intentionally added substances (NIAS) migrating from packaging materials.

In metabolomics and biomarker discovery, GC×GC–TOF MS offers significant advantages due to its high sensitivity and broad metabolite coverage. The combination of high chromatographic resolution and full-spectrum acquisition supports reliable identification and retrospective data analysis. Advanced data processing tools, including spectral deconvolution and classification algorithms, further enhance interpretation of complex datasets.

The integration of high-resolution TOF MS extends these capabilities by enabling accurate mass measurements and improved confidence in compound identification, particularly in trace analysis. This is critical for addressing current analytical challenges across disciplines represented at CAI 2026.

In conclusion, GC×GC–TOF MS represents a flexible and comprehensive analytical approach that bridges multiple areas of instrumental analysis. Its ability to deliver detailed chemical information from complex matrices makes it highly suitable for interdisciplinary research and routine applications.

Keywords: GC×GC, TOF MS, non-target screening, metabolomics, petrochemicals, food safety, analytical chemistry

MZ2Struct: A Database for Mapping m/z Values to Molecular Substructures in Mass Spectrometry-Based Small Molecule Annotation.

Aleksandr Zubov^{ab}, Adrià Olomí^a, Antoni del Pino^a, Nuria Canela^a, Xavier Domingo-Almenara^{ab}

^aEURECAT - Technology Centre of Catalonia (Spain)

^bUniversity Rovira i Virgili (Spain)

MS/MS data annotation remains a significant bottleneck in metabolomics, limiting confident small molecule identification. Complementary tools and resources are needed to improve metabolite annotation from different analytical perspectives. Current approaches include machine learning-based interpretation, such as SIRIUS, and molecular networking, such as GNPS. Mapping specific fragment ion m/z values to molecular substructures could further complement these strategies. However, few resources allow users to query an m/z value and retrieve potential substructures, and most are not publicly available. Here, we present MZ2Struct, a new library and online resource for identifying potential substructures associated with queried m/z values from fragment ion peaks observed in experimental MS/MS data.

MS/MS spectra from public repositories such as GNPS were clustered based on similarity, and shared peaks were extracted. For each shared peak, a modified breadth-first search (FBS) algorithm identified a set of candidate substructures in the parent molecule, which were then refined by searching common fragmentation patterns within clusters of similar molecules.

Our method generated more than 30000 unique m/z–substructure pairs through the analysis of over 35000 spectra from the GNPS library. The resulting library contains a heterogeneous collection of representative substructures commonly found in small molecules, primarily ranging from 40 to 300 Da.

This freely available library can be queried through a web interface using fragment ion m/z values to identify potential substructures. In addition, our method enables the calculation of corresponding neutral losses, which can also be queried to identify potential substructures when a fragment ion originates from the loss of a moiety from the parent molecule.

To evaluate the performance of MZ2Struct, we compared it with SIRIUS and molecular networking-based strategies through the GNPS platform, using MS/MS data from known molecules in the MCE Bioactive Compound Library, among other datasets. Our results show that MZ2Struct can serve as a complementary strategy for retrieving a broader range of candidate substructures for a given peak.

Our results constitute the first public and open-access resource linking m/z to substructures for small molecules using MS data.



Comunicaciones orales: sesión 3

O-3.1

Development and optimization of an APGC-MS/MS method for the determination of PBDD/Fs in atmospheric emission samples

Albert Sales-Alba, Xavier Ortiz Almirall, Jordi Diaz-Ferrero

Environmental Laboratory - Department of Analytical and Applied Chemistry, IQS - School of Engineering, Universitat Ramon Llull, Spain

Polybrominated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans (PBDD/Fs) are emerging organic contaminants of increasing concern due to their structural and toxicological similarity to regulated chlorinated analogues (PCDD/Fs). These compounds are mainly generated during industrial thermal processes and released into the atmosphere. Although specific regulation for PBDD/Fs is not yet established, European authorities recommend periodic monitoring of emission sources such as waste incinerators. In addition, their recent consideration for inclusion under Annex C of the Stockholm Convention highlights the need for robust and accessible analytical methodologies. Gas chromatography coupled to high-resolution mass spectrometry (GC-HRMS) remains the reference technique for dioxin analysis in air emissions. However, its high cost, operational complexity, and increasing obsolescence limit its routine applicability. In this context, triple quadrupole gas chromatography-tandem mass spectrometry (GC-MS/MS) has emerged as a promising alternative. In particular, the atmospheric pressure gas chromatography (APGC) coupled with MS/MS offers enhanced molecular ion preservation via soft ionization, potentially improving sensitivity and selectivity for highly halogenated compounds such as PBDD/Fs.

In the present work, an APGC-MS/MS (QqQ) method was developed and optimized for the determination of 2,3,7,8-substituted PBDD/Fs in atmospheric emission samples. Critical parameters related to both the chromatographic separation and the APGC ionization source were systematically evaluated to maximize signal intensity and minimize fragmentation in complex emission matrices. Method performance was assessed through real emission samples collected during seasonal monitoring campaigns in Barcelona (Spain), and results were compared with those obtained by the reference GC-HRMS technique. The optimized GC-MS/MS method achieved detection limits suitable for environmental monitoring and showed good agreement with GC-HRMS for the 13 target toxic congeners. These results demonstrate the potential of GC-MS/MS as a reliable and accessible alternative for PBDD/Fs analysis, supporting its implementation in the routine monitoring and future regulatory frameworks.

O-3.2

Advanced Suspect Screening of Antibiotic Transformation Products in Reclaimed Water: Enhancing Identification Confidence.

A. París-Reche^{1,2}, C. Fernanda Grasel Frois³, R. Wielens Becker³, C. Sirtori^{1,3,4}, A. Agüera^{1,2}, P. Plaza-Bolaños^{1,2}

¹ Dpt. Chemistry and Physics, University of Almeria, Ctra. Sacramento s/n, Almeria, 04120, Spain.

² Solar Energy Research Centre (CIESOL), Joint Centre University of Almeria-CIEMAT, Ctra. Sacramento s/n, Almeria, 04120, Spain.

³ Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Av. Bento Gonçalves, 9500, CEP 91501-970 Porto Alegre, RS, Brazil.

⁴ Laboratório de Análises de Resíduos de Pesticidas (LARP) – Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, Av. Roraima, 1000, Santa Maria-RS, Brazil.

Chlorination is one of the most common tertiary treatments applied in reclaimed water facilities (RWFs) due to its efficiency in disinfection. However, the presence of antibiotics in wastewater, resulting from the limited removal capacity of conventional wastewater treatment plants (WWTPs), raises concerns about the possible formation of transformation products (TPs) during chlorination¹. These TPs may show higher toxicity or persistence than their parent compounds, making their identification and evaluation essential for assessing the chemical safety of treated effluents.

In this study, the formation of antibiotic-related TPs was investigated in real RWFs in Spain using suspect screening with high-resolution mass spectrometry (HRMS). A database of 104 TPs from 8 antibiotics (ciprofloxacin CIP, clindamycin CLD, lincomycin LCN, sulfadiazine SFD, sulfapyridine SFP, sulfamethoxazole SMX, tetracycline TCN, and trimethoprim TMP) that are commonly found in secondary effluents, was compiled from literature. A total of 46 samples from four RWFs were analyzed using data-dependent (DDA) and data-independent (DIA) acquisition. Additionally, a modified confidence classification scheme, based on Schymanski's approach, was proposed to improve TP identification. Overall, 46 TPs were tentatively identified, with 25 of them upgraded to a confidence level² thanks to the information obtained via HRMS. The most frequently detected TPs were CIP 263, CLD 441, SMX 110, SMX 144, SMX 193 and TMP DAP, with up to 33 detections in the analyzed samples. These importance of evaluating TPs in reclaimed water disinfection processes.

Acknowledgements

The authors gratefully acknowledge financial support to the Consejería de Universidad, Investigación e Innovación of the Andalusian Government through the MODITRAGUA project (PROYEXCEL_00585). A. París-Reche is grateful to PPIT-UAL (CPRE2023-052, Junta de Andalucía-FEDER 2021-2027.Programa: 54.A).

References:

1. Martínez-Piernas et al. 2021. J. Hazard. Mater. , 412.
2. Schymanski, et al. 2014. Environ. Sci. Technol, 48(4), 2097.

O-3.3

Py-GC-MS aplicado al análisis de microplásticos convencionales y biodegradables en suelos agrícolas

Encarnación López Rodríguez^a, Jesús Marín Sáez^a, Roberto Romero González^a, Antonia Garrido Frenich^a.

^aGrupo de Investigación “Química Analítica de Contaminantes”, Departamento de Química y Física, CIAIMBITAL, Universidad de Almería, Campus de Excelencia Internacional Agroalimentario ceiA3, E-04120 Almería. (España)

La presencia de microplásticos (MPs) constituye una problemática ambiental de creciente relevancia debido a su persistencia, ubicuidad y potencial impacto sobre los ecosistemas terrestres. Estas partículas, cuyo tamaño se define en el intervalo de 1 μm a 5 mm, representan una fuente potencial de contaminación tanto por las propias partículas como por los aditivos químicos incorporados durante su fabricación. En sistemas agrícolas intensivos, el uso continuado de acolchados plásticos, sistemas de riego y cubiertas de invernadero favorece la entrada de MPs y su acumulación en el suelo. Como respuesta, las políticas europeas, concretamente el Reglamento Delegado (UE) 2024/2787 de la Comisión,¹ promueven la sustitución progresiva de plásticos convencionales por alternativas biodegradables. No obstante, esta transición plantea nuevos desafíos ambientales asociados a la formación de microplásticos biodegradables (BMPs) como consecuencia de procesos de degradación incompleta.

En este trabajo se evaluó la presencia de MPs y BMPs en suelos agrícolas de la provincia de Almería (España), una de las regiones con mayor intensidad de agricultura bajo plástico de Europa. Se desarrolló una estrategia analítica para la determinación simultánea de 10 polímeros convencionales y 4 biodegradables. Dicha metodología comprendió una etapa de extracción consistente en tres etapas: oxidación de la materia orgánica mediante reactivo de Fenton, separación por densidad con disolución saturada de ZnCl_2 y filtración a vacío con filtros de celulosa de 1 μm . Posteriormente, los filtros fueron homogeneizados mediante criomolienda y sometidos a análisis mediante pirólisis acoplada a cromatografía de gases y espectrometría de masas (Py-GC-MS) en modo selección de iones monitorizados (SIM) como alternativa a las técnicas espectroscópicas convencionales.²

El método desarrollado fue validado en términos de selectividad, linealidad, exactitud y precisión, obteniéndose límites de cuantificación comprendidos entre 0,05 y 0,25 mg para la mayoría de los polímeros estudiados. Posteriormente el método fue aplicado al análisis de suelos agrícolas, evidenciando una presencia ubicua de polietileno (PE) y polipropileno (PP).

Agradecimientos

Proyecto PID2022-137122OB-I00 financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033 y por “FEDER Una manera de hacer Europa”. ELR agradece la beca predoctoral PRE2023-001 financiada por MICIU/AEI/10.13039/501100011033 y por “FSE+”. JMS agradece al CUII y al Andalucía FSE+ 2021-2027 el apoyo financiero (POST_2024_00151).

Referencias

1. Comisión Europea (2024). Reglamento Delegado (UE) 2024/2787 de la Comisión.
2. Marín-Sáez et al. (2026). Trends Environ. Anal. Chem., 49, e00297.

O-3.4

Determination of micropollutant and biomarker in-sewer stability in sewage systems with ferric dosing by LC-HRMS

Natko Krajina^{a,b}, Oriol Gutiérrez^a, Mira Petrović^a

^aThe Catalan Institute for Water Research, (Spain)

^bUniversity of Girona, (Spain)

Wastewater-based epidemiology (WBE) plays an increasingly important role in determining exposure to various chemicals on population level by analyzing concentrations of corresponding chemical biomarkers in wastewater collected at the inlet of wastewater treatment plant. However, the micropollutants and their biomarkers are subjected to a series of processes during their conveyance through the sewer system that might alter their concentration and thus the exposure estimates obtained by WBE. Furthermore, dosage of ferric salts is commonly applied to mitigate corrosion processes in sewers with an unknown effect on WBE biomarker stability. The aim of this study was to assess these effects by analyzing wastewater samples obtained from different points within the sewage network in town of Roses (Spain) by liquid chromatography-high resolution mass spectrometry (LC-HRMS). A targeted analysis of 212 compounds including antibiotics, pharmaceuticals, pesticides, industrial chemicals and others was conducted on samples collected across four sampling points within sewage network during two different seasons: winter and summer. Samples were preconcentrated by solid phase extraction and analyzed by LC-HRMS using standard addition method and isotopically labeled internal standards where applicable. Results obtained show a significant decrease in concentration for numerous micropollutants and biomarkers after the ferric dosage point, suggesting that ferric dosage may promote degradation processes and alter exposure and consumption estimates in population backcalculated from WBE results.

Acknowledgments

This research is funded by the AEI project IRONSEWER, with reference number PID2023-150103OB-I00. Natko Krajina acknowledges his predoctoral fellowship PRE2023-001876 also funded by MCIU/ AEI.

O-3.5

Human cemeteries as hidden pollution hotspots: assessing the impact of graveyard leachate on the aquatic environment

Victoria Bolos-Sánchez^a, Lubertus Bijlsma^a, Elena Pitarch^a, Alberto Celma^{a,b}

^aEnvironmental and Public Health Analytical Chemistry, Research Institute for Pesticides and Water, University Jaume I, Castelló (Spain)

^bDepartment of Aquatic Sciences and Assessment, Swedish University of Agricultural Sciences (SLU), SE-750 07 Uppsala (Sweden)

Human burial sites have hitherto not been recognized as a source of chemical pollution for aquatic ecosystems. Their environmental impact remains poorly understood, despite their high potential to introduce a diverse range of organic micropollutants (OMPs) through organic matter decay and decomposition mechanisms. As the global populations grows and life expectancy increases, greater reliance on pharmaceuticals raises concerns about chemicals entering the environment through human remains. Furthermore, materials used in conventional burials (e.g. wooden coffins, varnishes, flame retardants and plasticizers) represent an additional source of contamination that may eventually leach into the soil and groundwater. The objective of this study was to investigate the extent of these pollutants at the Berthåga municipal cemetery in Uppsala (Sweden), following preliminary observations of anomalous toxicity in a stormwater pond directly connected to a creek flowing through the burial grounds. To this end, water and sediment samples were collected at multiple locations across the burial site and along upstream and downstream sections of the receiving Fyris River. Water samples were processed using multi-layered solid-phase extraction (SPE), while sediments underwent solid-liquid extraction followed by the same multi-layered SPE procedure. Both matrices were subsequently analysed using UHPLC-HRMS, following a suspect screening approach to identify a wide range of contaminants. Results revealed a significant presence of OMPs in samples investigated, with the most frequently detected compounds including flame retardants, industrial derivatives and specific pharmaceuticals (including antineoplastics), indicating that biological fluids from decomposing remains are reaching adjacent water bodies. However, the higher chemical load found in the river tends to overshadow the specific contribution of the cemetery. Nevertheless, the role of burial site as a pollution contributor remains unclear, yet results in this study showed an increase in the presence of contaminants that potentially impact both environmental and human health. These findings highlight the need to critically reassess burial-related infrastructure and management strategies to safeguard long-term environmental and public health.

Acknowledgements This project was financed by the Carl-Fredrik von Horn foundation through the Royal Swedish Academy of Agriculture and Forestry (GFS2024-0064). Generalitat Valenciana (Research Group of Excellence Prometeo CIPROM/2023/60) is also acknowledged. L. Bijlsma acknowledges grant RYC2020-028936-I funded by MCIN/AEI/ 10.13039/501100011033 and by “ESF Investing in your future”.

O-3.6

Acoplamiento de la etapa de tratamiento de muestra con el análisis directo mediante espectrometría de masas empleando plasma como fuente de ionización

Carlos Calero-Cañuelo, Rafael Lucena, Soledad Cárdenas

Affordable and Sustainable Sample Preparation research group, Departamento de Química Analítica, Instituto Químico para la Energía y el Medioambiente (IQUEMA), Universidad de Córdoba, Spain

El análisis directo por espectrometría de masas (MS) es un reto debido a la elevada complejidad de la mayoría de las muestras. En este ámbito, la microextracción en fase sólida y sus técnicas derivadas se han combinado ampliamente con MS con el fin de mejorar tanto la sensibilidad como la selectividad de las determinaciones. Es aquí donde el análisis directo del sorbente que contiene los analitos retenidos surge como una alternativa interesante con el fin de reducir tanto los tiempos de análisis, como el consumo de disolventes y gases asociados.

En esta comunicación se presentan dos aproximaciones donde se plantea el análisis directo de sustratos sorbentes planos mediante MS empleados para la extracción de drogas básicas en diferentes matrices. Ambos estudios tienen como núcleo central el diseño de una interfase basada en desorción térmica (TD) y posterior ionización empleando la fuente comercial de plasma SICRIT. Las interfases desarrolladas destacan por su simplicidad y por emplear elementos ampliamente disponibles comercialmente, lo que reduce los costes asociados al análisis y permite su implementación en otros ámbitos.

En una primera investigación se llevó a cabo la determinación de cocaína y metanfetamina en muestras de saliva usando una cinta adhesiva cuyo adhesivo se empleó como fase sorbente en la modalidad de extracción en vial. Tras el proceso de extracción, cada fase se analizó colocando el tapón en la interfase diseñada al efecto, permitiendo la desorción térmica de los compuestos de interés. El proceso destaca por su análisis rápido (1 minuto por muestra) y por no requerir el empleo de ningún tipo de disolvente ni gas adicional durante el proceso completo.

En un segundo trabajo se empleó una tela de algodón obtenida directamente de ropa para la extracción de tres drogas básicas en superficies de 100 cm². La extracción de los analitos se asistió con el empleo de metanol para favorecer la transferencia de los compuestos de interés durante el muestreo. El disolvente contenía los estándares internos de los analitos lo que permitió asegurar un análisis cuantitativo. Tras la etapa de muestreo, la fase de algodón se sometió a un proceso de desorción térmica y su posterior análisis mediante SICRIT-MS.

Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado por el proyecto PID2023-146313OB-I00 (MICIU/AEI/10.13039/501100011033).



Comunicaciones orales: sesión 4

O-4.1

Automatic non-supported electromembrane microextraction: Trends and opportunities

Manuel Miró^a, Ali Sahragard^a, Carlos Pagan-Galbarro^a, Enrique J. Carrasco-Correa^b, Pavel Kuban^c

^aFI-TRACE group, University of the Balearic Islands (Spain)

^bCLECEM group, University of Valencia (Spain)

^c Institute of Analytical Chemistry, Czech Academy of Sciences (Czech Republic)

Electromembrane extraction (EME) is an innovative modality of liquid-phase microextraction in which selective transfer of charged organic species is ensured via electromigration. However, the use of supported liquid membranes poses concerns regarding the sustainability and the real-life applicability of EME due to the limited reusability of the organic phase. Notwithstanding bio-based membranes have been recently proposed to substitute polymeric counterparts, challenges are still faced regarding miniaturization, automation and blueness.

This lecture is aimed at demonstrating the potential of advanced flow analysis for non-supported EME by individual handling of microvolumes of aqueous and organic phases into the conduits of flow systems with no need of solid membranes [1]. Segmented flow analysis combined with stopped flow enables unsupervised formation of the 3 phases, electromigration of specific ionic species and retrieval of the acceptor phase for further on-line chromatographic, optical or electrochemical detection [1]. A breakthrough application is the combination of EME with suspect screening in urine samples for further annotation of potential xenobiotic candidates and their metabolites while minimizing false positives and false negatives [2]. Particular emphasis is given in this lecture to the possibility of 3D-printing by stereolithography of functional millifluidic platforms that accelerate analyte migration by tuning the wettability of the organic phase and permit analyte enrichment by printing multiple donor phases for a single acceptor phase [3]. The exploitation of dual EME for isolation of compounds of distinct polarity and the combination of flow-based EME with direct optosensing at the organic-acceptor interface [3] will be also pinpointed, all illustrated with case studies of challenging matrices, including wastewaters and body fluids.

Acknowledgement: The authors acknowledge financial support by the Spanish Ministry of Science, Innovation and Universities, and the Spanish State Research Agency through the project PID2024-156804OB-C33 (MICIU/AEI/10.13039/501100011033/FEDER, EU)

References:

[1] Carrasco-Correa *et al.* (2019). *Anal. Chem.*, 91, 10808.

[2] Musatadi *et al.* (2025). *Anal. Chem.*, 97, 9683.

[3] Sahragard *et al.* (2024). *Anal. Chem.*, 96, 11068.

Espectrometría de masas en 4 dimensiones: más allá de la resolución

Pedro Cano^{(1),*}, Miguel Angel Pérez^(1,2), Elena Bueno⁽²⁾

⁽¹⁾ Bruker Española S.A., Madrid, Spain

⁽²⁾ Bruker Applied Mass Development Lab. Madrid

[*pedro.cano@bruker.com](mailto:pedro.cano@bruker.com)

La tecnología de trampa de movilidad iónica acoplada a espectrometría de masas de alta resolución timsTOF, se ha consolidado como una plataforma de referencia para el análisis de matrices complejas con alta sensibilidad en múltiples aplicaciones analíticas y ómicas bajo la denominación de espectrometría 4D. Los avances más recientes han permitido optimizar significativamente la respuesta en el rango de masas bajas, destacando la configuración **timsMetabo**, que amplía el alcance analítico tanto en acoplamiento con GC como con LC. Durante la sesión, se presentarán casos prácticos representativos que ilustran el potencial de esta tecnología en distintos escenarios analíticos.

Asimismo, la incorporación de la dimensión de movilidad iónica abre nuevas oportunidades para el desarrollo de metodologías sin necesidad de separación cromatográfica, habilitando estrategias innovadoras de análisis directo (DART). Este enfoque redefine el alcance de la espectrometría de masas en aplicaciones que van desde la síntesis química hasta el control de calidad en alimentación y otros entornos industriales. En esta comunicación oral, exploraremos estas capacidades emergentes y compartiremos ejemplos que evidencian el amplio espectro de aplicaciones que esta tecnología puede abordar.

O-4.3

Disolventes supramoleculares (SUPRAS): impulsando el tratamiento genérico de muestras en estudios del exposoma químico

Ana María Ballesteros Gómez^a, Cristina de Dios Pérez^a, Soledad Rubio^a.

^aDepartamento de Química Analítica, Instituto de Química para la Energía y el Medioambiente (IQUEMA), Universidad de Córdoba, 14071 Córdoba (España).

Se estima que actualmente hay entre 40.000 y 60.000 sustancias químicas industriales en el mercado mundial. La exposición humana a estas sustancias o largo de la vida se describe como el exposoma químico, que puede evaluarse tanto mediante estimaciones de exposición externa a través de la contaminación del aire, el agua o los alimentos, entre otros, o mediante la biomonitorización en matrices biológicas.

La espectrometría de masas de alta resolución acoplada a cromatografía líquida se ha consolidado como una herramienta clave en la investigación del exposoma. Sin embargo la preparación de muestra sigue siendo un reto en este campo, ya que los métodos dirigidos suelen abarcar pocos compuestos y con propiedades similares. En este contexto, los SUPRAS destacan como disolventes de extracción versátiles capaces de extraer compuestos con amplio intervalo de polaridad de forma simple y eficiente. Los SUPRAS son líquidos nanoestructurados que se forman por autoensamblaje espontáneo y coacervación de compuestos anfífilos en medios acuosos o hidroorgánicos. Frente a los disolventes orgánicos convencionales, presentan varias ventajas: ofrecen múltiples tipos de interacción intermolecular, lo que permite extraer compuestos con un amplio intervalo de polaridad; pueden prepararse fácilmente a partir de anfífilos comerciales, incluidos biosurfactantes renovables; y presentan baja volatilidad, inflamabilidad y toxicidad. Además, su estructura interna contiene poros de acceso restringido que ayudan a excluir interferentes como las macromoléculas.

Esta presentación muestra resultados recientes del grupo sobre el empleo de SUPRAS en la caracterización del exposoma interno y externo. En concreto, se utilizaron con éxito SUPRAS de agregados inversos de hexanol para la extracción y/o cuantificación de contaminantes en múltiples muestras de polvo y suero. Por ejemplo, en polvo de edificios se detectaron fármacos, drogas y estimulantes, lo que evidencia que el polvo constituye una fuente adicional relevante de exposición con posibles implicaciones sanitarias. En otro estudio, realizado en suero de pacientes psiquiátricos y de población control, se observaron mayores concentraciones de bisfenoles en los pacientes, lo que pone de manifiesto una mayor exposición a estos contaminantes en poblaciones vulnerables. En conjunto, se abordaron grupos de contaminantes muy diversos, con valores de log P entre -2,2 y 10,6, entre ellos drogas, pesticidas, retardantes de llama, bisfenoles y PFAS. Además, el procedimiento de extracción y limpieza fue simple, rápido y de una sola etapa, basado en agitación y centrifugación, con un bajo consumo de SUPRAS (200-500 μ L por muestra).

Agradecimientos

Agradecimientos: Los autores agradecen la financiación concedida al proyecto PID 2023-149488OB-I00 por MCIU/AEI/10.13039/501100011033/ FEDER, UE.

O-4.4

Recent developments in magnetic deep eutectic solvents for microextraction

Lorena Vidal, Sergio J. Abellán, Cristina Zapater, Miguel Ángel Aguirre, Antonio Canals
Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología e Instituto Universitario de Materiales, Universidad de Alicante, 03080 Alicante, España

The concept of Green Sample Preparation (GSP), formalized in 2022 [1], emphasizes the need to minimize the environmental impact of analytical methodologies. In particular, its second and third principles stress the use of safer solvents and reagents, together with sustainable, reusable, and renewable materials. In line with these guidelines, there has been a growing shift toward the implementation of environmentally friendly or low-toxicity solvents in analytical procedures aimed at extracting target compounds from complex matrices such as environmental, clinical, and food samples. Among these alternatives, deep eutectic solvents (DESSs), natural deep eutectic solvents (NADESSs), low-toxicity ionic liquids, surfactants, micellar systems, and bio-based solvents have been widely investigated.

Within this context, DESSs and NADESSs have gained considerable attention as viable substitutes for conventional hazardous organic solvents. These systems consist of two or more components that interact—typically through hydrogen bonding—resulting in a eutectic mixture with a melting point significantly lower than that of an ideal combination. Owing to their physicochemical properties, they are generally considered low-toxicity and environmentally benign extraction media. More recently, magnetic deep eutectic solvents (MDESSs) have been introduced as a functional subclass incorporating magnetic species, usually metal-based. These materials retain the advantageous features of DESSs, such as low vapor pressure, thermal stability, and straightforward synthesis, while additionally enabling rapid and efficient phase separation via an external magnetic field, thus eliminating the need for centrifugation. Despite these advantages, DESSs, NADESSs, and MDESSs present certain limitations, notably their relatively high viscosity and, in some cases, limited compatibility with analytical instrumentation. Although the use of MDESSs as extractant phases represents a promising and evolving strategy, further efforts are required to address the challenges associated with the design, optimization, and implementation of robust analytical methodologies.

Acknowledgements

The authors would like to thank the Spanish Ministry of Science and Innovation (PID2021-126155OB-I00) and the Regional Government of Valencia (Spain) (CIPROM/2021/062) for the financial support

References

1. López-Lorente, A. et al. (2022) *TrAC Trends in Anal. Chem.*, 148 116530.

O-4.5

Stir bar sorptive extraction with a methacrylic acid-based coating for trace analysis of basic pharmaceuticals in river water samples

Abril Trullàs^a, Héctor Martínez-Pérez-Cejuela^b Mónica Catalá-Icardo^c, José Manuel Herrero-Martínez^b, Rosa Maria Marcé^a, Núria Fontanals^a

^aDepartment of Analytical Chemistry and Organic Chemistry, Universitat Rovira i Virgili, Sescelades Campus, Marcel·lí Domingo 1, 43007 Tarragona, Spain. ^bDepartment of Analytical Chemistry, Universitat de València, Dr. Moliner 50, 46100, Burjassot, Spain.

^cIntegrated Management of Coastal Areas Research Institute, Universitat Politècnica de València, Paranimf 1, 46730, Grao de Gandía, València, Spain.

Pharmaceutical consumption has increased globally, leading to the continuous release of highly polar and persistent compounds into environmental waters. Due to their trace-level occurrence ($\mu\text{g/L}$ and ng/L) and their potential risks, sensitive analytical approaches combining liquid chromatography coupled to mass spectrometry in tandem (LC-MS/MS) with preconcentration techniques are required [1]. Among available sorptive microextraction techniques, stir bar sorptive extraction (SBSE) is an attractive option. However, commercial coatings such as polydimethylsiloxane (PDMS) and ethylene glycol-silicone (EG-silicone) show limited retention for polar analytes, which has encouraged the development of novel in-house coating materials. In this context, ion-exchange mixed-mode materials emerged as promising alternatives, as their acidic or basic functional groups improve the retention and selectivity of a wide range of compounds through ionic interactions [2,3]. Despite their potential, their application in SBSE remains underexplored.

This study presents the preparation, evaluation and application of a methacrylic acid (MAA)-functionalized coating attached to a glycidyl methacrylate (GMA)-based monolith for SBSE. The immobilized MAA groups provided weak cation-exchange (WCX) characteristics, enhancing selectivity and enabling ionic interactions with protonated basic analytes, under controlled sample pH. After optimization, the SBSE/LC-MS/MS method was validated in river water, showing suitable apparent recoveries ($\%R_{\text{app}}$), low matrix effects ($\%ME$) due to a methanol-based washing step, method detection and quantification limits in the low ng/L range. The method was subsequently applied to Ebre River samples (Spain), where all target compounds were found at ng/L levels.

Acknowledgements

These results are part of the projects PID2023-148939NB-I00 and PID2021-125459OB-I00 funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and FEDER, UE. A Trullàs acknowledges the support of the Joan Oró predoctoral grant program from the Department of Research and Universities of the Government of Catalonia and co-financing by the European Social Fund Plus (2024FISDU00309).

References

- [1] Almeida et al. (2021). *Separations*, 8, 1.
- [2] Moral et al. (2024). *Trends Anal Chem*, 181, 118005.
- [3] Nadal et al. (2022). *J. Chromatogr. A* 1663, 462748.

O-4.6

Una nueva mirada a la microextracción dispersiva por sorción sobre barra agitadora: análisis del impacto de la miniaturización mediante la evaluación de la sostenibilidad

Cristian Azorín, Juan L. Benedé, Alberto Chisvert

GICAPC, Departamento de Química Analítica, Universidad de Valencia (España)

La “Química Analítica Blanca” propone un enfoque holístico para la evaluación de métodos analíticos, integrando el rendimiento analítico, la practicidad del método y la sostenibilidad ambiental. En este marco, la preparación de muestra continúa siendo una etapa fundamental debido a la complejidad de determinadas matrices y a la necesidad de preconcentrar los analitos. Con el fin de reforzar la sostenibilidad de esta fase, se establecieron los principios de la “preparación de muestra verde”, orientados a minimizar el uso de reactivos, reducir residuos y optimizar recursos.

Las técnicas de microextracción se han consolidado como pilares de la preparación de muestra, aunque su evolución reciente ha estado marcada por una creciente preocupación por su sostenibilidad. En este sentido, la reducción o eliminación de reactivos tóxicos, la disminución de la cantidad de fase extractante y el diseño de materiales más selectivos y ecológicos han favorecido el desarrollo de estrategias cada vez más sostenibles. Con el tiempo, los enfoques de extracción miniaturizados han evolucionado aún más hacia técnicas de “ultramicroextracción”, que enfatizan no solo la reducción de los volúmenes de fase de extracción, sino también la minimización de los volúmenes de muestra [1].

Nuestro grupo de investigación desarrolló en 2014 la técnica de microextracción dispersiva por sorción sobre barra agitadora (SBSDME), una metodología híbrida basada en materiales magnéticos que mejora la transferencia de masa mediante la dispersión del sorbente y facilita su recuperación. Desde entonces, esta técnica ha evolucionado hacia formatos miniaturizados y automatizados [2], incluyendo versiones capaces de procesar simultáneamente hasta 96 muestras de bajo volumen [3]. En esta comunicación se estudia la evolución de la técnica mediante el empleo de diferentes herramientas métricas, demostrando que la miniaturización constituye una estrategia práctica y efectiva para avanzar hacia metodologías analíticas más sostenibles.

Agradecimientos

Esta comunicación es parte de los proyectos de I+D+i PID2020-118924RB-I00 y PID2024-162539NB-I00 financiados por MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y MICIU/AEI/10.13039/501100011033/ y por FEDER/UE, por lo que los autores agradecen al Ministerio de Ciencia e Innovación (MICIN) y al Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades (MICIU), respectivamente. C.A. también agradece a la Generalitat Valenciana y el FSE+ por su ayuda postdoctoral (CIAPOS/2024/314).

Referencias

1. Azorín et al. (2023). *J. Sep. Sci.*, 46, 2300223.
2. Peris-Pastor et al. (2025). *Anal. Chim. Acta*, 1356, 344033.
3. Azorín et al. (2024). *Anal. Chim. Acta*, 1329, 343239.



Comunicaciones orales: sesión 5

O-5.1

Pharmaceutical Stability of Romiplostim: In-use Functional Study Using Microscale Thermophoresis New Strategy and ELISA

Jesús Hermosilla^{a,b,*}, Salvador Casares-Atienza^c, Julio Ruiz-Travé^a, Anabel Torrente-López^{a,b,d}, Antonio Salmerón García^{b,e}, José Cabeza^{b,e}, Natalia Navas^{a,b}

^aDepartment of Analytical Chemistry, Faculty of Science, University of Granada, Fuentenueva Avenue S/N, 18071 Granada (Spain)

^bInstituto de Investigación Biosanitaria de Granada (Ibs.GRANADA), Av. de Madrid, 15, Beiro 18012, Granada (Spain)

^cDepartment of Physical Chemistry, Faculty of Science, University of Granada, Fuentenueva Avenue S/N, 18071 Granada (Spain)

^dCenter for Proteomics and Metabolomics, Leiden University Medical Center, Leiden (The Netherlands)

^eDepartment of Clinical Pharmacy, San Cecilio University Hospital, Av. del Conocimiento, S/N, 18007 Granada (Spain)

Objective: Functional stability is crucial for therapeutic proteins at all stages of their lifecycle. Romiplostim (Nplate®) is used world-wide for treating immune thrombocytopenia purpura. Limited in-use stability data on the proper romiplostim handling is publicly available. This study aimed to evaluate romiplostim in-use functional stability focusing on the interaction with its therapeutic target (TPO-R) and to improve the existing functional assessment strategies by developing a new one using microscale thermophoresis (MST).

Methods: Reconstituted romiplostim (Nplate®) samples were analysed. MST and ELISA functional methods were developed and optimized *ad hoc* to assess romiplostim functional stability. Far-UV-Circular-Dichroism and Intrinsic-Tryptophan-Fluorescence-Spectroscopy were used to ensure MST results by confirming the conformational stability of labelled TPO-R. In-use stability was assessed by subjecting romiplostim to conditions related to hospital handling, e.g. agitation and exposure to natural light; also, freezing and artificial light irradiation were checked as forced degraded condition.

Results: MST and ELISA were described and validated by their figures of merit. Regarding romiplostim functional stability, both approaches yielded similar stability profiles, but MST detected subtle functional declines that were not revealed by ELISA. Furthermore, MST revealed insights into romiplostim binding stoichiometry, suggesting 1:2 interaction at high concentrations.

Conclusion: Regarding functionality, romiplostim was particularly sensitive to light exposure, with less sensitivity to agitation and freezing. These findings also demonstrate that MST serves as new orthogonal strategy to ELISA for assessing functionality, even providing additional data on binding dynamics and stoichiometry. This new MST strategy is applicable for any type of functional study of therapeutic proteins.

O-5.2

Development of a Cyclodextrin-Micellar Electrokinetic Chromatography methodology for the enantiomeric separation of rivaroxaban. Analysis of pharmaceutical formulations and urine samples

José Agustín Martínez-Olivares^a, María Castro-Puyana^{a,b}, María Luisa Marina^{a,b}

^aUniversidad de Alcalá. Departamento de Química Analítica, Química Física e Ingeniería Química. Ctra. Madrid-Barcelona Km. 33.600, 28871 Alcalá de Henares, Madrid (Spain).

^bUniversidad de Alcalá. Instituto de Investigación Química Andrés M. del Río. Ctra. Madrid-Barcelona Km. 33.600, 28871 Alcalá de Henares, Madrid (Spain).

The existence of chiral drugs as pairs of enantiomers is a critical factor in pharmacology, as each stereoisomer can trigger distinct biological, pharmacokinetic, and pharmacodynamic responses. This variability arises from the stereoselective nature of drug-target interactions¹. Therefore, the pharmaceutical sector prioritizes the separation of these enantiomers to ensure the safety and therapeutic quality of pharmaceutical formulations. In the field of chiral separations, Capillary Electromigration Techniques have been positioned as very versatile and powerful tools. Rivaroxaban, a potent and direct factor Xa inhibitor, represents a breakthrough in anticoagulant therapy for managing thromboembolic disorders and preventing strokes. Its chemical structure contains a single chiral center, leading to two enantiomers. While the (S)-enantiomer is responsible for the anticoagulant effect, the (R)-enantiomer is considered a chiral impurity².

In this study, an analytical methodology based on Cyclodextrin-Micellar Electrokinetic Chromatography (CD-MEKC) was developed to achieve the separation of rivaroxaban enantiomers. With this aim, the potential of a set of bile salts and combinations sodium dodecyl sulfate (SDS)/cyclodextrins was investigated to achieve the enantiomeric separation. Under the optimized conditions (SDS/Methyl- γ -CD in 75 mM MES buffer at pH 2.0) the chiral separation took place in 16 min with a resolution of 2.0. Finally, the figures of merit of the proposed CD-MEKC method were evaluated, and it was successfully applied to the determination of rivaroxaban in both pharmaceutical and urine samples.

Acknowledgments

Authors thank financial support from the Spanish Ministry of Science, Innovation, and Universities (MICIU/AEI/10.13039/501100011033) and FEDER, UE for research project PID2022-140512NB-I00. J.A.M-O. thanks the Universidad de Alcalá for his predoctoral contract.

References

1. Casado et al. (2020). *Crit. Rev. Anal. Chem.*, 50, 554.
2. Drabina et al. (2019). *Tetrahedron Lett.*, 60, 99.

O-5.3

Avances en cromatografía líquida bidimensional con detección dual y quimiometría para clasificación no supervisada

Mirta Raquel Alcaraz^{a*}, Elisabet Martín-Tornero^a, Héctor Goicoechea^b, Arsenio Muñoz de la Peña^a, Isabel Durán-Merás^a (quelaalcaraz@unex.es)

^a Universidad de Extremadura, España. ^b Universidad Nacional de Litoral, Argentina.

En el análisis moderno de alimentos, la creciente complejidad de las matrices y la necesidad de autenticar su origen han impulsado el desarrollo de metodologías capaces de extraer información química más profunda y fiable. Sin embargo, los métodos convencionales presentan ciertas limitaciones que restringen su aplicabilidad en sistemas complejos. En este contexto, la cromatografía líquida bidimensional integral (LC×LC) ha emergido como una estrategia de alto rendimiento, aunque su potencial permanece parcialmente desaprovechado, particularmente en lo que respecta al uso de detección por fluorescencia.

En este trabajo se presenta, por primera vez, una plataforma integral LC×LC con detección dual (absorbancia y fluorescencia) acoplada a análisis quimiométrico de datos, utilizando cavas elaborados en distintas regiones españolas como modelo de estudio. Se propone una estrategia analítica alternativa que evita los flujos de trabajo convencionales basados en la integración exhaustiva de picos¹.

La optimización experimental se centró en maximizar la ortogonalidad y la resolución de picos mediante separaciones C18 × fenil-hexilo bajo gradientes acoplados y modulación automática. Los datos se adquirieron simultáneamente mediante detección UV y fluorescencia. El análisis quimiométrico se abordó mediante un enfoque no dirigido, en el que los scores de PARAFAC, extraídos directamente de los datos LC×LC, se emplearon como descriptores en análisis multivariante no supervisados (PCA y HCA), permitiendo capturar la variabilidad química global, simplificando el procesamiento de datos.

Se analizaron trece muestras de cava español de distintos productores, composiciones y orígenes geográficos. Los resultados muestran que la detección por fluorescencia revela patrones de agrupamiento más definidos que la detección UV, permitiendo discriminar muestras según su origen, composición y características del productor. Asimismo, la fusión de datos a nivel intermedio de los scores de PARAFAC de ambas detecciones potencia la capacidad discriminante, evidenciando su carácter complementario.

En conjunto, este trabajo amplía las capacidades analíticas de LC×LC y establece una estrategia no dirigida, simplificada y accesible para el perfilado químico avanzado de sistemas complejos.

Agradecimientos

Ayuda a Grupos de Investigación de la Junta de Extremadura (GR24111), 85% cofinanciada por Fondos Europeos de Desarrollo Regional y la Junta de Extremadura. Autoridad de Gestión, Ministerio de Hacienda / Ayuda Programa Ramón y Cajal (RYC2023-043324-I) financiada por MICIU/AEI /10.13039/501100011033 y por el FSE+

Referencias

1. Alcaraz et al. (2026). *TALANTA*, 301, 129301.

O-5.4

Bioteecnologías electroanalíticas para revelar y explotar el potencial diagnóstico y terapéutico de estructuras G-cuádruplex en biopsias humanas oncológicas

Víctor Ruiz-Valdepeñas Montiel^a, Andrea Cabrero-Martín^a, Javier Velázquez-Gutiérrez^b, Ana Montero-Calle^b, María Garranzo-Asensio^b, A. Julio Reviejo^a, José M. Pingarrón^a, Rodrigo Barderas^{b,c}, Susana Campuzano^{a,c}

^aDepartamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid, 28040 Madrid (España). ^bPrograma de Enfermedades Crónicas, UFIEC, Instituto de Salud Carlos III, 28220 Madrid, (España). ^cCIBER de Fragilidad y Envejecimiento Saludable, CIBERFES, Instituto de Salud Carlos III, 28046 Madrid, (España).

Las estructuras no canónicas G-cuádruplex (G4) del ADN se han consolidado como dianas de última generación para la detección precoz, la estratificación del riesgo y la intervención terapéutica en el cáncer. Los G4 se forman en regiones ricas en guanina y se localizan preferentemente en telómeros y promotores de oncogenes, donde actúan como interruptores moleculares dinámicos en procesos como la replicación, la transcripción y la estabilidad genómica. Destacan por su elevada plasticidad estructural, así como por su capacidad para integrar información genómica y proteómica. Además, su desregulación se asocia a la iniciación y progresión tumoral, lo que posiciona a los G4 como dianas moleculares clave tanto para la caracterización integral del cáncer como para el desarrollo de estrategias terapéuticas [1,2].

En esta comunicación se presentan las primeras bioteecnologías electroanalíticas desarrolladas para explotar el potencial diagnóstico y terapéutico de las estructuras G4 en cáncer, abordando tanto su análisis a nivel genómico [2] como su estudio en promotores oncogénicos específicos. Estas tecnologías muestran sensibilidad en el rango nanomolar en modelos sintéticos y permiten diferenciar perfiles de expresión de G4 entre líneas celulares cancerosas, así como evaluar su estabilidad modulada por mutaciones y por el interactoma, además de su interacción con ligandos estabilizadores de interés terapéutico. Asimismo, se han aplicado con éxito a la detección y caracterización de G4 en biopsias líquidas y sólidas. Su integración con proteómica avanzada ha revelado una remodelación del interactoma de G4 dependiente de la enfermedad e identificado proteínas asociadas a G4 correlacionadas con baja supervivencia. En conjunto, estas bioteecnologías presentan un notable potencial traslacional para avanzar en el diagnóstico y tratamiento accesible del cáncer y de otras patologías, incluidas las neurodegenerativas.

Agradecimientos: Proyectos PID2022-136351OB-I00 y PID2022-140307OB-I00 (MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y FEDER “Una manera de hacer Europa”), PI20CIII/00019 y PI23CIII/00027 (AES-ISCIII), proyecto BinoCAN, PR17/24-31912, 6.ª PRICIT (CAM), y contrato predoctoral PREP2022-000170 (MCIN) concedido a A.C.-M.

Referencias

1. A. Bansal, et al. (2022) *Front. Genet.*, 13, 959258.
2. A. Cabrero-Martín, et al. (2025) *Anal. Chem.*, 97, 36, 19560–19569.



Comunicaciones orales: sesión 6

O-6.1

Development and comparison of GC-MS/MS and LC-MS/MS methods for VLCFA and BCFA determination in serum by isotopic dilution and tandem mass spectrometry (QQQ)

Rosa Mary López Álvarez^a, Adriana González Gago^a, Leyre Cardo González^b, Belén Prieto^{b, a}, José Ignacio García Alonso^a, Pablo Rodríguez González^a.

^aUniversity of Oviedo, Department of Physical and Analytical Chemistry. Avda. Julián Clavería 8, 33006, Oviedo (Spain).

^bClinical Biochemistry Service, Laboratory of Medicine, Hospital Universitario Central de Asturias (HUCA), 33011 Oviedo (Spain).

The determination of fatty acids is essential in lipid analysis and in the early diagnosis of diseases. Peroxisomal disorders comprise a group of rare genetic diseases characterized by disruptions in lipid metabolism, resulting in the accumulation of very long-chain fatty acids (VLCFAs) and branched-chain fatty acids (BCFAs) in the brain and other tissues. The quantification of these compounds in plasma and serum has been incorporated into certain neonatal screening programmes [1]. Within this context, phytanic and pristanic acids (BCFAs) serve as broad biomarkers of peroxisomal dysfunction, facilitating the differential diagnosis of multiple peroxisomal disorders. In contrast, the VLCFAs lignoceric (C24:0), behenic (C22:0), and cerotic (C26:0) acids are highly specific biomarkers of X-linked adrenoleukodystrophy (X-ALD), with established utility in diagnostic confirmation and monitoring of disease progression. Therefore, the simultaneous quantification of all five biomarkers within a single analytical platform enables both comprehensive screening for peroxisomal disorders and specific risk stratification for X-ALD.

In this work we develop and compare two analytical methodologies for the simultaneous determination of VLCFA and BCFA in serum using isotopic dilution and tandem mass spectrometry, based on gas chromatography (GC-MS/MS) and liquid chromatography (LC-MS/MS). Sample preparation will be optimized, including GC derivatization and the addition of isotopically labelled internal standards at the initial stage to correct systematic and random errors. Optimal chromatographic separation and detection conditions using EI-MS/MS and negative-mode ESI-MS/MS will also be established [2]. Both methods will be validated according to CLSI (Clinical Laboratory Standards Institute) guidelines to compare their analytical figures of merit.

Acknowledgments

Project PID2024-159562NB-I00 financed by MCIU / AEI / 10.13039/501100011033 / FEDER/UE is acknowledged.

References

1. De Biase et al. (2020). *Laboratory diagnosis of disorders of peroxisomal biogenesis and function*, Genet Med, 22, 686.
2. García Alonso et al. (2013). *Isotope dilution mass spectrometry*, Royal Society of Chemistry (Cambridge).

O-6.2

Soluciones de análisis y automatización de procesos en el laboratorio

Jaime de Sousa Gómez

MICROBEAM, (España)

La creciente necesidad de garantizar la calidad y la seguridad en sectores como medioambiente, aguas, alimentación, suelos y fertilizantes impulsa a los laboratorios a adoptar soluciones analíticas automatizadas que aseguren precisión, eficiencia y cumplimiento normativo. La automatización analítica es un elemento clave para mejorar la eficiencia, exactitud y estandarización de los procesos analíticos y poder dar cumplimiento a los exigentes criterios legislativos de cada sector con soluciones para el análisis de nutrientes, contaminantes inorgánicos e inorgánicos, metales pesados y parámetros fisicoquímicos regulados y la optimización del flujo de trabajo en laboratorios con altas cargas analíticas.

Estas soluciones permiten la cuantificación automatizada de parámetros colorimétricos, con analizadores automatizados de flujo segmentado o analizadores discretos, tales como NH_4^+ , $\text{NO}_2^-/\text{NO}_3^-$, PO_4^{3-} , F^- , Cl^- , SO_4^{2-} , fenoles, cianuros, TN, TP, ... garantizando alta reproducibilidad en grandes cargas de trabajo. La automatización de la determinación de CT y NT, junto con todos compuestos del carbono, COT, CI, CE, COT400, ROC600 y CI900 en procesos de combustión, tanto en muestras líquidas como sólidas. La robotización en procesos tediosos como la determinación de la DQO, DBO, turbidez, color, alcalinidad, pH, CE y diversas valoraciones, optimizando la trazabilidad del proceso. La cuantificación en niveles sub-ppt por espectrometría de fluorescencia atómica de Hg, As, Se, Sb, Bi y Te, tanto en soluciones de laboratorio como de proceso. La automatización del pretratamiento de muestras para el análisis de PFAS, pesticidas, PAHs, PCBs, 1,4-dioxano, microcistinas y fenoles, por extracción de fase sólida (SPE).

En conjunto, estas soluciones proporcionan un enfoque integral para laboratorios que buscan maximizar la productividad, garantizar la calidad analítica y asegurar el cumplimiento normativo en un amplio espectro de aplicaciones ambientales y agroalimentarias.

O-6.3

Compact Multispectral Device for Cost Effective Optical Analysis Using Nanosensing Strategies

Jesús Montero^a *, Candela Melendreras^a, Francisco Fernández Linera^b, Marta Valledor^b, Francisco Ferrero^b, Ana Soldado^a, José Manuel Costa-Fernández^a

^aDepartment of Physical and Analytical Chemistry, University of Oviedo, Oviedo, Asturias, Spain.

^bDepartment of Electrical, Electronics, Communications and Systems Engineering, University of Oviedo, Gijón, Asturias, Spain

* Email: jmonterogar@uniovi.es

Portable and user-friendly spectroscopic instrumentation has gained increasing relevance in analytical chemistry as a means to perform optical measurements in decentralized and resource-limited environments. In this context, compact devices are particularly attractive for the development and implementation of analytical methods based on optical transduction, especially those involving nanosensors and nano(bio)sensing platforms. This work presents a compact and low cost multispectral device, which provides 11 spectral channels covering the 350–1000 nm range enabling multiwavelength detection for analytical purposes. The device includes three internal optical configurations: transmittance and reflectance using a white LED (424–725 nm) and fluorescence using LEDs with emission peaks at 355 and 365 nm. These configurations can be selected electronically, allowing consecutive measurements without manual intervention. A modular mechanical design, fabricated by 3D printing, incorporates two sample holders that enable the analysis of liquid and solid samples. The applicability of the system was evaluated through representative experiments in nanotechnology, including fluorescence and quenching of quantum dots, colorimetric changes associated with LSPR in gold nanoparticles and nanoMOFs deposited on cellulose. These experiments demonstrated that the device is capable of detecting the expected optical changes in optical nanosensors. Results were compared with measurements obtained using conventional laboratory instrumentation, supporting its use as a practical tool for on-site analysis and decentralized method development.

Acknowledgments

Ministry of Science and Innovation for the project Ref. PID2022-142323NB-I00 and PID2023-149221-B-I00RB-I00 funded by MCIN/AEI/10.13039/501100011033/ and by “ERDF A way of making Europe”. Government of the Principality of Asturias through the Asturias Science, Business Competitiveness and Innovation Agency, SEKUENS for the project Ref. IDE/2024/000752.

O-6.4

Co-cultivo microbiota-epitelio intestinal: evaluación de la acumulación y la migración de (nano)partículas de TiO_2 a través de la barrera intestinal mediante técnicas basadas en ICP-MS

Elena Espada-Bernabé, Adrián Espada-Espinar, Beatriz Gómez-Gómez, Gustavo Moreno-Martín, Yolanda Madrid

Departamento de Química Analítica. Facultad de Ciencias Químicas. Universidad Complutense de Madrid. Avda Complutense s/n, 28040, Madrid (España)

En la evaluación del riesgo de (nano)materiales (NMs) ingeridos, la barrera intestinal se ha abordado tradicionalmente como un sistema epitelial, obviando la complejidad de la microbiota, que constituye la primera interfaz con agentes externos y puede modular su transformación, acumulación y transporte [1]. La integración de modelos de co-cultivo que combinan microbiota y células epiteliales representa un avance hacia sistemas *in vitro* más realistas.

En este trabajo se ha desarrollado una metodología analítica basada en ICP-MS, modos convencional, de partícula individual (spICP-MS) y de célula individual (scICP-MS) para evaluar la acumulación de (nano)partículas de TiO_2 en *Lactobacillus rhamnosus*, cepa representativa de la microbiota intestinal, así como su comportamiento en co-cultivos con células epiteliales intestinales Caco-2 en insertos Transwell.

En cultivos bacterianos se seleccionó una concentración viable (100 mg L^{-1}) y se optimizaron las condiciones de centrifugación (3000 rpm, 3 min) para eliminar(nano)partículas no internalizadas mediante spICP-MS. Las medidas por ICP-MS confirmaron la acumulación de Ti, mientras que las medidas por scICP-MS revelaron una alta heterogeneidad intracelular, con valores entre 0.8 y $134 \text{ fg Ti célula}^{-1}$ (mediana: $5.6 \text{ fg célula}^{-1}$). Mediante la monitorización del isótopo ^{55}Mn como elemento constitutivo de la pared celular se observó la presencia de estas partículas en torno al 50% de las células presentes en los cultivos.

En co-cultivos Caco-2- *L. rhamnosus*, el análisis por spICP-MS mostró un efecto modulador significativo de la microbiota sobre la migración de TiO_2 , con redistribución entre los compartimentos apical y basal. El ratio de transporte disminuyó del 40% en ausencia de bacterias al 20% en su presencia, con diferencias estadísticamente significativas.

En conjunto, la combinación de ICP-MS, spICP-MS y scICP-MS con modelos de co-cultivo permite evaluar la acumulación bacteriana y su impacto en la migración de TiO_2 , evidenciando heterogeneidad celular y el papel activo de la microbiota intestinal.

Agradecimientos: Los autores agradecen el apoyo económico del proyecto PID2023-148425NB-I00, financiado por MCIU/AEI/10.13039/501100011033 y FEDER/UE, y a la Comunidad de Madrid por la ayuda del contrato predoctoral (CT85/23).

Referencias

[1] Campos et al. (2022). *Gut Microbiome*, 3, 1



Comunicaciones orales: sesión 7

O-7.1

Evaluation of dialysis technique on the clearance of uremic toxins associated with cognitive impairment in chronic kidney disease by targeted LC-QqQ-MS.

Beatriz Linillos- Pradillo^a, Patricia Martínez Miguel^b, Diego Rodríguez-Puyol^b, Coral Barbas^a.

^aCentre for Metabolomics and Bioanalysis (CEMBIO), School of Pharmacy, Universidad San Pablo-CEU, CEU Universities, Urbanización Montepríncipe, Madrid, (Spain).

^bDepartment of Nephrology, University Hospital Príncipe de Asturias, Carretera Alcalá-Meco sn, Alcalá de Henares, Madrid, (Spain).

Introduction and Aims: Cognitive impairment is common in patients with chronic kidney disease (CKD) undergoing hemodialysis (HD), possibly due to the accumulation of neurotoxic uremic toxins. This study compares the impact of expanded HD using medium cut-off membranes with other techniques on the clearance of protein-bound uremic toxins (PBUTs), using a targeted LC-QqQ-MS approach.

Material and Methods: Twelve patients were included and serving as their own control. They were treated for one month using different techniques: conventional hemodialysis (HD) with Elisio™-21H; expanded HD with Elisio™-21HX; online hemodiafiltration (HDF) with Elisio™-21H; and online HDF with FX 800 CorDiax. Pre- and post-dialysis blood samples were collected, and uremic toxins (including protein-bound solutes, tryptophan-derived AhR ligands, neurotoxic metabolites, and microbiota-derived compounds) were quantified using Reverse-Phase Ultra-Performance Liquid Chromatography coupled to negative Electrospray Ionization and Triple Quadrupole Tandem Mass Spectrometry (RP-UPLC-ESI(-)-QqQ-MS/MS) **(2)**. Differences in toxin levels and intradialytic reduction rates were analyzed using repeated-measures ANOVA followed by a Sidak's post hoc test.

Results: Plasma levels of hippuric acid, trimethylamine N-oxide and betaine decreased significantly with all dialysis techniques, with comparable reduction rates across methods. Similar results were observed for indoxyl sulphate, although conventional HD did not achieve a significant removal of this toxic metabolite. The reduction rate of indoxyl sulphate was comparable between expanded HD and both HDF membranes. No significant differences were found in pre-dialysis plasma levels of total PBUTs among the different techniques evaluated.

Conclusions: Expanded HD and HDF eliminate PBUTs similarly and, for indoxyl sulphate, more effectively than conventional HD, which does not significantly lower plasma levels of this toxin.

O-7.2

Towards Non-Invasive Diagnosis of Malignant Hyperthermia: Biomarker Discovery

Belen Requena^a, Carolina Gonzalez-Riano^a, David Chamoso^a, Oscar Díaz-Cambronero^b, Ana Isabel Marqués-Mari^b, Sibel A. Ozkan^c, Gunda Koellensperger^{d, e}, Janusz Pawliszyn^f, Barbara Bojko^g, Carlos A. Ibarra Moreno^{h, i}, Coral Barbas^a.

^aCentro de Metabolómica y Bioanálisis (CEMBIO), España. ^bMalignant Hyperthermia Unit, España. ^cAnkara University, Turkey. ^dDepartment of Analytical Chemistry, Austria. ^eVienna Metabolomics Center (VIME), Austria. ^fDepartment of Chemistry, Canada. ^gDepartment of Pharmacodynamics and Molecular Pharmacology, Poland. ^hMalignant Hyperthermia Investigation Unit (MHIU), Canada. ⁱDepartment of Anaesthesia & Pain Management, Canada.

Malignant hyperthermia (MH) is a rare, life-threatening pharmacogenetic disorder triggered by specific anesthetic agents in susceptible individuals (MHS). Current diagnosis rely on invasive skeletal muscle biopsy and in vitro contracture testing, limiting access to screening due to the procedure's invasiveness, highlighting the need for minimally invasive analytical approaches.

In this work, we explore the use of untargeted metabolomics to identify metabolic biomarkers of MHS, with the aim of supporting the development of solid phase microextraction (SPME) as a promising approach for in vivo clinical diagnostic alternative.

To investigate metabolic alterations associated with MH, we employed a porcine model expressing the RYR1 p.R615C mutation, which reproduces the human MH phenotype. Skeletal muscle samples were collected under baseline conditions and during experimentally induced MH episodes triggered by local caffeine and halothane injection and inhaled sevoflurane at defined intervals (0-45min every 5min) to capture acute biochemical changes. Untargeted metabolomics and lipidomics analyses were performed using a multiplatform analytical workflow including capillary electrophoresis–mass spectrometry (CE-MS) and reversed-phase UHPLC-MS, operated in both positive and negative ionization modes to maximize metabolome coverage. In addition, MH-negative (n=49) and MH-positive (n=41) patients' samples were also analyzed to compare the results with those obtained in porcine model.

Metabolomic profiling revealed consistent alterations in amino acid metabolism, energy pathways, and redox balance in MHS muscle. Elevated levels of metabolites such as methionine, alanylglycine, carnosine, acetylcarnosine, citrulline, and creatinine were observed, together with increased short- and long-chain acylcarnitines, indicating enhanced fatty acid oxidation and mitochondrial stress associated with Ca²⁺ dysregulation. Several of these metabolites showed consistent alterations in patients' samples, supporting the translational relevance of the findings. Lipidomic analyses highlight extensive phospholipid remodeling and accumulation of acylcarnitines in MHS samples.

Ongoing work is focused on expanding the sample size, which is expected to further strengthen the statistical power of the findings, particularly in the porcine model.

Acknowledgments: Proyecto "Test metabólico in vivo para la hipertermia maligna" Financiado por el Instituto de Salud Carlos III (01/01/2023) AC22/00047.

O-7.3

Advanced capillary electrophoresis-mass spectrometry methods for sensitive targeted bottom-up analysis of protein biomarkers

Roger Pero-Gascon^a, Hiba Salim^a, Judith Casas^a, Laura Pont^{a,b}, Estela Giménez^a, Fernando Benavente^a

^a Department of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, Institute for Research on Nutrition and Food Safety (INSA-UB), Universitat de Barcelona, 08028 Barcelona, Spain

^b Serra Húnter Program, Generalitat de Catalunya, 08007 Barcelona, Spain

Targeted bottom-up analysis is of great interest for the straightforward, accurate, and sensitive measurement of specific protein biomarkers from surrogate peptide fragments¹. However, conventional workflows still rely on off-line purification, preconcentration, and enzymatic digestion, typically with trypsin, which are labor-intensive and introduce variability prior to analysis by hyphenated high-performance microseparation techniques such as capillary electrophoresis coupled to mass spectrometry (CE-MS). Here, we report the development and validation of two fully integrated, valve-free CE-MS methods for the sensitive and high-throughput analysis of α -synuclein (α -syn), a key protein biomarker in Parkinson's disease. Post-translational modifications (PTMs) of α -syn, including N-terminal acetylation and Ser-129 phosphorylation, are critical indicators of disease onset and progression. The first method, aptamer affinity solid-phase extraction and immobilized enzyme microreactor CE-MS (AA-SPE-IMER-CE-MS)², integrates selective preconcentration via AA-SPE with on-line trypsin digestion using an IMER. The second method, in-capillary enzymatic digestion CE-MS (ICD-CE-MS)³, employs free endoprotease GluC in solution to overcome trypsin limitations in PTM coverage (e.g. Ser-129 phosphorylation). Both CE-MS-based strategies enable rapid and sensitive profiling of α -syn PTMs in blood. Their respective advantages and limitations, including peptide coverage, limits of detection, repeatability, and capillary lifetime, are discussed, as well as their potential application to other biological fluids, protein biomarkers or biopharmaceuticals.

Acknowledgments

This study was supported by grants PID2021-127137OB-I00 and PID2024-160071OB-I00 and María de Maetzu Unit of Excellence (Grant CEX2021-001234-M) both funded by MICIU/AEI /10.13039/501100011033.

References

1. Movassaghi et al. (2025). *Anal. Chem.*, 97, 4728.
2. Salim et al. (2022). *Anal. Chem.*, 94, 6948.
3. Salim et al. (2025). *Anal. Chim. Acta*, 1373, 344497.



Comunicaciones orales: sesión 8

O-8.1

Comparative metabolomic and lipidomic profiling of monocytes in HIV-1 patients

Henrique Santos-Oliveira^a, Miguel Fernández-García^{a,b}, José Miguel Benito^c, Norma Rallón^c, Antonia García^a

^a Centro de Metabolómica y Bioanálisis (CEMBIO), Facultad de Farmacia, Universidad San Pablo-CEU, CEU Universities (Spain), Urbanización Montepríncipe, 28660, Boadilla del Monte, Spain. ^b Departamento de Ciencias Médicas Básicas, Facultad de Medicina, Universidad San Pablo-CEU, CEU Universities (Spain), Urbanización Montepríncipe, 28660, Boadilla del Monte, Spain. ^c HIV and Viral Hepatitis Research Laboratory, Instituto de Investigación Sanitaria Fundación Jiménez Díaz, Universidad Autónoma de Madrid (IIS-FJD, UAM). Hospital Universitario Rey Juan Carlos, Madrid, Spain.

Inflammation is a major driver of comorbidities in people living with HIV (PLWH). Virologic suppression, whether achieved through antiretroviral therapy (ART) or naturally in elite controllers, does not fully eliminate HIV-associated inflammation. Since monocytes are key mediators of inflammatory responses, characterizing their metabolic alterations may improve understanding of HIV-related inflammation and identify pathways amenable to therapeutic modulation¹. We therefore characterized the metabolic and lipidomic profiles of purified monocytes from elite controllers, non-controllers on-ART, non-controllers off-ART, and uninfected controls, and classified HIV-positive participants according to inflammatory phenotype.

Thirty-eight participants were included: 9 elite controllers, 10 non-controllers on-ART, 9 non-controllers off-ART, and 10 uninfected controls. The 28 HIV-positive participants were stratified into low-inflammation ($n = 17$) and high-inflammation ($n = 11$) groups using a 92-marker plasma inflammation panel. Monocytes were purified by immunomagnetic separation with >95% purity. Lipidomics was performed by reversed-phase liquid chromatography coupled to quadrupole time-of-flight mass spectrometry (Agilent Infinity II–6545 QTOF/MS)², and metabolomics by gas chromatography coupled to time-of-flight mass spectrometry (Agilent 7250 GC-QTOF/MS) after methoximation and silylation derivatization³. Compound annotation used fragmentation spectra and retention-time behavior with commercial and in-house libraries, followed by manual lipid curation according to Lipidomics Standards Initiative guidelines.

A total of 54 metabolites and 289 lipid species were annotated. Comparative analysis across treatment and virologic control groups showed that elite controllers exhibited the greatest metabolic and lipidomic perturbation, followed by the on-ART and off-ART groups. Relative to uninfected controls, elite controllers showed significant increases in tyrosine, proline, alanine, serine, UDP N-acetylglucosamine, α -hydroxyglutaric acid, xylitol, and hydroxyproline. Stratification by inflammatory status revealed that highly inflammatory patients had significantly increased lactic acid, aspartic acid, and UDP N-acetylglucosamine, together with elevated ceramides and altered polyunsaturated glycerophospholipids.

These findings indicate that elite controllers retain a distinct immunometabolic phenotype despite spontaneous virologic control. Furthermore, PLWH with higher inflammatory profiles exhibit alterations in central carbon and ceramide metabolism, suggesting specific monocyte metabolic responses associated with persistent HIV-related inflammation.

Acknowledgments: Ministry of Science, Innovation and Universities of Spain PID2024-162248NB-I00 MICIU/AEI /10.13039/501100011033/ and by ERDF 'A way of making Europe'.

References

[1] Benito et al. (2025). *Int. J. Mol. Sci.*, 26, 3926. [2] Martínez et al. (2024). *J. Lipid Res.*, 65, 100671. [3] Rey-Stolle, Fernanda et al. (2022). *Anal Chim Acta*, 1210, 339043.

O-8.2

Technological Advances Driving Spatially Resolved Metabolomics in β -Cell Research

Nadia Moltó^{a,b}, Jordi Rofes^{a,b}, Toufik Mahmadi^a, Christoph Bookmeyer^a, Jordi Capellades^{a,b,c}, Pere Ràfols^{a,b,c}, Esteban del Castillo^{a,b,c}, Óscar Yanes^{a,b,c}, **Maria Vinaixa**^{a,b,c}

^aDepartment of Electronic Engineering, Universitat Rovira i Virgili 43007 Tarragona (Spain); ^bInstitut de Recerca Biomèdica Catalunya Sud, Hospital Universitari Sant Joan de Reus, (Spain); ^cCIBER de Diabetes y Enfermedades Metabólicas Asociadas (CIBERDEM), Instituto de Salud Carlos III, 28029 Madrid (Spain).

Failure of pancreatic β -cells to produce enough insulin to regulate blood glucose is a hallmark of Type 2 Diabetes. Understanding why these cells fail is essential for diabetes research. However, β -cells are difficult to study: they are small, metabolically active, and embedded in a complex and heterogeneous islet of Langerhans environment. Traditional *in vitro* and *ex vivo* approaches often fall short, as β -cells are highly sensitive to handling and quickly lose their native metabolic state outside the pancreas. These limitations highlight the need for methods that can probe β -cell metabolism directly within intact tissue. Matrix-assisted laser desorption/ionization mass spectrometry imaging (MALDI-MSI) offers a promising solution by enabling label-free, spatially resolved on-tissue detection of metabolites and lipids. Still, MALDI-MSI face technical constraints, particularly in achieving the spatial resolution, sensitivity, and throughput required for detailed β -cell analysis. Moreover, the computational analysis of datasets derived from spatially resolved metabolomics studies is still in its infancy, facing significant bottlenecks despite rapid technological advancements in data acquisition. To overcome these challenges, we have developed a series of experimental and computational innovations. On the wet-lab side, we have advanced both inorganic and organic MALDI matrices, along with optimized deposition techniques to improve signal quality and spatial accuracy enhancing the detection of low-molecular-weight metabolites while reducing background interference from the matrix. On the computational side, we have developed tools for high-throughput data handling and processing, ionic images segmentation, multimodal imaging co-registration, and metabolic features annotation. We demonstrate the application of these developments to the study of β -cell adaptation from an overfeeding-induced obesity mouse model. Taken together, this work emphasizes that progress in spatial metabolomics is largely driven by technological innovation. Advancing analytical chemistry, instrumentation, and computational tools will be key to unlocking a more precise understanding of β -cell biology.

Acknowledgments

M.V, O.Y. acknowledge the financial support of grant PID2022-136226OB-I00

O-8.3

The Current Role of Analytical Chemistry to Address the Chemical Exposome

Maykel Hernández-Mesa^a, María Álvarez-Romero^a, Araceli Rivera-Pérez^a, Luca Narduzzi^a, María del Mar Delgado-Povedano^b, Jesús Marín-Sáez^c, Laura Gámiz-Gracia^a, Ana M. García-Campaña^a

^aDepartment of Analytical Chemistry, Faculty of Sciences, University of Granada, Campus Fuentenueva s/n, Granada, E-18071, Spain

^bToxicological Centre, Department of Pharmaceutical Sciences, University of Antwerp, Universiteitsplein 1, 2610 Antwerp, Belgium

^cDepartment of Chemistry and Physics, Research Centre for Mediterranean Intensive Agrosystems and Agri-Food Biotechnology (CIAIMBITAL), University of Almeria, E-04120 Almeria, Spain

The study of the chemical exposome provides a holistic approach to understanding how lifelong chemical exposures impact health. Exposome research requires a comprehensive characterization of exposure sources (e.g., food) and receptors (human populations), linking exposures to adverse outcomes. This involves identifying diverse biomarkers, including exposure markers (xenobiotics and metabolites) and effect markers (endogenous health indicators). Thus, high-performance analytical methods are essential for generating robust data to support chemical-mixture risk assessments and the biological plausibility of observed health effects. In this context, the evolution of traditional single-class methods applied in food safety and human biomonitoring (HBM) is necessary to capture the broad range of chemical hazards populations may encounter.

This communication provides an overview of analytical methods developed in our laboratory, illustrating how our research has progressed from targeted single-class methods for antibiotics, pesticides, and natural toxins in food to targeted multiclass approaches to meet the more comprehensive characterization required by exposomics. The shift from highly selective, labor-intensive sample treatments to more generic procedures is highlighted. We also show that current HBM methods still rely on targeted multiresidue approaches and discuss their advantages and limitations based on our experience identifying pesticide and mycotoxin exposures in two cases studies. Furthermore, we highlight ongoing efforts to develop suspect screening and non-targeted approaches for HBM. Finally, using the characterization of biomarkers of effect as an example, we demonstrate how combining complementary platforms such as liquid chromatography and capillary electrophoresis coupled with mass spectrometry provides more comprehensive insights for exposomics studies.

Acknowledgments

This work was supported by project PID2024-162715OB-I00, funded by MICIU /AEI /10.13039/501100011033 / FEDER, UE; and project CNS2024-154893, funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033. M.H.-M. gratefully acknowledges the grant RYC2023-044255-I, funded by MCIU/AEI/10.13039/501100011033 and FSE+.



Comunicaciones orales: sesión 9

O-9.1

Multi-Platform Bioactive Compound Analysis for the Authentication and Valorization of Honey and Bee Pollen

Silvia Valverde, Ana Jano, Álvaro Castillo-García, Kemi F. Oriade, Jesús A. Tapia, María T. Martín, Laura Toribio, Ana M. Ares, José Bernal

Analytical Chemistry Group (TESEA), I. U. CINQUIMA, Faculty of Sciences, University of Valladolid, 47011, Valladolid, Spain

The determination of bioactive compounds is essential for the valorization and authentication of bee products, especially honey and bee pollen. These natural products are widely appreciated not only for their nutritional value but also for their health-promoting properties. By identifying and quantifying these compounds, researchers can better understand the functional qualities of honey and pollen, which increases their market value and consumer trust. Moreover, the composition of bioactive compounds varies depending on botanical and geographical origin. This makes their analysis a powerful tool for authentication, helping to detect adulteration and ensure product purity. Fraudulent practices, such as the addition of sugars or mislabeling of origin, can be identified through chemical profiling. Therefore, bioactive compound determination supports quality control and regulatory compliance, and at the same time, allows producers to highlight the unique characteristics of their products, promoting differentiation in competitive markets.

Therefore, the main goal of this study is to confirm the potential of advanced analytical techniques for determining bioactive compounds in honey and bee pollen, which are among the most complex matrices that can be found in nature. Different families of bioactive compounds (betaines, lipids (fatty acids), and amino acid enantiomers), some of them scarcely investigated in this matrices, have been investigated by our group in the last years by using different advanced analytical techniques (betaines and amino acid enantiomers-UHPLC-QqQ; fatty acids-GC×GC-qTOF; lipids-MALDI-TOF-MS) and simple sample treatments, which were mainly based on solvent extraction or a dilution of the samples. It should be mentioned that in all cases, new analytical methods were proposed, which fulfilled several of the principles of the green/white analytical chemistry, and that they were also fully validated according with current legislation. Especial attention is focused on recent results that demonstrated that honey and bee pollen samples can be classified in most cases according to their botanical and geographical origin, by means of a statistical analysis based on the content of the different compounds.

Acknowledgments

This study is part of the action “PID2022-141679OR-C33”, funded by MICIU/AEI/750/10.13039/501100011033 and by FEDER, EU. Ana Jano, Álvaro Castillo-García and Kemi F. Oriade would like to thank the University of Valladolid and/or the Junta de Castilla y León, Consejería de Educación and Fondo Social Europeo Plus (FSE+) for their predoctoral contracts.

O-9.2

Metabolomic insights into the enhanced bioactive potential of fermented oat-based beverages.

Aly Castillo^a, Matteo Capietti^{a,b}, Cristina Megias^c, Javier Olleros^c, Fabio Días^c, Bernardo Ordás^d, Marta Lores^a, Gerardo Alvarez-Rivera^a

^a CRETUS - LIDSA, Department of Analytical Chemistry, Nutrition and Food Science, Universidade de Santiago de Compostela, E-15782, Santiago de Compostela, Spain.

^b Department of Biotechnology and Biosciences, University of Milano-Bicocca, Piazza della Scienza 2, 20126, Milan, Italy.

^c Restaurante de alta cocina Culler de Pau, Lugar Reboredo 73, 36980 O Grove, Pontevedra, Spain.

^d Misión Biológica de Galicia (CSIC), Carballeira 8, Salcedo, 36143, Pontevedra, Spain.

Plant-based fermented beverages are gaining interest as functional alternatives to dairy matrices, particularly in the context of oat-based probiotic products [1]. However, the biochemical mechanisms underlying their bioactive enrichment remain insufficiently described [2]. Metabolomic approaches offers a powerful tool to unravel fermentation-driven biochemical transformations and to connect them with bioactivity in complex oat-based matrices. The aim of this study was to elucidate how *Lactobacillus plantarum*-induced fermentation reshape the metabolic landscape of an oat-based beverage and how these changes relate to antioxidant functionality.

A base oat beverage (OBB), a thermally treated variant (OBB-H) and a fermented beverage (OBB-F) were produced under controlled conditions. Global bioactivity was assessed through total phenolic content (TPC) and antioxidant activity (IC₅₀), while targeted UHPLC-QTOF analysis quantified key phenolic compounds. In parallel, untargeted UHPLC-QTOF-MS/MS profiling combined with multivariate chemometrics (PCA, PLS-DA, VIP scores and clustering) was applied to characterize metabolic changes. The findings demonstrate that *L. plantarum*-driven fermentation acts as a targeted metabolic modulator, preserving global phenolic content while improving antioxidant performance and boosting the production of bioactive metabolites. Metabolomic profiling thus emerges as a key analytical approach to guide the rational design and optimization of next-generation oat-based fermented products.

Acknowledgments:

This work funded by AveaMoura project (FEADER 2023/038B, Xunta de Galicia) and project ED431 2020/06 (Xunta de Galicia). G. Alvarez-Rivera and A. Castillo would like to acknowledge MICINN/AEI for his RYC2022-037949-I and DIN2021-011976 contracts, respectively.

References

1. Abdelshafy et al. (2024). *Trends Food Sci. Technol.*, 151, 104640.
2. Gaur et al. (2023). *Curr. Res. Food Sci.*, 6, 100448.

O-9.3

From Exposure to Outcome: Breast Milk and Hair Biomonitoring in a Galician Mother-Infant Cohort

Elena Martínez-Carballo^{a,b,c}, Laura Gallego García^{a,b,c}, Carolina López Sanguos^{a,d,e,f}, Olalla López Suárez^{a,d,e,f}, María Luz Couce^{a,d,e,f}

^aPrimary Care Interventions to Prevent Maternal and Child Chronic Diseases of Perinatal and Developmental Origin (RICORS), Instituto de Salud Carlos III, Madrid, Spain.

^bInstituto de Agroecoloxía e Alimentación (IAA), Universidade de Vigo, Campus Auga, 32004 Ourense, España.

^cUniversidade de Vigo, Food and Health Omics, Facultad de Ciencias, Campus Auga, 32004 Ourense, España

^dDepartment of Neonatology, Clinical University Hospital of Santiago de Compostela, Santiago de Compostela, 15704, Spain.

^eIDIS-Health Research Institute of Santiago de Compostela, Santiago de Compostela, 15704, Spain.

This study investigated early-life exposure to organic pollutants (OPs) and its potential impact on infant neurodevelopment within a Galician mother-infant cohort, followed over five years. To capture exposure across different time windows, we used a dual-matrix biomonitoring approach combining breast milk, reflecting dietary and postnatal exposure, with maternal and infant hair, which records chronic and prenatal exposure. We determined levels of 60 pollutants, including organochlorine pesticides (OCPs), organophosphorus pesticides (OPPs), pyrethroids (PYRs), polychlorinated biphenyls (PCBs), polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs), and polybrominated diphenyl ethers (PBDEs), in 81 breast milk, 60 maternal hair, and 50 infant hair samples collected [1-2]. OP levels were correlated with corresponding epidemiological parameters.

Our findings revealed widespread contamination across all matrices. PAHs and pyrethroids were the dominant pollutant families, with fluorene, phenanthrene, and benzo[a]anthracene among the most frequently detected compounds. Dietary habits and the domestic environment emerged as the main drivers of exposure. Neurodevelopmental outcomes assessed using the Bayley-III scales at 2–3 years of age, showed weak associations with OPs. Although associations were explored across all developmental domains, the most consistent findings were observed for the motor scale. Negative correlations were more frequently observed, particularly for several persistent organic pollutants measured in breast milk, including PBDEs and PCBs [3]. Taken together, these results provide compelling evidence that early-life exposure to OP mixtures is pervasive in this population and may contribute to subtle but meaningful motor and neurodevelopmental effects. Our integrated biomonitoring strategy proved effective in capturing the complexity of the early-life exposome.

Referencias

[1] López Sanguos et al. *Environ. Poll.* 318, 120903.

[2] López Sanguos et al. *Environ. Poll.* 339, 122705.

[3] López Sanguos et al. *Environ. Int.* Submitted.

O-9.4

A novel ionization framework and spectral dataset enabling reliable screening of plastic migrants using GC-DBDI-HRMS

María Teresa Tena^a, Javier Blázquez-Martín^{a,b}, Marta Jiménez-Salcedo^a, Jorge García-Barrasa^b

^a Department of Chemistry, University of La Rioja (Spain)

^b National Center for Packaging Technologies (CENTIDE) (Spain)

Gas chromatography–mass spectrometry (GC–MS) has traditionally relied on hard ionization sources such as electron ionization, which provide extensive fragmentation but often hinder molecular mass determination. In contrast, soft ionization techniques enable the detection of molecular ions and adduct species, facilitating compound identification, particularly in non-target screening workflows.

In this work, a dielectric barrier discharge ionization (DBDI) source (SICRIT® type, Soft Ionization by Chemical Reaction in Transfer, Plasmion GmbH) is systematically evaluated as an interface in a GC-Q-Orbitrap system for the analysis of compounds relevant to plastic migration studies. A total of 64 compounds, including extractables and leachables, photoinitiators, phthalates, and mineral oil hydrocarbons, were investigated.

Beyond compound-specific characterization, this study establishes, for the first time, a comprehensive ionization framework for DBDI in GC-HRMS, identifying consistent ionization patterns across chemical families. Aliphatic and aromatic hydrocarbons predominantly form protonated and oxygenated adducts ($[M+H]^+$, $[M+OH]^+$, $[M-nH+mO]^+$), while carbonyl-containing aromatics, phthalates, and polar compounds exhibit characteristic ion distributions and fragmentation pathways.

Importantly, the systematic interpretation of these patterns enables the definition of diagnostic ions and the construction of a structured spectral dataset. This data set constitutes a foundation for the development of spectral libraries and supports reliable non-target screening strategies for migrating compounds in plastic materials.

Once ionization patterns were established for plastic migrants, the target and qualifier ions were selected for their determination by GC-DBDI-HRMS in SIM mode. Linearity, precision, and sensitivity were evaluated.

The results demonstrate that GC-DBDI-HRMS provides complementary information to conventional electron ionization, enhancing molecular-level identification and enabling more robust screening approaches in food contact material safety assessment.

Acknowledgments

This work was funded by the University of La Rioja (REGI 25/62) and the Economic Development Agency of La Rioja (ADER-2022-I-IDI-00050).

O-9.5

Espectroscopía Raman portátil vs DART-MS e IT-SPME-nanoLC-DAD en la determinación de luteína en nutraceuticos.

Camila Soto^a, Rosa Herráez-Hernández^a, Pilar Campíns-Falcó^a

^aGrupo de Investigación MINTOTA, Departamento de Química Analítica, Facultad de Química, Universidad de Valencia 46100, Burjassot, Valencia, España

Email: camila.soto@uv.es

Introducción y objetivo

La luteína es un suplemento dietético de amplio uso por sus propiedades antioxidantes y su papel en la prevención de la degeneración macular⁽¹⁾. El objetivo de este estudio busca minimizar el tiempo de análisis de los nutraceuticos para la determinación de luteína utilizando tecnologías rápidas como la espectroscopía Raman portátil y DART-MS. Para validar estos resultados se emplea IT-SPME-nanoLC-DAD⁽²⁾ y se comparan los perfiles de sostenibilidad y eficacia de los distintos métodos utilizando la herramienta HEXAGON⁽³⁾ para determinar la mejor opción en el contexto indicado.

Materiales y métodos

La extracción miniaturizada de luteína de las muestras se realiza con acetona. Se depositaron 20 µL del extracto en un filtro de fibra de vidrio y se registró el espectro Raman en un equipo portátil. En el caso del equipo DART-MS se depositaron 5 µL en los compartimentos de tarjetas de muestras QuickStrip. En el caso de frente a un método cromatográfico con preconcentración en línea (T-SPME-nanoLC-DAD se procesaron 100 µL a través del IT-SPME capilar y se inyectaron 433 nL en el sistema cromatográfico.

Resultados y conclusión

La espectroscopía Raman portátil y la técnica DART-MS permitieron un análisis rápido de luteína en suplementos dietéticos. Por su parte, el sistema IT-SPNE-nanoLC-DAD se utilizó como método de confirmación⁽²⁾. La evaluación mediante la herramienta HEXAGON determinó que los tres métodos poseen figuras de mérito adecuadas para abordar la determinación en estudio y se alinean con los principios de la química verde. Raman portátil aporta rapidez y un mejor coste efectivo y DART-MS permite el análisis de 12 muestras en 5 min. IT-SPNE-nanoLC-DAD es fundamental para resolver muestras con potenciales interferencias y maximiza la sensibilidad de la cuantificación. Se analizaron 5 suplementos con un contenido entre 16 y 50 mg/g. Los resultados obtenidos fueron estadísticamente coincidentes para los tres métodos desarrollados.

Agradecimientos

Los autores agradecen MCIN/AEI/10.13039/ 501100011033 and EU “ERDF A way of making Europe (PID2021-124554NB-I00), Conselleria de Educación, Universidades y Empleo-Generalitat Valenciana (CIPROM/2023/46), EU FEDER-Generalitat Valenciana (IDFEDER/2018/049); C. Soto agradece a MCIN (contrato TSI-UV, PID2021-124554NB-I00).

Referencias

1. Eggersdorfer et al (2018). Arch Biochem Biophys 652, 18-26.
2. Soto et al (2023). Adv. Sample Prep. 8, 100093.
3. Ballester-Caudet et al (2019). TrAC – Trends Anal. Chem. 118, 538-547.

Soil health monitoring in olive groves within the Mediterranean area in accordance with Directive (EU) 2025/2360

Andrés J. Rascón^{1,2}, Alfonso Fernández-García^{1,2}, David Moreno-González^{1,2}, Bienvenida Gilbert-López^{1,2}, Antonio J. Manzaneda^{1,3}, and Juan F. García-Reyes^{1,2}

¹*Instituto de Investigación en Olivar y Aceite de Oliva, Universidad de Jaén, Campus las Lagunillas s/n, 23071, Jaén, Spain*

²*Analytical Chemistry Research Group, Departamento de Química Física y Analítica, Universidad de Jaén, Jaén, Spain*

³*Department of Animal Biology, Plant Biology, and Ecology, University de Jaen, Jaen, Spain*

Recently, the European Union has published the Soil Monitoring Law¹, establishing the first harmonized framework for assessing soil health across the European Union. It aims to reach the EU's environmental target by monitoring and improving the available data related to soil contamination and management, empathizing the change to organic farming. Member States are required to assess soil conditions using common descriptors and methodologies, address contaminated sites, and support landowners through advice, training, and innovation. The directive seeks to minimize the loss of healthy soils and restore degraded areas, contributing to the broader objective of achieving healthy soils across Europe by 2050.

To address the limited availability of data on pesticide, antibiotics and PFAS occurrence in olive grove soils, the EU-funded SOIL O-LIVE Mission Soil project explores key challenges in Mediterranean olive cultivation, including land degradation and biodiversity loss. It assesses soil conditions in major olive-producing regions and investigates how pollution and degradation influence soil health, as well as olive oil quality and safety. The study comprises 52 orchards across Greece, Italy, Spain, Portugal, and Morocco, each representing different soil management systems: EU-certified organic, traditional farming and high-density systems, which involve modern agricultural practices. These cultivation systems may have differing impacts on soil health due to variations in management. The study aims to improve understanding of how these practices influence soil quality and the potential risks associated with the presence of antibiotics, pesticides and PFAS.

Acknowledgments

The authors acknowledge funding from the European Commission of the SOIL O-LIVE project (HORIZON-MISS-2021-SOIL-02, Grant agreement ID: 101091255).

References

1. European Commission. 2025. OJ L, 2025/2360



Comunicaciones orales: sesión 10

O-10.1

Characterization of enzymatically oxidized polysaccharides from microalgae holobiont extracts with enhanced bioactivity

Marta Díez^{ac}, Andrea Martín-Ortiz^a, Pilar Águila-Carricondo^c, David Gonzalez-Perez^b, Ana Isabel Ruiz Matute^a, Francisco J. Plou^b, María Luz Sanz^a

^aInstituto de Química Orgánica General (IQOG-CSIC), (Spain)

^bInstituto de Catálisis y Petroleoquímica (ICP-CSIC), (Spain)

^cMicroalgae Solutions S.L., (Spain)

The use of microalgal holobionts, constituted by different species of microalgae or by microalgae and bacteria, is gaining increased relevance as cooperative interactions between co-cultured microorganisms, enabling the production of diverse bioactive molecules [1]. An example is the H1 consortium, based on *Kamptonema* sp, *Nannochloropsis oculata*, *Tetraselmis* sp. and *Chlorella* sp., which produced polysaccharides composed by different pentoses and hexoses with proven bioactive properties. Given that polysaccharides containing acid residues are known to exhibit enhanced biological activities such as anti-hyperglycemic [2], anti-inflammatory and antioxidant [3] effects, this study proposes a new strategy based on mimicking H1 consortium harnessing the power of enzymes for the oxidation of H1 carbohydrates enhancing their bioactivity.

The selection of oxidation conditions (laccases, redox mediators and incubation times) at 40°C and 300 rpm was guided by the targeted production of sugar acids as polysaccharide constituents. Accordingly, prior to sample characterization, a GC–MS method was developed to analyze these reaction products based on polysaccharide hydrolysis, followed by derivatization of the resulting monomers with particular emphasis on sugar acids. Complementary information about the oxidized polysaccharide structure was obtained by infrared spectroscopy, while HPSEC-ELSD was used to determine their molecular weight distribution. Bioactive properties (antioxidant and anti-tyrosinase activities) and cytotoxicity of the resulting polysaccharides were also evaluated.

The highest concentration of sugar acid identified as gluconic acid was achieved by using laccase L2 (ICP-CSIC) with TEMPO as redox mediator after two days. Under these conditions, antioxidant and anti-tyrosinase activities of the polysaccharide extract were increased resulting in a powerful free radical scavenger and depigmenting active extract. In conclusion, these results taken together, indicate that microalgae holobiont extracts enriched in gluconic acid show a high potential for new industrial applications in the nutraceutical and cosmetic sectors.

Acknowledgements

This work has been funded by the Industrial Doctorate grant IND2023/BIO-27055 awarded to IQOG-CSIC and Microalgae Solutions S.L. by the Comunidad de Madrid and by grant PID2022-136367OB-C31 (F.J.P.)

References

1. Gonçalves et al. (2017). *Algal Res.* 24, 403-415.
2. Nishimura et al. (2000). *J. Org. Chem.* 65, 2-11.
3. He et al. (2016). *Carbohydr. Polym.* 152, 222-230.

O-10.2

Detección no dirigida por LC-HRMS y caracterización fisicoquímica de contaminantes orgánicos para evaluar su atenuación en sistemas urbanos de drenaje sostenible

Filippo Chierchini^a, Sergio Santana-Viera^a, Marc Teixidó^b, **Sandra Pérez^a**

^aONHEALTH, Dep. Environmental Chemistry, Institute of Environmental Assessment & Water Research (IDAEA-CSIC), Barcelona, Spain.

^bDep. Geosciences, Institute of Environmental Assessment & Water Research (IDAEA-CSIC), Barcelona, Spain.

El cambio climático y la densificación urbana, junto con el aumento de inundaciones, sequías y la creciente impermeabilización del suelo, favorecen la escorrentía, el flujo superficial de agua de lluvia que arrastra partículas, residuos y compuestos químicos presentes en la ciudad. Esta escorrentía puede alcanzar ríos o infiltrarse en acuíferos, introduciendo contaminantes que no siempre son retenidos por barreras naturales o artificiales. En respuesta a este problema, los Sistemas Urbanos de Drenaje Sostenible (SUDS) se han implementado para reducir la impermeabilización, descentralizar la gestión del agua pluvial y disminuir la presión sobre las plantas de tratamiento.

El uso de la cromatografía líquida acoplada a la espectrometría de masas (LC-MS) ha permitido detectar cientos de contaminantes polares en muestras de aguas residuales y ríos, pero pocos contaminantes en las muestras de agua de escorrentía urbana y los efluentes de SUDS debido a la complejidad de su muestreo. En este contexto, resulta esencial evaluar la eficacia de los SUDS frente a la amplia diversidad de contaminantes presentes en la escorrentía [1], especialmente considerando que sus efluentes pueden infiltrarse en aguas subterráneas, un recurso estratégico para la Unión Europea. Aunque se ha demostrado que los SUDS retienen eficazmente compuestos hidrofóbicos, contaminantes más móviles, polares y persistentes pueden atravesarlos sin ser eliminados [2].

Para abordar esta complejidad, en este trabajo se aplicó LC-MS de alta resolución combinada con análisis no dirigido (NTA-HRMS). En este estudio se compararon los datos de HR-MS de las muestras de antes y después del tratamiento en SUDS, clasificando los contaminantes como retenidos, degradados y los que escapan el tratamiento de SUDS.

El análisis de propiedades fisicoquímicas, complementado con enfoques quimio informáticos y análisis de componentes principales (PC1–PC3), reveló que los SUDS tienden a permitir el paso de compuestos moderadamente polares y aromáticos con heteroátomos o capacidad de formar enlaces de hidrógeno, mientras que especies más hidrofóbicas o rígidas aparecen menos representadas. Estos resultados subrayan la necesidad de optimizar los SUDS para abordar contaminantes altamente móviles y proteger eficazmente los recursos hídricos [3].

Agradecimientos: This work was also supported by the Spanish Ministry of Science and Innovation through the project WATERPOLLUT (PID2022-138556OB-C21)

Referencias: [1] Santana-Viera et al. (2025). *Npj Clean water* 8, 32. [2] Rodgers et al (2022) *Environmental Science and Technology (ES&T)* 56, 6349. [3] Santana-Viera, in preparation

O-10.3

Caracterización rápida y precisa de microplásticos sobre filtros recubiertos de aluminio empleando un sistema de imagen química Agilent 8700 Laser Direct Infrared (LDIR).

Fernando Tobalina^a, Wesam S. Alwan^b, Torika Kumanayaka^b, Darren Robey^b

^aAgilent Technologies, Inc., España

^bAgilent Technologies, Inc., Australia

Contacto E-mail: fernando.tobalina@agilent.com

Introducción.

La contaminación por microplásticos es causa de preocupación por su posible impacto en los ecosistemas y en la salud humana. Para avanzar en la caracterización de los microplásticos los sistemas de imagen química LDIR (Laser direct infrared) basados en un laser de cascada cuántica (QCL) suponen una aproximación innovadora para conseguir una más rápida identificación y cuantificación de estas micropartículas. El análisis directo en filtros de poliéster recubiertos de aluminio proporciona una alternativa más económica, pero igualmente precisa, para el análisis de los microplásticos.

Resultados.

Se presentarán los resultados obtenidos para la caracterización de microplásticos con el Agilent LDIR 8700 empleando filtros recubiertos de aluminio en relación con la detección de las partículas, la repetitividad del conteo de las mismas y la exactitud en el cálculo de sus tamaños, empleando para ello materiales de referencia trazables NIST de 50 y 20 μm de poliestireno.

También se mostrarán los resultados obtenidos en la identificación de mezclas de distintos tipos de microplásticos comunes generados a partir de pellets preparados en suspensiones de etanol tras ser filtrados empleando filtros de Al y su análisis directo con el LDIR empleando su método automatizado de análisis de partículas y la librería de microplásticos asociada al método.

Conclusiones.

Las conclusiones de este trabajo muestran que la caracterización de microplásticos mediante la medida directa en filtros de aluminio empleando la tecnología LDIR, proporciona una metodología más rápida, menos costosa, más automatizada y menos expuesta a posibles contaminaciones, asegurando la exactitud necesaria en términos de capacidad de detección de las partículas, repetitividad de su conteo, exactitud en la determinación de sus tamaños y en la identificación de los microplásticos.

O-10.4

Environmental and Thermal Aging Effects on Adhesive Tapes Characterized by ATR-FTIR Spectroscopy

M. Lorente Aragonés^a, R.M. González Herrera^a, Y. Dominguez Castellano^a, E. I. Vereda Alonso^{a,b}, M.M. López Guerrero^{a,b}

^aDepartment of Analytical Chemistry, Faculty of Sciences, University of Málaga, Campus de Teatinos, 29071, Málaga (Spain)

^bInstituto Universitario de Materiales y Nanotecnología, IMANA, University of Málaga, Campus de Teatinos, 29071, Málaga (Spain)

In this study, several new adhesive tapes were analyzed using attenuated total reflectance–Fourier transform infrared (ATR-FTIR) spectroscopy. Comparison of the FTIR spectra of commercially available tapes subjected to different temperature conditions, humidity levels, and ultraviolet radiation, as part of an accelerated aging process, allowed rapid and non-destructive identification of the main classes of tapes based on the chemical composition of their backings (cellophane, cellulose acetate, polyvinyl chloride, and polypropylene) and adhesives (natural rubber, synthetic rubber, and acrylic polymers).

In addition, the effects of environmental factors such as temperature, cold and heat cycles, humidity conditions, ultraviolet radiation, and solar radiation were investigated. Only minor spectral and physical changes were observed under moderate temperature variations; however, exposure to high temperatures (120 °C) produced significant alterations in both the adhesive layer and the backing materials, indicating severe thermal degradation. These results are particularly valuable for paper conservators and restorers, as they provide essential information for selecting the most appropriate conservation and removal treatments for pressure-sensitive adhesive tapes commonly found on historical paper documents.

Acknowledgments

This work has been partially supported by the University of Malaga (II Plan Propio Transferencia y Divulgación Científica; PRO-B4-2025-004, B1-2022_20, D5-2023_08 and E30624, Universidad de Málaga) and CEI MAR CEI-JD-17, the Spanish Ministerio de Ciencia e Innovación Projects PID2021-126794OB-I00 and PID2024-161325OB-I00; and also Junta de Andalucía PPRO-FQM117-G-2023 (FQM117-G-FEDER).

O-10.5

Shedding light on the dark side of PFAS using cutting-edge atmospheric pressure plasma ionization

Juan F. Ayala-Cabrera^{a,b}, Belén González-Gaya^{a,b,c}, Marvin Haßler^d, Florian Uteschil^d, Oliver J. Schmitz^d, Jon Benskin^e, Nestor Etxebarria^{a,b}

^a Department of Analytical Chemistry, University of the Basque Country (UPV/EHU), 48940 Leioa, Basque Country (Spain)

^b Plentzia Marine Station (PiE-UPV/EHU), 48620 Plentzia, Basque Country (Spain)

^c IKERBASQUE, Basque Foundation for Science, 48009 Bilbao, Basque Country (Spain)

^d Applied Analytical Chemistry, University of Duisburg-Essen, 45141 Essen (Germany)

^e Department of Environmental Science, Stockholm University, 10691 Stockholm (Sweden)

Per- and polyfluorinated alkyl substances (PFAS) encompass a large group of emerging contaminants which cover a vast variety of chemical structures spanning ionic to neutral compounds. In this sense global regulatory actions not only put the focus on specific polar PFAS families, but also the “total PFAS” which require more streamlined approaches to address PFAS contamination. Currently, it is estimated that PFAS measured by conventional liquid chromatography-mass spectrometry interfaced with electrospray ionization (LC-ESI-MS) only represent 1-5% of the PFAS universe since only polar PFAS are assessed. Recently, atmospheric pressure plasma ionization is getting more interest as it can extend the ionizable chemical space, from polar to non-polar compounds.

In this work, within the MS4PFAS framework, high-throughput cutting-edge methodologies based on high-resolution mass spectrometry (HRMS) have been developed to address the complexity on the analysis of PFAS. To do so, a new source prototype based on plasma ionization has been lab-made developed to be coupled to a q-Orbitrap mass spectrometer. PFAS ionization using an inverse low temperature plasma (iLTP) source configuration has been evaluated observing efficient ionization not only for polar but also for non-polar PFAS. Chromatographic mobile phase conditions, source and plasma-related parameters have been carefully optimized to enhance the ionization efficiency of the analytes. After optimization, LC-HRMS instrumental validations using ESI, atmospheric pressure chemical ionization (APCI) and iLTP have been carried out to compare the performance and complementarity of all the ionization techniques to face PFAS. Complexity. The performance in complex biological samples has also been assessed showing the potential of iLTP to expand the PFAS coverage by LC-HRMS.

Acknowledgments

JFAC thanks the project (MS4PFAS) and MSCA Postdoctoral Fellowship (Grant ID: 101108881) funded by the EU.

O-10.6

Applications of global elution models for method development and analysis of complex mixtures by liquid chromatography

Pau Peiró-Vila^a, María Blázquez-Mateu^a, Sanka N. Atapattu^b, María Celia García-Alvarez-Coque^a, José Ramón Torres-Lapasió^a

^a Department of Analytical Chemistry, Faculty of Chemistry, Universitat de València (Spain)

^b CanAm Bioresearch Inc., Winnipeg (Canada)

Method development in liquid chromatography (LC) becomes particularly challenging when analysing complex samples. Achieving adequate resolution while minimising analysis time and solvent consumption requires the systematic optimisation of several experimental variables, among which the mobile phase composition plays a central role. Conventional computer-assisted method development relies on individual solute models, which describe the retention behaviour of each compound separately. Although highly accurate, this approach requires the availability of standards and reliable peak tracking across experiments, which is often impractical for complex mixtures containing numerous unknown components. Global elution models (GEMs) provide an alternative modelling strategy that overcomes these limitations. Instead of modelling each analyte individually, GEMs describe the chromatographic behaviour of groups of solutes using a unified framework that separates system-related parameters (reflecting column and mobile phase effects) from compound-specific contributions. The model is initially constructed using a small set of reference peaks that can be consistently tracked across different gradients. Once the global parameters have been established, the model can be extended to all detected peaks, enabling the prediction of complex chromatograms without exhaustive peak assignment or compound identification. Several recent applications of GEMs are presented to illustrate their potential in LC method development. In particular, GEM-based simulations combined with evolutionary optimisation algorithms enable the efficient identification of optimal gradient programs for both relatively simple and highly complex samples. Applications include the optimisation of separations of sulphonamides and β -blockers, as well as complex extracts of medicinal plants. In addition, GEMs enable the incorporation of new solutes—such as matrix components or unexpected contaminants—into the model with minimal additional experimental effort. Beyond method optimisation, GEMs also facilitate method transfer between related samples, improve chromatographic fingerprint quality for classification purposes (e.g., medicinal plants authentication), and provide valuable insights into stationary-phase characterisation.

Acknowledgments

Work supported by Grant CIAICO/2023/010 from Generalitat Valenciana (Conselleria de Educació, Cultura, Universidades y Empleo). Pau Peiró-Vila thanks the pre-doctoral grant ACIF 2022 (Generalitat Valenciana).



Comunicaciones orales: sesión 11

O-11.1

ATR-FTIR para el cribado de enfermedad renal crónica y la determinación el ratio albumina-creatinina

Víctor Navarro-Esteve^a, Ángel Sanchez-Illana^a, Jaume Béjar-Grimalt^a, Miriam Martínez-García^a, Jose Pórtoles^{b,c}, Maria Marques-Vidas^b, Paula Sánchez-Briales^b, Antonio J. Sánchez-López^{d,e}, Francisco A. Bernabeu-Andreu^f, Bayden R. Wood^g, David Pérez-Guaita^a

^aDepartamento de Química Analítica, Universitat de València, Burjassot (España)

^bServicio de Nefrología, HU. Puerta del Hierro, Majadahonda (España) RICORS 24/0004 ISCiii

^cDepartamento de Medicina, Universidad Autónoma de Madrid, Madrid (España)

^dBiobanco del IDIPHISA, Majadahonda (España)

^eUnidad de Neuroinmunología del IDIPHISA, Majadahonda (España)

^fServicio de Bioquímica-Análisis Clínicos, HU. Puerta del Hierro, Majadahonda (España)

^gMonash Biospectroscopy Group, School of Chemistry, Universidad de Monash, Melbourne (Australia)

La enfermedad renal crónica (CKD) [1] se caracteriza por una disminución de la tasa de filtración glomerular (GFR) y un aumento de la excreción de albúmina en orina, con una prevalencia global superior al 10%. Las tiras reactivas urinarias constituyen la principal herramienta de cribado, aunque presentan baja sensibilidad y especificidad en el rango de microalbuminuria (30–300 mg/L).

En este trabajo, se propone una metodología de análisis en el punto de atención (PoC) para la determinación del cociente albúmina/creatinina urinario (UACR) mediante espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia total atenuada (ATR-FTIR). En primer lugar, se evaluó la viabilidad del método y se optimizaron sus cifras de mérito analíticas mediante un enfoque de simulación *bottom-up* [2]. Posteriormente, se emplearon preconcentradores estáticos de la fracción proteica de la orina con membranas de 7.5 kDa. La influencia de las variables experimentales (tiempo, prefiltrado [sí/no] y volumen inicial) sobre el factor de preconcentración se investigó mediante un diseño factorial fraccionado. Se ajustó un modelo lineal para evaluar el impacto relativo de cada factor, apoyando un análisis coste-beneficio.

Finalmente, se procesaron 128 muestras de orina procedentes de pacientes en distintos estadios de CKD, analizándose el extracto líquido preconcentrado (50×) mediante ATR-FTIR. Modelos de regresión basados en mínimos cuadrados parciales (PLS) para la cuantificación independiente de albúmina y creatinina, permitiendo la estimación fiable del UACR en el rango de microalbuminuria. Adicionalmente, se exploraron modelos de análisis discriminante para la clasificación de las muestras según la GFR, el grado de albuminuria y el riesgo global de CKD, obteniendo errores de predicción inferiores al 10%, demostrando el potencial de la metodología en entornos PoC.

Referencias

1. Navarro-Esteve, V. *et al.* Towards a global model for Diabetic kidney disease screening using ATR-FTIR. *Microchemical Journal* 114193 (2025).
2. Navarro-Esteve, V. *et al.* Enhancing Vibrational Spectroscopy-Based Diagnosis through Bottom-Up Modeling: The Case of Infrared Absorption Spectrum of Urine. *Anal. Chem.* (2026)

O-11.2

Ácidos grasos de cadena corta y microbiota intestinal infantil: una mirada a su desarrollo y maduración

Arrate Rivas, Omaira de la Hera, Rosa M. Alonso

Grupo FARMARTEM, Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencia y Tecnología, Universidad del País Vasco (UPV/EHU), Barrio de Sarriena, s/n, 48940 Leioa (Bizkaia).

Durante los primeros años de vida, la microbiota intestinal experimenta una evolución dinámica, pasando de una baja diversidad e inestabilidad en el periodo neonatal a una estructura más compleja y estable hacia los dos años, influida por factores como el tipo de parto y la alimentación [1].

Los ácidos grasos de cadena corta (SCFAs), entre ellos, los ácidos acético, propiónico y butírico destacan por su relevancia como uno de los principales metabolitos derivados de la actividad microbiana y por su papel como indicadores del estado funcional de la microbiota intestinal [2,3].

En este contexto, se plantea como objetivo de este trabajo evaluar la evolución de los SCFAs en muestras fecales de población infantil hasta los dos años de edad. Se pretende demostrar la utilidad de estos ácidos como posibles marcadores del desarrollo saludable de la microbiota intestinal.

Se ha desarrollado y validado un método analítico para la determinación de SCFAs en heces de población infantil mediante cromatografía gaseosa acoplada a espectrometría de masas, previa extracción sólido-líquido. Se aplicó a las muestras fecales suministradas por una escuela infantil y diferenciándolas por edad y género.

Se observaron únicamente cambios asociados a la edad, destacando un aumento progresivo del ácido butírico tras el primer año de vida, seguido de una estabilización en etapas posteriores. Este hecho avala la función de los ácidos grasos de cadena corta como reflejo del desarrollo de la microbiota intestinal, identificando especialmente al ácido butírico como un marcador sensible de su maduración en los dos primeros años de vida.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Departamento de Educación del Gobierno Vasco por su financiación (proyecto IT673-22) y Arrate Rivas agradece a Lanbide (Servicio Vasco de Empleo) por su financiación (Next Generation EU).

Referencias

1. Álvarez et al. (2021). *Gastroenterol Hepatol.*, 44, 519
2. Borrego-Ruiz et al. (2025). *Microbiome Res Rep.*, 4, 20
3. den Besten G et al. (2013). *J. Lipid Res.*, 54, 2325

O-11.3

Multifunctional MSN-Based Nanosystem Integrating RhNPs and SPIONs for Combined Cancer Photodynamic Therapy and Magnetic Targeting

Angel Perez-Roldan^a, Andres Machuca^a, Roberto Alvarez-Fernandez Garcia^a, Ana García^{b,c}, Isabel Izquierdo-Barba^{b,c}, Blanca González^{b,c}, Jose L. Luque-Garcia^a

^aDepartamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid, 28040, Madrid, (Spain).

^bDepartamento de Química en Ciencias Farmacéuticas, Facultad de Farmacia, Universidad Complutense de Madrid, 28040, Madrid, (Spain).

^cCentro de Investigación Biomédica en Red de Bioingeniería, Biomateriales y Nanomedicina (CIBER-BBN), (Spain).

Photodynamic therapy (PDT) has emerged as a promising alternative strategy for cancer treatment, based on the activation of photosensitizers such as rhodium nanoparticles (RhNPs) by near-infrared (NIR) radiation, leading to the generation of reactive oxygen species (ROS) and subsequent oxidative stress in targeted tissues. In this context, we previously developed a third-generation nanosystem consisting of RhNPs incorporated into the network of mesoporous silica nanoparticles (MSNs) acting as a biocompatible carrier functionalized in the external surface with transferrin (Tf) to promote selective interaction within tumoral cells (RhNPs-MSNs-Tf). This system was physicochemically characterized and its photo-induced toxicity was validated through in vitro models, mass spectrometry-based untargeted metabolomics, and the in vivo chicken chorioallantoic membrane model. [1] To further enhance the therapeutic potential of this platform, the incorporation of additional stimuli-responsive functionalities is desired. In this context, superparamagnetic iron oxide nanoparticles (SPIONs) represent an attractive option due to their unique magnetic behaviour having the capability to generate an intrinsic magnetic field during the presence of an external magnetic field (MF) as well as the magnetic guidance to target desired tissues. Moreover, their high biocompatibility, ease of surface modification, and applicability in magnetic resonance imaging (MRI), magnetic hyperthermia (MHT) and also bone tissue engineering, make them ideal candidates for the development of multifunctional theranostic systems. [2,3]

Herein, SPIONs were synthesized via a thermal decomposition approach and subsequently subjected to a ligand exchange process with dimercaptosuccinic acid (DMSA) to obtain water-dispersible nanoparticles suitable for biomedical applications (SPIONs-DMSA). [3] These nanoparticles were then conjugated via covalent attachment to the previously developed RhNPs-MSNs-Tf nanosystem, yielding a novel hybrid platform (RhNPs-MSNs-Tf-SPIONs) with dual light and magnetic responsive functionality. The resulting nanomaterial was thoroughly physicochemically characterized, and its photodynamic activity was evaluated in vitro using a live/dead assay. Overall, this work presents a promising strategy for the development of multifunctional nanosystems that integrate magnetic targeting and photodynamic therapy, advancing towards more effective and selective cancer treatments.

Referencias

[1] Machuca et al. (2026). *J. Colloid Interface Sci*, 713, 140143. [2] Pawar et al. (2025). *Mol. Pharmaceutics*, 22, 2372. [3] Estévez et al. (2024). *J. Colloid Interface Sci*, 664, 454.

O-11.4

Hacia sensores accesibles: nanozimas basadas en MOFs integradas en dispositivos sostenibles y de bajo coste

Héctor Martínez-Pérez-Cejuela, Alper Şahin, José Gonzalvo-Natek, Niluh Indria Wardani, José Manuel Herrero-Martínez

Grupo CLECEM, Departamento de Química Analítica, Universidad de Valencia, 46100, Burjassot, Valencia, (España)

Las redes metal-orgánicas (MOFs, por sus siglas en inglés) han emergido como materiales altamente versátiles para el desarrollo de sensores químicos y bioanalíticos, gracias a su elevada modularidad estructural y a su capacidad para exhibir actividades catalíticas tipo enzima (*nanozymes*). Estas características permiten diseñar plataformas de detección altamente adaptables, en las que la composición, funcionalidad y accesibilidad de los sitios activos pueden ajustarse racionalmente para aplicaciones específicas. En particular, la actividad catalítica de los MOFs puede modularse mediante diferentes estrategias, como el uso directo del material como mimético enzimático, la hibridación con nanopartículas que potencian o amplifican la respuesta analítica, o la generación controlada de defectos estructurales que crean nuevos centros activos [1]. Más allá de las propiedades intrínsecas de los MOFs, resulta especialmente relevante la integración de estas plataformas con soportes sostenibles y accesibles, tales como fibras de algodón, papeles funcionalizados o dispositivos desechables basados en celulosa, así como su acoplamiento con sistemas de lectura sencillos, incluyendo teléfonos móviles o escáneres portátiles. Este enfoque integral pone de manifiesto el potencial de los MOFs con actividad nanozima para impulsar el desarrollo de sensores económicos, robustos y fácilmente desplegables en entornos reales, contribuyendo así al avance de tecnologías analíticas más accesibles y sostenibles.

Acknowledgments

This study was supported by a grant PID2021-125459OB-I00 funded by MCIN/AEI/10.13039/501100011033 and by “ERDF A way of making Europe”. Also, the authors acknowledge the financial support of the Santiago Grisolia Programme (CIGRIS/2024/162) from the Generalitat Valenciana and from the Second Century Fund (C2F), Chulalongkorn University, Thailand.

References

1. Zhang et al. (2024). *Biosens. Bioelectron.*, 263, 116593.



Comunicaciones orales: sesión 12

O-12.1

Metodologías (meta)ómicas para estudiar las interacciones entre el intestino y el cerebro mediadas por manganeso y selenio

Rafael de Fátima Vélez-Pérez^a, Ana Arias-Borrego^a, Nieves Abril^b, María José Prieto-Álamo^b, Juan Jurado^b, Tamara García-Barrera^a

^aCentro de Investigación en Recursos Naturales, Salud y Medio Ambiente (RENSMA). Departamento de Química, Facultad de Ciencias Experimentales, Universidad de Huelva, Av. Fuerzas Armadas, 21007, Huelva (España).

^bDepartamento de Bioquímica y Biología Molecular, Campus universitario Rabanales, Edificio Severo Ochoa, 14071, Córdoba (España).

El manganeso es un elemento esencial que actúa como cofactor en diversos procesos bioquímicos, como la producción de energía, la defensa antioxidante y la respuesta inmune. Sin embargo, su sobreexposición puede provocar neurotoxicidad progresiva con síntomas similares a la enfermedad de Parkinson [1]. El selenio, también esencial, mitiga la toxicidad de metales como el mercurio, el cadmio y el arsénico[2]. A pesar de sus funciones compartidas, la interacción entre Mn y Se sigue siendo poco conocida, especialmente en relación con la microbiota intestinal. En este estudio metabolómico y metataxonómico se evaluó la interacción Mn–Se en la microbiota intestinal de ratones BALB/c (*Mus musculus*), utilizando 124 muestras distribuidas en nueve grupos según la dieta y la presencia o ausencia de antibióticos. Los metabolitos se extrajeron de contenido intestinal liofilizado con metanol y se analizaron mediante UHPLC-QTOF en modos de ionización positiva y negativa, tras una separación que combinó fase reversa e interacción hidrofílica. Paralelamente, se extrajo ADN para caracterizar la microbiota mediante la región V3–V4 del gen 16S rRNA (Illumina), usando la base de datos Silva v132. Los datos se procesaron mediante análisis multivariante, test de Wilcoxon con corrección FDR y análisis de correlación. Los resultados evidencian diferencias claras entre los grupos con y sin Se, lo que sugiere un papel protector frente a la toxicidad del Mn y al efecto de los antibióticos. El análisis PLS-DA mostró separaciones entre grupos en todos los casos, aunque menos marcadas cuando compartían la presencia o ausencia de Se. Además, no se observaron diferencias significativas con mayor suplementación de Se. Se identificaron metabolitos asociados al metabolismo microbiano, como derivados de ácidos biliares y diacilglicéridos, indicando alteraciones en rutas lipídicas y microbiota-dependientes.

Agradecimientos

Este trabajo fue financiado por el proyecto PID2021-123073NB-C21 (Ministerio de Ciencia e Innovación, MCIN; Generación del Conocimiento; MCIN/AEI/10.13039/501100011033/FEDER “Una manera de hacer Europa”). Los autores agradecen al FEDER (Comunidad Europea) el apoyo financiero, subvención UNHU13-1E-161. RFVP agradece al Ministerio de Ciencia e Innovación la concesión de un contrato predoctoral FPI (PRE2021-102165).

Referencias

1. Michalke B. et al. (2014). *J. Trace elem. Med. Biol.*, 28(2), 106.
2. García-Barrera T. (2012). *Anal. Bioanal. Chem.*, 403(8), 2237.

O-12.2

Análisis metabolómico y transcriptómico integrado para el estudio de los efectos de la coenzima Q10 en un modelo celular de hipoxia retiniana

Alicia Villa-Vázquez^{a,b}, Lydia Álvarez^b, Beatriz Fernández^a, Rosario Pereiro^a, Paula Carmen Alonso González^c, Candela Cortizo Alonso^c, Héctor González-Iglesias^d

^a Departamento de Química Física y Analítica, Universidad de Oviedo, 33006 Oviedo (España)

^b Fundación de Investigación Oftalmológica (FIO), 33012 Oviedo (España)

^c R&D, Nalón Innova SL, 33005 Oviedo (España)

^d Instituto de Productos Lácteos de Asturias (IPLA-CSIC), 33011 Oviedo (España)

La coenzima Q10 (CoQ10) se ha propuesto como posible agente terapéutico en oclusiones vasculares retinianas (OVRs) debido a sus propiedades antioxidantes y su papel en la protección celular. En este trabajo se estudió la internalización y los efectos moleculares de la CoQ10 en una línea de células gliales de Müller (MIO-M1), mediante un enfoque analítico basado en metabolómica y transcriptómica. Para el análisis metabolómico, se optimizó el protocolo de extracción evaluando diferentes disolventes, seleccionándose ACN:H₂O (80:20) por su cobertura metabolómica. Los análisis dirigidos y no dirigidos se realizaron mediante cromatografía líquida en fase reversa (columna C18) acoplada a espectrometría de masas de alta resolución (LC-ESI-Q-TOF), en modos de ionización positivo y negativo. El estudio se llevó a cabo en células sometidas a normoxia o hipoxia (1% O₂, 6 y 72 h), y en ausencia o presencia de CoQ10 encapsulada.

Los resultados mostraron un incremento en la disponibilidad intracelular de CoQ10 tras la suplementación liposomal, acompañado de un aumento en la proliferación celular. Se detectaron mediante LC-ESI-Q-TOF un total de 1521 características moleculares en ambos modos de ionización (33,3% con identidad tentativa), junto con más de 16000 genes expresados por RNASeq. El análisis de componentes principales (PCA) explicó el 77,2% y el 48,8% de la varianza en los conjuntos transcriptómico y metabolómico, respectivamente, evidenciando una clara diferenciación entre condiciones experimentales. Asimismo, el análisis integrado permitió observar una modulación dependiente del tiempo de la respuesta celular a la hipoxia en presencia de CoQ10. Estos resultados ponen de manifiesto el potencial de las metodologías basadas en LC-HRMS, combinadas con transcriptómica y herramientas de análisis de datos, para la caracterización de compuestos bioactivos en sistemas biológicos complejos.

Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado por el proyecto coordinado PID2022-137319OB (-C21 y -C22)/Agencia Estatal de Investigación (AEI)/10.13039/501100011033 en España, así como por el Programa FEDER de la Unión Europea (IDE/2024/000685). A. Villa-Vázquez agradece la beca del Programa Severo Ochoa, Ref. BP22-187 (Oficina de Ciencia, Empresa, Formación y Empleo, Principado de Asturias, España).

O-12.3

Mix & Measure: Next-Generation Immunoassays for Food Safety

Irene De La Rosa Sánchez^a; Marta García Cortés^a, Pablo Purohit Pacheco^a, Fernando Navarro Villoslada^a, Bettina Glahn-Martínez^a, A. Canales,^b J.V. Mercader,^c Elena Benito-Peña^a

^a Department of Analytical Chemistry, Faculty of Chemistry, Complutense University of Madrid, 28040 Madrid (Spain)

^b Department of Organic Chemistry, Faculty of Chemistry, Complutense University of Madrid, 28040 Madrid (Spain)

^c Institute of Agrochemistry and Food Technology, Spanish Council for Scientific Research (IATA-CSIC), 46980 Valencia (Spain)

Mycotoxins are widely present and represent significant foodborne hazards, necessitating ongoing monitoring. Aflatoxin M₁ (AFM₁), a hydroxylated metabolite of the highly carcinogenic Aflatoxin B₁, is often used as an indicator for detection. Because of the danger they pose, the detection methods used at different points in the production process must have very low detection limits. Bioluminescent sensors are becoming increasingly valuable as analytical tools, combining high selectivity through antibodies and high sensitivity due to the bright transducers, which results in better signal-to-noise ratios. Additionally, their inherent simplicity and quick response times make them especially useful for urgent analyses. Here, we present a quick and easy bioassay that can detect AFM₁ in just 5 minutes. The assay involves competition between AFM₁ and a mimopeptide linked to nanoluciferase (NLuc) for binding to an anti-AFM₁ IgG conjugated with a long Stokes shift dye, which absorbs light near 450 nm—the peak emission of NLuc. When the toxin is absent, NLuc is close enough to the dye to enable resonant energy transfer (BRET), resulting in a detectable emission at around 650 nm. The BRET strong dependence on distance ($1/r^6$) ensures that dye excitation and emission only occur when the mimotope binds. We further improved sensitivity using advanced experimental design and directed mutagenesis of the mimotope, with molecular docking helping us evaluate how each change affected the complex. This method provides a simple and quick way to screen for AFM₁ in different sample types.

Acknowledgments

This study was supported by the Spanish Ministry of Science, Innovation and Universities (MICIU, PID2024-158561OB-100).

References

1. Kumar, P. *et al.* (2017). *Front. Microbiol.*, 7, 2170.
2. Pradanas-González, F. *et al.* (2024). *Anal. Bioanal. Chem.*, 416, 7205.
3. Peltomaa, K. *et al.* (2019). *ACS Omega*, 4, 11569.

O-12.4

Dissecting cisplatin resistance in osteosarcoma through integrated single-cell ICP-MS and proteomics

Carlos López-Portugués^{a,b}, Lucía Gutiérrez-Romero^a, Julia Berdasco-García^{a,c}, Borja Gallego^b, María Montes-Bayón^{a,b}, René Rodríguez^{b,d}, **Paula Díez**^{b,c}

^aDepartment of Physical and Analytical Chemistry, University of Oviedo (Spain)

^bHealth Research Institute of Asturias, ISPA, Oviedo (Spain)

^cDepartment of Functional Biology (immunology area), University of Oviedo (Spain)

^dInstituto de Biomedicina y Biotecnología de Cantabria (IBBTEC), Santander (Spain)

Cisplatin remains a cornerstone of osteosarcoma treatment, yet the emergence of drug resistance frequently compromises its clinical efficacy. While reduced intracellular drug accumulation has long been proposed as a key mechanism, the relative contribution of pharmacokinetics, DNA damage processing, and intrinsic cellular tolerance remains poorly understood. Here, we present an integrative framework combining single-cell inductively coupled plasma mass spectrometry (SC-ICP-MS), DNA platination measurements, quantitative proteomics, and mathematical modeling to systematically dissect cisplatin resistance mechanisms in osteosarcoma.

Using a panel of 13 osteosarcoma models, including established cell lines and patient-derived xenograft cell lines, together with seven matched cisplatin-resistant derivatives, we quantified intracellular platinum accumulation at single-cell resolution and assessed DNA-bound platinum as a surrogate of genotoxic targeting. Strikingly, intracellular platinum levels displayed marked inter- and intra-model heterogeneity and did not correlate with cisplatin sensitivity. Resistant cells exhibited divergent uptake phenotypes, indicating that drug exclusion is not a universal determinant of resistance. To resolve this complexity, we developed a modular mathematical model integrating drug uptake, DNA platination, and cytotoxic response, allowing resistance to be deconvoluted into pharmacokinetic (pre-target), neutralization (on-target), and tolerance (post-target) components. This approach revealed multiple resistance archetypes across models, highlighting that phenotypically similar resistance levels can arise from fundamentally distinct biological strategies. Unbiased, treatment-free proteomic profiling further demonstrated that cell line identity dominates proteomic organization, with parental and resistant counterparts clustering closely, supporting the existence of pre-adaptive molecular states. Acquisition of resistance was consistently associated with a shift from proliferative programs toward metabolic remodeling, redox homeostasis, mitochondrial function, and stress adaptation, rather than uniform changes in drug handling.

Collectively, our results challenge simplified models of cisplatin resistance based on drug uptake alone and demonstrate that intrinsic proteomic architecture largely governs the capacity of osteosarcoma cells to tolerate genotoxic stress. This integrative single-cell and systems-level strategy provides a conceptual framework for mechanistic stratification of chemoresistance and may inform more precise therapeutic interventions in osteosarcoma.



Comunicaciones póster: sesión 1

P1-001

Assessment of VOCs and VMS removal efficiency in WWTP biogas filtration systems using TD-GC/MS

Eva Gallego^{(a),*}, José Francisco Perales^(a), Rubén Hervás-Martínez^(b), Feliu Sempere^(b)

^(a) *Laboratori del Centre de Medi Ambient, Escola d'Enginyeria de Barcelona Est (EEBE), Universitat Politècnica de Catalunya, Av. Eduard Maristany 16, 08019 Barcelona, Spain*

^(b) *Global Omnium Medioambiente S.L., Gran Via Marqués del Túrria, 19, 46005 València, Spain*

[*eva.gallego@upc.edu](mailto:eva.gallego@upc.edu)

Biogas/biomethane is a promising renewable energy vector with strong potential to reduce greenhouse gas emissions, valorise organic wastes, and improve resource efficiency [1]. Biogas contains trace volatile methyl siloxanes (VMS), harmful contaminants that oxidize during combustion into microcrystalline silica, causing abrasion, deposits, and mechanical damage that reduce system efficiency and lifespan. Therefore, VMS removal is essential to prevent equipment damage and maintain operation efficiency, being biogas purification a critical step for its effective use as an energy source, and adsorption systems the most widely implemented industrial-scale technology for VMS removal [2]. Inlet and outlet volatile organic compounds (VOCs) concentrations, including VMS, were evaluated in several filtration systems from three different WWTPs located in Spain. A total of 78 VOCs, 8 VMS among them (trimethylsilanol, L2-L5 and D3-D5), were evaluated from 30 samples through TD-GC/MS analysis. Biogas samples from each monitoring site were collected in 1-liter Tedlar bags, and 100-150 ml of biogas was transferred to multi-sorbent bed tubes (Carbotrap, Carboxen X and Carboxen 569) prior to TD-GC/MS. Total VOCs (TVOCs) and VMS concentrations in inlet and outlet adsorption systems were different in each WWTP. WWTP 1 and 2 presented average TVOC inlet values around 21 mg m^{-3} , with VMS values between $3.6\text{-}6.6 \text{ mg m}^{-3}$. Outlet TCOV and VMS concentrations were in the range of $7\text{-}12 \text{ mg m}^{-3}$ and $0.2\text{-}0.4 \text{ mg m}^{-3}$, respectively, presenting average siloxane reductions of $94 \pm 2\%$. On the other hand, WWTP 3 presented much higher concentrations, with TCOV and VMS average values of $73 \pm 6 \text{ mg m}^{-3}$ and $4.8 \pm 0.2 \text{ mg m}^{-3}$ in the inlet of the filtration system, respectively. The outlet concentrations were in the range of $50\text{-}66 \text{ mg m}^{-3}$ and $3.3\text{-}3.8 \text{ mg m}^{-3}$, respectively, presenting reductions of $25 \pm 7\%$ (20-30%). Variations in operational times and carbon types influenced adsorption capacity across the filtration systems. The findings underscore the necessity of frequent monitoring to determine carbon lifetime and the potential implementation of biological biogas pre-treatment to reduce the pollutant loads on activated carbon filters [3].

Acknowledgements:

This research was funded by the European Union's Horizon Europe programme (Grant No. 101083323, project "UP-TO-ME"). Rubén Hervás-Martínez acknowledges support from grant DIN2024-013337 (MICIU/AEI/10.13039/501100011033). The authors thank Global Omnium for technical support and EPSAR (Valencian Community, Spain), owner of the WWTPs where this study was conducted.

References:

- [1] López-Aguilera, A., et al., 2025. *Sustainability* **17** 4742.
- [2] Rivera-Montenegro, et al., 2023. *Bioenergy Res.* **16** 801.
- [3] Hervás-Martínez, R., et al. 2025. *Bioresource Technol.* **436** 133012.

A sustainable HPLC method for tricyclic antidepressants analysis using non-ionic surfactant / β -cyclodextrin aqueous systems

Carlos Josué Tereba-Mamani, María José Ruiz-Ángel, Carla Cuenca-Serrano, Juan Peris-Vicente, María Celia García-Álvarez-Coque

University of Valencia, Department of Analytical Chemistry, Faculty of Chemistry,
Av. Vicent Andrés Estellés 19, 46100, Burjassot, Valencia, Spain

This work investigates the behaviour of the non-ionic surfactant polyoxyethylene(10) tridecyl ether (C13E10) in micellar liquid chromatography (MLC), both alone and in combination with β -cyclodextrins, for the separation of tricyclic antidepressants (TCAs), including amitriptyline, clomipramine, doxepin, imipramine, nortriptyline, maprotiline and trimipramine. Despite its favourable physicochemical properties, particularly its shorter polyoxyethylene chain compared with the widely used non-ionic Brij-35, C13E10 has been only marginally explored in MLC applications. In contrast to Brij-35, which contains 23 oxyethylene units, C13E10 comprises only 10, resulting in reduced adsorption onto alkyl-bonded stationary phases and facilitating efficient column regeneration. This feature provides significant advantages in terms of method robustness, column lifetime, and long-term reproducibility. The retention behaviour of the TCAs was systematically evaluated over a broad concentration range of C13E10 using a C8 column. The results revealed short retention times and predominantly binding behaviour. Although C13E10 alone allowed effective separations, its intrinsic selectivity was insufficient to achieve baseline resolution of these structurally similar basic compounds. The addition of β -cyclodextrins to the micellar system markedly improved chromatographic performance. The incorporation of β -cyclodextrins in HPLC has been recognised as an effective strategy for enhancing the separation of structurally related analytes through host-guest inclusion complexation. However, their simultaneous use with non-ionic surfactants was not reported before. In the mixed mobile phase, retention was efficiently modulated, while selectivity, resolution, and peak symmetry were substantially improved. These enhancements can be explained by complementary mechanisms, including complex formation between TCAs and β -cyclodextrins, modified solute partitioning between micellar and aqueous phases, and effective masking of residual silanol groups on the stationary phase, which reduces peak tailing commonly observed in the analysis of basic drugs. Analysis of half-width plots further demonstrated the strong influence of mobile phase composition on peak broadening and asymmetry, confirming their value as diagnostic tools for method optimisation. Overall, C13E10/ β -cyclodextrin mixed micellar systems represent a versatile and efficient approach for modulating retention and selectivity in the analysis of basic compounds while eliminating the need for organic solvents. This aligns with the principles of Green Analytical Chemistry by reducing solvent consumption and environmental impact through the use of low-toxicity, widely available reagents.

Acknowledgments: Research funded by Grant CIAICO/2023/010 funded by Generalitat Valenciana (Conselleria de Educació, Cultura, Universitats y Empleo).

Modified bi-Gaussian models for chromatographic peak description based on peak-shape parameters

José Ramón Torres-Lapasió, Juan José Baeza-Baeza, Luis Jesús Baeza-Ballesteros, Carlos Josué Tereba-Mamani, María Celia García-Alvarez-Coque

University of Valencia, Department of Analytical Chemistry, Faculty of Chemistry,
Av. Vicent Andrés Estellés 19, 46100, Burjassot, Valencia, Spain

The modelling and prediction of chromatographic peak profiles have been extensively studied since the introduction of foundational approaches such as Grushka's bi-Gaussian model. In this work, this framework is extended through two modified Gaussian models: the Linear Modified Gaussian (LMG) and the Parabolic Variance Modified Gaussian (PVMG). These approaches improve conventional Gaussian descriptions by allowing peak variance to vary according to linear or parabolic trends, providing a more accurate representation of asymmetric chromatographic peaks. The proposed modified bi-Gaussian models (BLMG and BVMG, containing six and seven parameters, respectively) describe peak-shape characteristics as functions of retention time, enabling prediction of peak shape and chromatographic resolution. The seven-parameter BVMG model achieved fitting errors below 1% for most evaluated peaks and below 2% for all probe compounds, performing comparably to the more complex Parabolic Lorentzian Modified Gaussian (PLMG) model while relying solely on experimentally accessible parameters. Peak characterisation was based on retention time, peak height at the maximum, and half-widths measured at 60% and 10% of peak height. The incorporation of half-width descriptors improved robustness and predictive accuracy compared with approaches relying only on 10% peak-width measurements. Model performance was validated using chromatographic data obtained from two stationary phases with different retention mechanisms: a C18 reversed-phase column (Zorbax Eclipse XDB) and a porous graphitic carbon column (Hypercarb). Fifteen polar compounds were analysed, including nucleosides, xanthines, sulphonamides, and diuretics, covering $\log P_{o/w}$ values from -2.51 to 0.86. Peak shapes were strongly influenced by solute-stationary phase interactions. The C18 column generally produced near-Gaussian symmetric peaks, with the exception of amiloride, whose pronounced asymmetry was attributed to electrostatic interactions. In contrast, the Hypercarb column generated a wider diversity of asymmetric peak profiles. The proposed models exhibit stable numerical convergence, minimise overfitting, and allow rapid parameter estimation through simple visual peak inspection. Furthermore, model parameters can be expressed as functions of retention time, enabling prediction of peak shapes under varying mobile phase conditions. The BLMG model performs well for symmetric peaks, whereas the BVMG6p and BVMG7p models extend applicability to highly asymmetric chromatographic profiles. Overall, these modified bi-Gaussian models provide reliable and computationally efficient tools for chromatographic peak prediction and method optimisation in liquid chromatography.

Acknowledgments: Research funded by Grant CIAICO/2023/010 funded by Generalitat Valenciana (Conselleria de Educació, Cultura, Universidades y Empleo).

P1-004

Multiplatform Metabolomics and Microbiota Analysis Reveal Metabolic Alterations Associated with HPV Infection in Vaginal Samples

Isabel Fernández-Prades ^a, Miguel Ángel Aguilar ^b, Juana del Valle ^b, Coral Barbas ^a, Víctor González-Ruiz ^a

^a Centro de Metabolómica y Bioanálisis (CEMBIO), Facultad de Farmacia, Universidad CEU San Pablo, Urbanización Montepríncipe, 28660 Boadilla del Monte, Madrid, España

^b Facultad de Ciencias de la Salud – Universidad Peruana de Ciencias Aplicadas (UPC)

Human papillomavirus (HPV), the most common sexually transmitted infection worldwide, is the main cause of cervical cancer [1]. However, the molecular mechanisms underlying its progression and its interaction with the vaginal microbiota remain poorly understood. In this context, metabolomics has emerged as a powerful approach to identify disease-related metabolic alterations and potential early diagnostic and prognostic biomarkers.

In this study, an untargeted multiplatform metabolomic strategy was applied to vaginal swab samples from a cohort of 75 women: HPV(+) (n = 26), HPV(-) (n = 49) originating from rural regions of Peru, a population with limited access to screening and vaccination. To maximize metabolome coverage, two complementary analytical platforms were employed: CE-MS for the study of the polar metabolome and LC-MS for lipidomic profiling. Additionally, cervicovaginal microbiota was sequenced to assess its role in metabolic variability. While classical linear models failed to clearly distinguish between HPV(+) and HPV(-) samples—likely due to biological variability and sample complexity—nonlinear approaches improved group discrimination. This approach enabled the identification of metabolites associated with cellular stress and lipid metabolism, particularly glycerophospholipids and sphingolipids, which are key components of the epithelial barrier. ROC analysis supported the potential diagnostic value of these metabolic signatures and correlation analyses suggested links between them and specific microbial taxa in HPV(+) samples.

Overall, these preliminary results highlight both the analytical challenges associated with gynecological matrices and the potential of multiplatform metabolomics combined with microbiota analysis to investigate metabolic alterations linked to HPV infection.

Acknowledgments

The authors acknowledge funding from the Community of Madrid (T1/BMD-23961), the Ministry of Science, Research and Universities (PID2023-153088NA-I00), and a predoctoral fellowship from the San Pablo CEU University Foundation.

References

[1] Larijani et al. (2025). *J. Infect. Public Health*, 18, 102814.

P1-005

Integrating Untargeted metabolomics and 16S metagenomics: A Multi-block Approach to Decode the Alzheimer's Microbiota-Gut-Brain Axis

David Chamoso-Sánchez^a, Carmen Nieto-Vaquero^b, María I Cuartero^b, Alicia García-Culebras^b, María Ángeles Moro^b, Coral Barbas^a

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

^bNeurovascular Pathophysiology, Cardiovascular Risk Factor and Brain Function Programme, Centro Nacional de Investigaciones Cardiovasculares(CNIC), Madrid (Spain)

Alzheimer's disease is histopathologically characterized by the accumulation of beta-amyloid (A β), glial dysfunction, and progressive neuroinflammation. Emerging evidence suggests that systemic factors, including gut microbiota-derived metabolites, may modulate neuroinflammatory processes and contribute to disease progression. Elucidating the microbiota-gut-brain axis in this context requires multi-omics approaches; however, integrating metabolomic and metagenomic data represents a significant analytical and bioinformatic challenge due to their high dimensionality and heterogeneity. To address this we utilized APP^{NL-F} knock-in mice—a model that develops amyloid pathology under physiological conditions without the artifacts of overexpression.

To evaluate the progression of metabolic dysfunction, a longitudinal study was designed to analyze plasma and feces from KI mice (n = 35) and WT control mice (n = 30) at 5, 12, and 18 months. Global metabolomic profiling was performed using an untargeted approach with CE-ESI-MS(TOF) in both positive and negative ionization modes. Feature annotation was achieved using in-source fragmentation spectra and an in-house library of authentic standards. Additionally, LC-ESI-MS(QqQ) was applied for the targeted quantification of 7 key microbiome-derived compounds. Concurrently, the gut microbiome was characterized via 16S rRNA gene sequencing (V3-V4 region) on an Illumina MiSeq platform. Multi-omics data integration was performed using the DIABLO algorithm (multi-block sPLS-DA) (Data Integration Analysis for Biomarker discovery using Latent cOmponents), maximizing covariance across matrices to extract signatures of highly correlated latent variables.

The results revealed marked sexual dimorphism at 12 months: females showed extensive alterations in methionine, glycine, serine, arginine, and proline metabolism, as well as carnitine synthesis, while males exhibited disruptions primarily in phenylalanine and tyrosine metabolism. Notably, purine metabolism emerged as the only alteration common to both sexes, suggesting a central purinergic signaling mechanism intrinsically linked to microglial activation. In conclusion, this strategic multi-omics integration overcomes data fragmentation, maximizing instrumental performance and providing a holistic view indispensable for elucidating the microbiota-gut-brain axis in neuroinflammation.

P1-006

Combination of Advanced Dynamic Gastrointestinal Digestion, Blood-brain barrier Absorption and LC-HRMS and GC-MS Platform to Study Brain-Targeted Delivery of Liposomal Nutraceuticals.

Victor M. Amador-Luna^a, Miguel Herrero^a, Mikaela Rajchman^{a,b}, Ana C. Pinheiro^c, Lidia Montero^a

^aFoodomics Laboratory, Institute of Food Science Research, CIAL, CSIC Nicolas Cabrera 9, 28049 Madrid (Spain)

^bDepartment of Biochemistry, Faculty of Medicine, University of the Republic, Av. Gral. Flores 2125, 11800 Montevideo, Uruguay

^cCEB – Centre of Biological Engineering, University of Minho, Braga (Portugal)

Alzheimer's disease (AD) prevention through nutraceuticals requires understanding not only regarding bioactivity, but also related to the chemical fate of plant metabolites during gastrointestinal (GI) digestion, absorption and blood–brain barrier (BBB) transport. However, most studies rely on static in-vitro digestion and single time-point analyses, overlooking the kinetic evolution of metabolites and the potential impact of delivery approaches, such as encapsulation, on compound-specific bioaccessibility and bioavailability.

This work aims to characterize, the dynamic metabolite exposure of a liposomal formulation obtained from *Citrus aurantium* leaves along a GI–BBB continuum, using a powerful chromatographic approach. A human-scale dynamic multi-compartment GI simulator (stomach, duodenum, jejunum and ileum) was coupled to sequential intestinal absorption modules (duodenal and jejunal filtrates) and an *in vitro* BBB permeability assay. Representative fractions were collected throughout the process and submitted to a standardized clean-up prior to instrumental analysis to remove proteins/salts and improve chromatographic robustness.

Volatile metabolite kinetics were resolved by GC–MS, enabling the monitoring of native terpenes and digestion-derived metabolites. In parallel, non-volatile profiling was performed by UHPLC-QTOF-HRMS/MS. Multivariate pattern recognition (MFuzz clustering) was used to group compounds by shared kinetic behaviors across digestion, absorption and BBB transport, revealing compound-family-specific stability, release and selective transfer patterns.

Neuroprotective-related assays (antioxidant, anti-inflammatory and cholinesterase inhibition) and cytotoxicity tests in differentiated SH-SY5Y cells were used to confirm functional relevance and safety of the absorbable and BBB-permeable fractions. Overall, the integrated GI–BBB chromatographic workflow provides a high-resolution view of how liposomal encapsulation shapes metabolite fate and supports the development of brain-oriented citrus nutraceutical ingredients.

P1-007

Fatty Acid Methyl Ester Analysis in Apicultural Products by GC×GC-MS

Ana Jano, Cristina Rodríguez-Delgado, Silvia Valverde, Jesús A. Tapia, Ana M. Ares, José Bernal

Analytical Chemistry Group (TESEA), I. U. CINQUIMA, Faculty of Sciences, University of Valladolid, 47011, Valladolid, Spain

The increasing recognition of the health properties of bee-derived products has driven a growing global demand for these foods. Alongside this expansion, however, fraudulent practices have become more frequent, particularly those related to incorrect labelling of botanical or geographical origin, factors deeply affecting the quality of the aforementioned. Because of this, the development of reliable analytical strategies to verify their authenticity is crucial. In this context, the present study focuses on the analysis of fatty acids, naturally occurring in these products. They are typically determined by gas chromatography (GC) after conversion into fatty acid methyl esters (FAMES), a derivatization step that improves their volatility. Comprehensive two-dimensional gas chromatography (GC×GC), especially when coupled to mass spectrometry (MS), has proven to be a valuable tool when structurally related compounds or positional isomers must be separated.

In this work, an existing chromatographic approach for FAME separation was adapted for the analysis of apicultural products using GC×GC-MS. Moreover, a sample preparation procedure was designed and optimized. Initially, several extraction solvents and derivatization alternatives were selected based on previously reported methodologies. A series of preliminary experiments was then conducted to assess different extraction solvents, temperatures, agitation strategies, and derivatization conditions, including reaction time, reagents, and reagent volumes. After this, the extraction stage was optimized using a Design of Experiments (DoE) methodology, considering factors such as extraction time and solvent volume. The final procedure was validated according to selectivity, limits of detection and quantification, linearity, matrix effects, trueness, and precision. The validated method was subsequently applied to the analysis of apicultural products collected from different regions of Spain.

Acknowledgments

This study is part of the action “PID2022–141679OR-C33”, funded by MICIU/AEI/750/10.13039/501100011033 and by FEDER, EU. Ana Jano would like to thank the University of Valladolid, the Junta de Castilla y León, Consejería de Educación and Fondo Social Europeo Plus (FSE+) for her predoctoral contracts.

P1-008

Desarrollo de un aptasorbente basado en algodón para la extracción selectiva de ocratoxina A

Raúl Mínguez-Peláez, Sandra Pous-Mestre, María Vergara-Barberán, José Manuel Herrero-Martínez, María Jesús Lerma-García

Grupo CLECEM, Departamento de Química Analítica, Universitat de València, Burjassot, Valencia (España)

La ocratoxina A (OTA) es una micotoxina frecuentemente presente en una amplia variedad de alimentos, cuya detección y preconcentración selectiva continúa representando un desafío analítico debido a la complejidad de las muestras y a la presencia de interferencias. En este contexto, el desarrollo de materiales sostenibles y altamente selectivos se presenta como una estrategia prometedora para mejorar los procedimientos de extracción y análisis de esta toxina. Por ello, en este trabajo se propone el desarrollo de un nuevo sorbente basado en algodón como soporte sólido, funcionalizado con un aptámero selectivo frente a OTA.

La estrategia se centra en la modificación química del algodón para introducir grupos funcionales reactivos en la superficie de las fibras, con el fin de generar un sustrato estable y químicamente activo adecuado para posteriores etapas de funcionalización. Posteriormente, se llevó a cabo la inmovilización covalente de un aptámero específico para OTA, garantizando una unión estable y orientada del bioreceptor. El material resultante se evaluó como sorbente para la extracción de OTA empleando disoluciones patrón del analito, con el fin de estudiar su capacidad de retención, la eficiencia de inmovilización del aptámero y las condiciones óptimas de elución. Los resultados obtenidos confirmaron la retención de OTA en el soporte funcionalizado, mientras que no se observó retención significativa en el algodón sin modificar. Como perspectiva futura, el material desarrollado se aplicará a la extracción de OTA en matrices alimentarias complejas, donde se espera reducir los efectos de matriz y facilitar la preconcentración selectiva de la toxina. En conjunto, este trabajo demuestra el potencial del algodón como plataforma sostenible innovadora para la inmovilización de biomoléculas, abriendo nuevas posibilidades para el desarrollo de materiales sostenibles y selectivos aplicados a la extracción de micotoxinas en alimentos.

Agradecimientos

Este estudio fue financiado por la Agencia Española de Investigación del Ministerio de Ciencia e Innovación (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) y por el “ERDF A way of making Europe” a través del proyecto PID2021-125459OB-I00. Este artículo se basa en el trabajo realizado en el Grupo Especializado de Preparación de Muestras de la Sociedad Española de Química Analítica (SEQA).

P1-009

Dispositivo impreso en 3D basado en partición con membrana biomimética para predecir *in vitro* el AUC de metoprolol en humanos

Paula Molina-Brotons, María Vergara-Barberán, Ernesto Francisco Simó-Alfonso, Enrique Javier Carrasco-Correa
Grupo CLECEM, Departamento de Química Analítica, Universitat de València, Burjassot, Valencia (España)

En las últimas décadas, las regulaciones farmacéuticas se han vuelto cada vez más estrictas, exigiendo metodologías capaces de comprender y predecir parámetros farmacocinéticos en humanos de forma rápida, económica y ética, sin recurrir a estudios *in vivo*. Entre estos parámetros, el área bajo la curva (AUC) de concentración plasmática frente al tiempo es esencial, ya que refleja cuantitativamente la exposición sistémica al fármaco. En este contexto, los sistemas biomiméticos *in vitro* han emergido como herramientas prometedoras, y su combinación con la impresión 3D ofrece nuevas oportunidades para el desarrollo de dispositivos capaces de reproducir interacciones funcionales de los tejidos biológicos.

En este trabajo se presenta un dispositivo 3D con membrana biomimética que permite la predicción *in vitro* del AUC mediante una estrategia de extracción basada en partición biomimética. El sistema se aplicó al metoprolol como fármaco modelo. El dispositivo se diseñó y posteriormente se fabricó mediante modelado por deposición fundida utilizando ácido poliláctico como soporte rígido y Lay-Fomm 40 como membrana. La superficie porosa del Lay-Fomm se modificó químicamente con fosfatidilcolina (PC) para emular la membrana intestinal, y se caracterizó mediante espectroscopía infrarroja, microscopía electrónica de barrido y cuantificación de PC mediante el método de Stewart. Se recopilieron datos bibliográficos de AUC en hombres y se establecieron condiciones experimentales para escalar al sistema biomimético empleando parámetros fisiológicos relevantes como el volumen yeyunal, el contenido de PC y la dosis administrada. Con estos datos, se desarrolló un modelo de regresión lineal múltiple para la predicción del AUC.

El modelo, basado en la relación de concentraciones de metoprolol dentro y fuera de la membrana normalizada respecto a la cantidad de PC anclada y al volumen yeyunal estimado para cada individuo, mostró una buena capacidad predictiva ($R^2 > 0,75$), con errores relativos moderados.

Este estudio demuestra que la combinación de extracción basada en partición biomimética con dispositivos impresos en 3D constituye una estrategia eficaz y robusta para la predicción *in vitro* de parámetros farmacocinéticos, abriendo nuevas posibilidades para el desarrollo de metodologías alternativas a los enfoques tradicionales *in vitro* e *in vivo*.

Agradecimientos: Este estudio fue financiado por la Agencia Española de Investigación del Ministerio de Ciencia e Innovación (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) y por el “ERDF A way of making Europe” a través del proyecto PID2021-125459OB-I00. P. M.-B. agradece a la Conselleria de Educación, Cultura y Universidades de la Generalitat Valenciana por el contrato CIACIF/2024/241.

P1-010

Desarrollo de un dispositivo de afinidad impreso en 3D para la determinación de nonilfenol en aguas ambientales

Miguel Ángel Martínez-Briones, Hugo Pérez-Martí, María Jesús Lerma-García, José Manuel Herrero-Martínez, María Vergara-Barberán

Grupo CLECEM, Departamento de Química Analítica, Universitat de València, Burjassot, Valencia (España)

La fabricación aditiva, o impresión 3D, se ha consolidado como una herramienta versátil para el desarrollo de dispositivos analíticos, ya que permite un control preciso de la geometría, la porosidad y el área superficial. Estas características facilitan la obtención de plataformas adaptadas a necesidades específicas en el tratamiento de muestra, incluyendo diseños modulares y superficies optimizadas que mejoran el contacto con distintos volúmenes de muestra. La incorporación de aptámeros a estos dispositivos permite dotarlos de capacidad de reconocimiento molecular, favoreciendo la interacción selectiva con los analitos de interés. Así pues, la combinación del diseño estructural proporcionado por la impresión 3D y la selectividad química de los aptámeros constituye una estrategia eficaz para el tratamiento de muestras ambientales, especialmente en la determinación de contaminantes emergentes, cuya presencia en el medio acuático es motivo de creciente preocupación. Entre estos contaminantes, el nonilfenol destaca por su carácter persistente, bioacumulativo y su clasificación como disruptor endocrino. Su presencia en aguas ambientales resulta preocupante, por lo que es necesaria su preconcentración selectiva antes de su determinación analítica.

En este contexto, el presente trabajo se centra en el desarrollo de un dispositivo de extracción impreso en 3D y funcionalizado con un aptámero selectivo de nonilfenol, para su aplicación en el análisis de aguas ambientales. Para ello, se diseñó y fabricó un dispositivo en polipropileno mediante impresión 3D, que posteriormente se modificó con un polímero monolítico con el fin de permitir la inmovilización del aptámero. Asimismo, se estudiaron y optimizaron distintos parámetros que afectan a los procesos de retención y elución del analito. Finalmente, el método de extracción desarrollado, se aplicó al análisis de muestras reales de aguas ambientales, demostrando su potencial para la determinación selectiva de este contaminante.

Agradecimientos

Este estudio fue financiado por la Agencia Española de Investigación del Ministerio de Ciencia e Innovación (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) y por el “ERDF A way of making Europe” a través del proyecto PID2021-125459OB-I00. Este artículo se basa en el trabajo realizado en el Grupo Especializado de Preparación de Muestras de la Sociedad Española de Química Analítica (SEQA).

P1-011

Desarrollo de un aptasensor colorimétrico basado en nanopartículas de oro para la detección selectiva de saxitoxina en productos del mar

Nicolás Morales-Cortínez, Paula Adame-Tormo, Héctor Martínez-Pérez-Cejuela, José Manuel Herrero-Martínez, María Vergara-Barberán, María Jesús Lerma-García

Grupo CLECEM, Departamento de Química Analítica, Universitat de València, Burjassot Valencia (España)

La saxitoxina (STX) es una potente neurotoxina marina producida por dinoflagelados y cianobacterias, responsable del síndrome de intoxicación paralítica por mariscos, el cual representa un riesgo significativo para la seguridad alimentaria y la salud pública a nivel mundial. Debido a su elevada toxicidad y a la frecuente acumulación en moluscos filtradores, resulta fundamental el desarrollo de métodos analíticos rápidos, sensibles y de bajo costo para su detección. En este contexto, los aptasensores han emergido como una alternativa prometedora para el análisis de toxinas marinas, debido a la alta afinidad y selectividad de los aptámeros, así como a su estabilidad química, facilidad de síntesis y versatilidad para su integración en diferentes plataformas de detección.

En este trabajo se desarrolló un aptasensor colorimétrico basado en nanopartículas de oro (AuNPs) funcionalizadas con un aptámero específico para saxitoxina. El mecanismo de detección se fundamenta en la agregación inducida de las AuNPs, que provoca un cambio visible de color del coloide, permitiendo una identificación rápida y sencilla del analito. Las AuNPs se sintetizaron mediante un método convencional y se caracterizaron para garantizar su estabilidad y uniformidad. Con el fin de optimizar la sensibilidad y reproducibilidad del aptasensor, se evaluaron parámetros clave como la concentración de AuNPs, la cantidad de aptámero, la fuerza iónica del medio y los tiempos de incubación y equilibrio. A continuación, el aptasensor desarrollado se aplicó con éxito al análisis de muestras de productos del mar, demostrando su potencial como herramienta rápida, sensible y específica para la monitorización de saxitoxina en este tipo de matrices.

Agradecimientos

Este estudio fue financiado por la Agencia Española de Investigación del Ministerio de Ciencia e Innovación (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) y por el “ERDF A way of making Europe” a través del proyecto PID2021-125459OB-I00. N.Morales-Cortínez agradece el contrato predoctoral dentro del programa Santiago Grisolia financiado por la Generalitat Valenciana (ref.CIGRIS/2024/221).

P1-012

Mezclas eutécticas magnéticas como fases extractantes en microextracción en fase líquida para el análisis elemental en aceites esenciales

Kevin Steven Marín-Henao, Sergio Abellán-Martín, Cristina Zapater, Miguel Ángel Aguirre, Lorena Vidal y Antonio Canals

Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología e Instituto Universitario de Materiales, Universidad de Alicante, (España)

La creciente demanda de métodos de microextracción más rápidos y eficientes ha impulsado un área de investigación con gran proyección. Bajo este enfoque, las propiedades únicas de los disolventes magnéticos, especialmente su comportamiento magnético, los posicionan como extractantes prometedores para el desarrollo de nuevas metodologías. Con el objetivo de avanzar en esta área de investigación, en el presente trabajo, se ha desarrollado un método rápido y sencillo para la determinación de Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, V y Zn en muestras de aceites esenciales a niveles de traza mediante espectrometría de emisión óptica con plasma de acoplamiento inductivo (ICP OES). En este método analítico, los analitos se preconcentran utilizando una mezcla eutéctica magnética (MEM) hidrofílica como extractante, mediante microextracción líquido-líquido dispersiva asistida por vórtex (VA-DLLME). La MEM utilizada está constituida por etilenglicol (EG) y CoCl_2 en relación molar 2:1 y se ha caracterizado mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC) y magnetometría, obteniendo su diagrama de fases y confirmando que la MEM presenta un comportamiento paramagnético, pudiendo separarse de la muestra con un campo magnético externo (i.e., imán de neodimio) sin necesidad de una etapa de centrifugación. La cantidad de muestra, el volumen de MEM y el tiempo de extracción se han optimizado mediante un enfoque multivariante en dos etapas: un diseño factorial completo seguido de un diseño central compuesto (CCD). Las condiciones óptimas obtenidas fueron 7,0 g de muestra diluida, 150 μL de MEM y 1 min de extracción. Bajo estas condiciones, se ha validado el método alcanzando una adecuada linealidad ($R^2 \geq 0,993$) dentro del intervalo de concentraciones estudiado (10-500 $\mu\text{g kg}^{-1}$), una apropiada repetibilidad ($\text{RSD} \leq 7 \%$), límites de detección satisfactorios entre 0,04 y 1,3 $\mu\text{g kg}^{-1}$ dependiendo del elemento y una aceptable veracidad (i.e., recuperaciones entre 91 y 107 %) mediante el análisis de un material de referencia certificado de matriz. Finalmente, se ha aplicado con éxito el método optimizado para analizar aceites esenciales de eucalipto, lavanda y árbol de té.

Agradecimientos

Los autores desean agradecer el apoyo económico recibido por la Generalitat Valenciana (CIPROM/2021/062, INVEST/2022/70) y por el Ministerio de Ciencia e Innovación de España (PID2021-126155OB-I00).

P1-013

Desarrollo de resinas funcionalizadas para la extracción de proteínas

Deneb Jiménez-González, Carmen Mezquita-Blanch, Miriam Beneito-Cambra, José Manuel Herrero-Martínez, Ernesto F. Simó-Alfonso

Grupo CLECEM, Departamento de química analítica, Universitat de València, Burjassot, Valencia (España)

Resumen

Este trabajo se desarrollaron soportes poliméricos mediante impresión 3D por estereolitografía enmascarada (MSLA) para la retención de proteínas. Para ello, se partió de una resina comercial tipo ABS-like, la cual fue modificada incorporando hasta un 40% de pentaeritritol tetrakis(3-mercaptopropionato) (PETMP), como fuente de grupos tiol, y un 5% de trimetilolpropano triacrilato (TRIM), como agente reticulante. La fabricación aditiva permitió producir piezas con elevada precisión geométrica y alta reproducibilidad, lo que demuestra su potencial como una plataforma versátil para estudios de biointeracción. En consecuencia, se obtuvieron estructuras con superficies funcionales, aptas para ser modificadas posteriormente gracias a la presencia de grupos azufrados. A continuación, se inmovilizaron nanopartículas de oro (AuNPs) mediante interacciones de tipo Au-S sobre la superficie de las piezas impresas, con el objetivo de potenciar las interacciones biomoleculares. La caracterización por microscopía electrónica de barrido mostró que la formulación seleccionada, entre las diferentes estudiadas, favoreció un mayor anclaje de AuNPs, con una distribución más homogénea y sin agregados apreciables de nanopartículas. A continuación, la capacidad de retención proteica de los soportes se evaluó empleando albúmina sérica bovina como proteína modelo. Los ensayos de Bradford mostraron una retención significativamente superior en los materiales funcionalizados con AuNPs frente a los no modificados.

En conjunto, estos hallazgos ponen de manifiesto el potencial de la impresión 3D basada en MSLA para el desarrollo de soportes funcionales y ajustables, con aplicaciones en biotecnología.

Agradecimientos

Agradecimientos: Este estudio fue financiado por la Agencia Española de Investigación del Ministerio de Ciencia e Innovación (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) y por el "ERDF A way of making Europe" a través del proyecto PID2021-125459OB-I00. Este artículo se basa en el trabajo realizado en el Grupo Especializado de Preparación de Muestras de la Sociedad Española de Química Analítica (SEQA).

P1-014

Plataformas sostenibles impresas en 3D modificadas con MOFs para preparación de muestra y retención de antibióticos macrólidos en aguas

Alejandro Gil-Aparicio^a, Enrique Javier Carrasco-Correa^a, José Manuel Herrero-Martínez^a

^aGrupo CLECEM, Departamento de Química Analítica, Universitat de València, Burjassot, Valencia (España)

La contaminación del agua por contaminantes emergentes, como los antibióticos macrólidos, representa un desafío creciente tanto desde el punto de vista medioambiental como analítico, debido a la necesidad de desarrollar metodologías sensibles y sostenibles para su monitorización. Estos compuestos persistentes penetran en los sistemas acuáticos, representando una amenaza para los ecosistemas y favoreciendo la resistencia antimicrobiana. Por lo tanto, resulta clave desarrollar estrategias eficaces de retención y preconcentración de estos compuestos en matrices medioambientales. En este contexto, el uso de la impresión 3D combinado con materiales sostenibles representa una alternativa versátil para este propósito. Dicha tecnología permite la fabricación de estructuras diseñadas a medida con geometrías optimizadas que puedan mejorar la eficiencia de adsorción. Sin embargo, los soportes 3D suelen presentar limitaciones inherentes, como baja área superficial, porosidad limitada y, escasa afinidad hacia los analitos, lo que reduce su rendimiento en procesos de adsorción. Por ello, la incorporación de redes metal-orgánicas (MOFs) empleando rutas de síntesis verdes ofrece una solución prometedora, ya que permite el desarrollo de soportes sostenibles con alta capacidad de adsorción. En este estudio, se han desarrollado filtros sostenibles impresos en 3D para la retención de macrólidos mediante modelado por deposición fundida, utilizando filamentos termoplásticos basados en ácido poliláctico con residuos de huesos de aceituna, y posteriormente funcionalizados con MOFs. Tras estudios preliminares de retención de macrólidos con distintos MOFs, se seleccionó ZIF-8 como el material más adecuado. Previamente, los soportes impresos fueron funcionalizados para generar grupos reactivos que favorecieran su inmovilización. A continuación, se estudió la influencia del diseño del filtro (anchura de los canales internos) sobre la eficiencia de retención. Los dispositivos con mejores prestaciones se caracterizaron, y el proceso de retención fue optimizado. Además, los filtros demostraron una buena reutilización a lo largo de varios ciclos, lo que respalda su viabilidad operativa. Finalmente, estos dispositivos se aplicaron en el tratamiento y análisis de muestras de aguas.

Agradecimientos: Este estudio fue financiado por la Agencia Española de Investigación del Ministerio de Ciencia e Innovación (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) y por el “ERDF A way of making Europe” a través del proyecto PID2021-125459OB-I00. Este artículo se basa en el trabajo realizado en el Grupo Especializado de Preparación de Muestras de la Sociedad Española de Química Analítica (SEQA). A. Gil Aparicio agradece a la Universidad de Valencia la concesión de un contrato predoctoral del programa “Atracció de Talent” (AT-23, código 404).

P1-015

Low-cost nanozyme-based sensing of sulfonamide antibiotics using a paper-based microfluidic device

José Gonzalvo Natek, Ernesto Francisco Simó-Alfonso, Héctor Martínez Pérez-Cejuela; José Manuel Herrero Martínez.

CLECEM group, Analytical Chemistry Department, University of Valencia, 46100, Burjassot, Valencia, (Spain)

Antibiotics are essential for the treatment of bacterial infections, which have represented a major threat to human health throughout history. Their widespread production in modern society makes rigorous quality control equally indispensable. However, current quality control methods are typically based on chromatographic techniques, which require expensive equipment and specialized personnel. In this work, a rapid, simple, and low-cost method is proposed for the determination of sulfonamides in commercial formulations. These compounds are among the earliest synthetic antibiotics and are still used today to treat various bacterial infections. They act by inhibiting folic acid biosynthesis, thereby preventing bacterial growth, but these compounds also inhibit the esterase activity of the human carbonic anhydrase II enzyme (hCA-II) [1]. In this context, ZIF-8 is a metal-organic framework (MOF) composed of Zn(II) ions and 2-methylimidazole linkers that mimics the enzymatic activity of hCA-II, and can therefore act as a nanozyme [2]. ZIF-8 catalyzes the hydrolysis of p-nitrophenyl acetate (pNPA) into p-nitrophenol, giving an intense yellow color. This catalytic reaction is inhibited in the presence of sulfonamides, resulting in a decrease in color intensity. Based on this inhibition mechanism, a low-cost paper-based microfluidic sensor was developed by depositing ZIF-8 onto an array of small paper pads incorporated in a hydrophobic plastic sheet. This configuration enables the detection of sulfonamides using microliter volumes of samples and reagents. The colorimetric response was recorded by digital imaging (using a smartphone) and processed using ImageJ to obtain pseudo-absorbance values for quantitative analysis. Key experimental parameters, including ZIF-8 and pNPA loading, device configuration, sample volume, and reaction time were systematically optimized. The method was validated and successfully applied to the analysis of commercial formulations, demonstrating reliable analytical performance. Overall, the proposed platform provides a rapid, simple, and cost-effective analytical strategy for in-situ analysis, with minimal reagent consumption, in line with current trends toward sustainable and decentralized analysis.

Acknowledgements

This study was funded by the Spanish State Research Agency of the Ministry of Science and Innovation (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) and by “ERDF A way of making Europe” through project PID2021-125459OB-I00.

References

1. Iyer et al. (2006). *SLAS Discovery*, 11, 782.
2. Chen et al. (2019). *Nanoscale*, 13, 5960.

P1-016

Metal-Tagged Antibody Imaging and Mass Cytometry Reveal Differential Platinum Distribution in 3D Tumor Multicellular Spheroids Treated with Cisplatin and Pt(IV)-Loaded Iron Oxide Nanoparticles

Carlos López-Portugués^{a,b}, Kristina Mervi^c, Martin Šala^c, Paula Díez^{b,d*}, María Montes-Bayón^{a,b*}

^aUniversity of Oviedo, Department of Physical and Analytical Chemistry, Oviedo (Spain)

^bHealth Research Institute of Asturias, ISPA, Oviedo (Spain)

^cNational Institute of Chemistry, Analytical Chemistry Department, Ljubljana (Slovenia)

^dUniversity of Oviedo, Department of Functional Biology (immunology area), Oviedo (Spain)

* Both authors share last co-authorship

Three-dimensional (3D) tumor spheroids better resemble in vivo tumor architecture, cell–cell interactions, and drug incorporation gradients than conventional 2D cultures. In this work, multicellular spheroids were generated by combining tumoral cells (ovarian carcinoma, A2780), T lymphocytes (Jurkat), and monoblast-derived macrophages (THP-1 cells differentiated with 200 mM PMA). These spheroids were then used to evaluate platinum distribution in two formats (i.e., free cisplatin, cisPt; or iron oxide nanoparticles functionalized with a Pt(IV) prodrug, IONPs-Pt(IV)) across the three cell types screened. Laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry (LA-ICP-MS) and mass cytometry (CyTOF) strategies were applied in this screening.

Triplicates of spheroids were cultured under low-adhesion conditions and treated with 20 μ M cisPt or IONPs-Pt(IV) for 3h. Intact spheroids were analyzed by LA-ICP-MS to obtain spatially resolved maps of platinum and iron. As for phenotyping, CD3-¹⁷⁰Er, CD326-¹⁴²Nd, and CD45-¹⁵⁴Sm metal-tagged antibodies were used for identification of T lymphocytes, ovarian cancer cells and macrophages, respectively. For single-cell analysis, spheroids were enzymatically disaggregated and analyzed by CyTOF XT using the same antibody panel.

LA-ICP-MS imaging revealed treatment- and cell line-dependent platinum distribution patterns. CisPt showed a more homogeneous penetration profile, whereas IONPs-Pt(IV) exhibited localized platinum signals co-distributed with iron, consistent with nanoparticle-mediated delivery. Metal-tagged antibodies allowed spatial discrimination of epithelial (CD326⁺) and hematopoietic (CD3⁺, CD45⁺) populations within spheroids. CyTOF confirmed differential platinum uptake across phenotypically distinct cell subsets and revealed treatment-associated changes in cellular composition and viability.

Overall, the combined use of LA-ICP-MS and CyTOF provides complementary spatial and single-cell quantitative information on platinum drug distribution and tumor heterogeneity in 3D spheroid models, offering a powerful platform for evaluating nanoparticle-based platinum prodrugs.

P1-017

Influence of individual variability factors in modulating childhood obesity pathophysiology: Metabolomics insights toward the implementation of precision medicine approaches

Álvaro González-Domínguez ^a, Lucía Jurado-Sumariva ^a, Rikard Landberg ^b, Raúl González-Domínguez ^a

^a Instituto de Investigación e Innovación Biomédica de Cádiz (INiBICA), Hospital Universitario Puerta del Mar, Universidad de Cádiz. 11009 Cádiz, Spain.

^b Division of Food and Nutrition Science, Department of Life Sciences, Chalmers University of Technology. SE-412 96 Gothenburg, Sweden.

Metabolomics provides thorough phenotypic readouts by comprehensively examining intricate metabolic interactions at molecular level in the crosstalk between endogenous, exposome, and microbial determinants, so it is not surprising its widespread application with the aim of unraveling the pathophysiology of complex and multifactorial disorders such as childhood obesity. However, findings published on this topic are rather inconsistent, or even contradictory, which limits the reliability of metabolomics-based biomarkers. In this framework, we have explored the often-overlooked importance of individual variability in modulating the susceptibility of disease development. Concomitance of insulin resistance (IR) emerged as one of the strongest risk factors, exacerbating many typical obesity-driven impairments in energy homeostasis, oxidative stress, and cholesterol metabolism, among others. Sex stratified analyses evidenced that mid-aged boys exhibit a more unfavorable metabolic profile in terms of raised IR, which was paralleled by sexually dimorphic steroid production and male-specific alterations in many metabolic pathways aforementioned. Similarly, parental obesity also predisposed the offspring to develop IR and downstream metabolic complications. Altogether, our findings highlight the great impact of individual variability on differentially modulating obesity pathophysiology, with particular focus on the potential mediating role of IR. This could be behind the reproducibility crisis commonly reported in metabolomics literature, thus emphasizing the crucial need of moving toward precision medicine approaches.

Acknowledgments

This research has been funded by Instituto de Salud Carlos III (CP21/00120, PI22/01899, RD24/0013/0020) and Ministerio de Educación (CAS22/00080).

P1-018

Metabolomics investigation of the deleterious consequences of prenatal alcohol exposure in subjects with fetal alcohol syndrome

Mario Candón-Velázquez^a, Vicente Andreu-Fernández^b, Rikard Landberg^c, Óscar García-Algar^b, Raúl González-Domínguez^a

^a Instituto de Investigación e Innovación Biomédica de Cádiz (INiBICA), Hospital Universitario Puerta del Mar, Universidad de Cádiz. 11009 Cádiz, Spain.

^b Instituto de Investigaciones Biomédicas August Pi i Sunyer (IDIBAPS), Hospital Clínic de Barcelona. 08036 Barcelona, Spain.

^c Division of Food and Nutrition Science, Department of Life Sciences, Chalmers University of Technology. SE-412 96 Gothenburg, Sweden.

Prenatal alcohol exposure is associated with a series of physical (cranial malformations, growth deficits, abnormal brain development) and neurological (cognitive and behavioral disorders) alterations, which altogether constitute the characteristic phenotype of the fetal alcohol syndrome. However, the pathophysiology of this condition is poorly understood, which poses considerable difficulties on its diagnosis because of the lack of sensitive and specific biomarkers. Herein, we propose the application of state-of-the-art metabolomics approaches with the aim of getting deeper insights into the specific molecular mechanisms behind this complex disease. For this purpose, we enrolled a cohort of young individuals (6-25 years, adopted from Eastern European countries), comprising both patients affected by fetal alcohol syndrome and healthy controls, from whom serum samples were collected for subsequent UHPLC-HRMS untargeted analysis. The teratogenic effects of alcohol were mirrored in profound disruptions in a multitude of central metabolic pathways (e.g., energy homeostasis, lipid metabolism, oxidative stress), which could be responsible for the clinical manifestations of this disorder. These findings open the door to define novel diagnostic biomarkers and therapeutic targets for more efficient clinical management of fetal alcohol syndrome and related complications.

Acknowledgments

This research has been funded by Instituto de Salud Carlos III (CP21/00120, MV25/00037, RD24/0013/0020).

Evaluación de una fuente comercial de ionización secundaria por electrospray para cromatografía de gases (GC-SESI-HRMS)

Diego García-Gómez^a, Ana María Casas-Ferreira^a, Miguel del Nogal Sánchez^a, Guillermo Vidal-de-Miguel^b

^aUniversidad de Salamanca. Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología, Plaza de los Caídos s/n, 37008 Salamanca (España)

^bFIT Fossiliontech, Office 2-09, M3, PCS; 37185, Villamayor, Salamanca (España)

La cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS) constituye una herramienta fundamental para la determinación de compuestos volátiles y semivolátiles. Tradicionalmente, el método de ionización más ampliamente utilizado ha sido la ionización electrónica (EI), que facilita la identificación de compuestos mediante bibliotecas espectrales al generar “huellas” moleculares reproducibles. Sin embargo, la EI presenta limitaciones significativas, entre las que destacan la fragmentación excesiva, que a menudo conduce a la pérdida del ion molecular, y la estricta necesidad de condiciones de alto vacío. Para mitigar estos inconvenientes, se han propuesto diversas alternativas de ionización “suave”, como la ionización de campo (FI), la ionización química (CI) y la EI en frío (*cold*-EI). Aunque la CI es la alternativa más consolidada, generalmente requiere alto vacío y suele presentar una baja eficiencia de ionización.

En este contexto, las técnicas de ionización a presión atmosférica (API) han emergido como un avance significativo, al permitir el acoplamiento de la GC con espectrómetros de masas de alta resolución originalmente diseñados para cromatografía líquida. A pesar de sus ventajas —como la preservación del ion cuasi-molecular y la mejora en la selección de iones precursores en espectrometría de masas en tándem— su adopción rutinaria se ha visto limitada por la escasa disponibilidad comercial, estando mayoritariamente restringida a la ionización química a presión atmosférica (APCI) y la fotoionización a presión atmosférica (APPI).

La ionización secundaria por electrospray (SESI) es una prometedora técnica de ionización suave en la que un nanoelectrospray genera agentes de carga que colisionan con los vapores del analito directamente en fase gaseosa. Aunque SESI se ha aplicado con éxito como técnica de espectrometría de masas ambiental durante los últimos 25 años, su uso como interfaz en GC ha estado limitado por un obstáculo importante: todos los estudios previos de GC-SESI han dependido de configuraciones experimentales “*home-made*”. Estos sistemas, si bien han demostrado el potencial de la técnica, carecen de la estandarización y reproducibilidad necesarias para su implementación generalizada en laboratorios analíticos.

La principal aportación de este trabajo es la evaluación de una fuente SUPER SESI-X comercial acoplada a un espectrómetro de masas Orbitrap Exploris 120. Mediante el uso de una configuración comercial estandarizada, se presenta un sistema de detección robusto y accesible para GC-MS, superando las limitaciones de los montajes “*home-made*” previos. Este estudio valida la viabilidad del acoplamiento tanto en modo de ionización positivo como negativo, empleando aldehídos, ésteres, amidas, trihalometanos y ácidos carboxílicos como analitos modelo.

P1-020

Avances en la caracterización del exposoma humano: un enfoque SUPRAS-LC-QTOF-MS para el análisis en suero

Cristina de Dios-Pérez^a, Ana Ballesteros Gómez^a, Soledad Rubio^a

^aDepartamento de Química Analítica, Instituto de Química para la Energía y el Medioambiente, Universidad de Córdoba, 14071 Córdoba (España).

La posible implicación de los contaminantes ambientales en los trastornos mentales aún no está completamente establecida, aunque cada vez existe más evidencia epidemiológica y estudios de relaciones causa-efecto que apuntan a su influencia en procesos del neurodesarrollo y psiquiátricos. En este contexto, la caracterización del exposoma químico interno humano requiere herramientas analíticas capaces de abarcar un amplio intervalo de compuestos en matrices biológicas complejas. En este trabajo se presenta un método de microextracción basado en disolventes supramoleculares (SUPRAS), acoplado a cromatografía líquida con espectrometría de masas de alta resolución (LC-QTOF-MS), para el análisis multiclase de xenobióticos en suero humano. El procedimiento combina en una única etapa la precipitación de proteínas asistida por tetrahidrofurano (THF) y la formación del SUPRAS de agregados inversos de 1-hexanol en una única etapa, lo que permite simplificar significativamente la preparación de muestra, reducir el consumo de disolvente (400 μ L por muestra) y limitar la manipulación a un sencillo paso de mezcla y centrifugación. Tras la optimización de la composición del SUPRAS y del volumen de muestra, se obtuvieron recuperaciones entre el 70% y el 120% para la mayoría de los compuestos, cubriendo un amplio intervalo de polaridad ($\log P$ -2,4 a 7), con efectos de matriz controlados y sin necesidad de etapas adicionales de limpieza.

El enfoque analítico integra determinación cuantitativa con estrategias de cribado dirigido y no dirigido, lo que permite maximizar la cobertura del espacio químico detectable. La metodología se aplicó a un estudio piloto con 20 muestras de suero humano procedentes de individuos con trastornos mentales y de población control. Los resultados preliminares evidenciaron diferencias en los perfiles del exposoma interno entre ambos grupos, destacando una mayor presencia y concentraciones más elevadas de bisfenoles en la cohorte psiquiátrica. En conjunto, el método propuesto constituye una alternativa sencilla, eficiente y sostenible para el análisis multiclase de xenobióticos en matrices biológicas, con potencial para estudios de exposoma a gran escala y para profundizar en el papel de las exposiciones ambientales en la salud mental.

Palabras clave: Disolventes Supramoleculares; Espectrometría de masas de alta resolución; Suero; Salud mental; Contaminantes; Exposoma

Agradecimientos: Los autores agradecen la financiación concedida al proyecto PID 2023-149488OB-I00 por MCIU/AEI/10.13039/501100011033/ FEDER, UE

P1-021

Green Analytical Strategy for the Valorization of Agri-Food Wastes: Olive Leaves as a Case Study

Aina Mir-Cerdà^{a,b}, Mercè Granados^{a,b}, Javier Saurina^{a,b}, Sònia Sentellas^{a,b,c}

^a Department of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, Universitat de Barcelona, E08028 Barcelona, (Spain)

^b Research Institute in Food Nutrition and Food Safety (INSA-UB), Universitat de Barcelona, E08921 Santa Coloma de Gramenet, (Spain)

^c Serra Hùnter Fellow, Generalitat de Catalunya, (Spain)

The agri-food industry generates large amounts of waste that still contain valuable bioactive compounds, offering opportunities for their recovery and reintegration into the production chain within a circular economy framework. Among these residues, olive leaves (*Olea europaea* L.), a major by-product of the olive oil industry, constitute an abundant source of phenolic compounds with documented antioxidant and antimicrobial properties. This work presents an integrated green analytical methodology encompassing the optimization of Natural Deep Eutectic Solvent (NaDES)-based extraction, the extract purification, a comprehensive characterization, and downstream application of olive leaf phenolic compounds.

Different choline chloride-based NaDES formulations were evaluated through experimental design, assessing the influence of solvent molar ratio, water content, temperature, and extraction time on phenolic recovery. The optimized conditions (choline chloride: glycerol, 1:5 molar ratio, 30% water, 80 °C, 2 h) were applied using solid-liquid extraction with magnetic stirring [1]. Extracts were characterized by HPLC-UV for quantification and HPLC-HRMS/MS for structural elucidation, enabling the identification of over 65 phenolic compounds, including secoiridoids, flavonoid glycosides, hydroxycinnamic acid derivatives, and simple phenols [2]. Antioxidant capacity was additionally assessed by FRAP and DPPH assays, confirming the high bioactive potential of the extracts.

To improve extract quality, a purification strategy based on two non-functionalized polymeric resins was developed: styrene-divinylbenzene PuroSorb PAD900 and hypercrosslinked polystyrene Macronet MN202 (Purolite). Sorption and desorption conditions were systematically optimized, evaluating sorbent-to-extract ratio, contact time, and eluent composition. The optimized conditions (1 g resin per 5 mL diluted extract, pH 5.3, 60 min sorption; ethanol/water 70:30, 30 min desorption) revealed complementary selectivity between both resins: PAD900 preferentially retained larger flavonoid glycosides through hydrophobic and π - π interactions, while MN202 was particularly suited to retain 3-hydroxytyrosol [3].

Among the potential applications of these extracts, their direct incorporation into active food packaging was explored. The compatibility of NaDES with hydrophilic biopolymers allowed the direct incorporation of the extracts into sodium alginate/cellulose nanofiber (CNF) films by solution casting, without requiring prior purification. The resulting films were characterized by SEM, FTIR, mechanical testing, TGA, release studies, and antimicrobial activity.

Overall, this work presents, using olive leaves as case study, a versatile analytical framework based on NaDES green extraction that, combined with resin purification and direct incorporation into biopolymer films, enables the conversion of agri-food residues into value-added functional materials, contributing to circular economy objectives in the food sector.

References

- [1] Mir-Cerdà et al. (2023). *Antioxidants*, 12, 995.
- [2] Mir-Cerdà et al. (2024). *Food Chem.*, 456, 140042.
- [3] Mir-Cerdà et al. (2024). *LWT - Food Sci. Technol.*, 207, 116632.

P1-022

Hacia la determinación rápida de malondialdehído en orina: un método precolumna HILIC–MS/MS eficiente y selectivo

Encarnación Rodríguez-Gonzalo^a, Carla Iglesias-Martín^a, Ana María Casas-Ferreira^a, Diego García-Gómez^a, José Luis Pérez Pavón^a

^aUniversidad de Salamanca. Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología, Plaza de los Caídos s/n, 37008 Salamanca (España)

Durante el metabolismo aeróbico, los sistemas prooxidantes y antioxidantes se mantienen en equilibrio, conservando un estado estable y seguro para la célula. Sin embargo, un aumento en la tasa de generación de especies reactivas provoca la pérdida de este equilibrio, lo que conduce a condiciones de estrés oxidativo. Esto implica un incremento en el daño oxidativo a las estructuras celulares y un mal funcionamiento de los procesos celulares. Los lípidos son especialmente susceptibles al daño oxidativo, generando compuestos de cadena corta como aldehídos, alcanos y alquenos.

El malondialdehído (MDA) es uno de los productos secundarios más estudiados de la oxidación lipídica y se emplea como biomarcador de diversas enfermedades humanas. Los métodos convencionales propuestos para su determinación se basan en un análisis espectrofotométrico que evalúa la absorbancia o fluorescencia de los aductos formados con otras moléculas, como el ácido tiobarbitúrico (TBA). Sin embargo, estos métodos a menudo conducen a una sobreestimación en la cuantificación de MDA, ya que el TBA no es específico. Otras metodologías utilizan moléculas más selectivas o utilizan cromatografía líquida de alta resolución previa a la cuantificación para separar los aductos de MDA de otros aductos.

En este trabajo se propone el acoplamiento de una precolumna HILIC XBridge® Glycan BEH Amide (2,1 x 10 mm, 3,5 µm) a un espectrómetro de masas de triple cuadrupolo para llevar a cabo la determinación rápida y fiable de MDA en orina. En este caso, no es necesaria la derivatización previa del analito, siendo el tiempo de análisis de 1 minuto. El tratamiento de muestra empleado es muy sencillo, basado en la hidrólisis y simple dilución de la muestra. Los resultados obtenidos fueron altamente satisfactorios, demostrando la validez de la metodología propuesta para la determinación de MDA en orina.

Financiación: PID2021-127679NB-I00.

P1-023

Caracterización de nanoframbuesas multimetálicas (Au-Pt) mediante estrategias combinadas de espectrometría de masas y microscopía.

Miguel Gómez Sánchez^{a,b}, Sara González-Morales^{a,b}, Diego Alvarez-Rafael^a, David Valero-Calvo^{a,c}, Alaa Adawy^d, Alfredo de la Escosura-Muñoz^{a,c}, Jörg Bettmer^{a,b}, María Montes-Bayón^{a,b}

^a Departamento de Química-Física y Analítica, Universidad de Oviedo, España.

^b Instituto de Investigación Sanitaria del Principado de Asturias, Hospital Universitario Central de Asturias, España.

^c Instituto Universitario de Biotecnología de Asturias, Universidad de Oviedo, España.

^d Departamento de Física y Microscopía Electrónica, Universidad de Oviedo, España.

En la actualidad, se observa un crecimiento de la investigación en nanotecnología para aplicaciones biomédicas debido a las propiedades únicas de las nanopartículas. Sus reducidas dimensiones modifican significativamente las propiedades estructurales, ópticas, mecánicas y eléctricas de estos materiales, y al poseer tamaños similares a los de las biomoléculas, pueden atravesar la bicapa lipídica celular, permitiendo su uso como agentes de imagen, sistemas de administración de fármacos o radio-sensibilizadores en terapia de protones, radiación y fototerapia. El presente estudio tiene como objetivo integrar el campo reciente de las nanopartículas multimetálicas de platino y oro (Pt/Au) para la nanomedicina, enfatizando su potencial para una conversión fototérmica optimizada y la evaluación de su estabilidad intracelular.

La primera etapa consiste en la caracterización del nanomaterial multicapa compuesto por un núcleo de oro decorado con nanopartículas de platino en su superficie, formando una estructura de nanoframbuesa sintetizado de acuerdo con la literatura (1). Se desarrollaron estrategias multi-instrumentales para la caracterización completa del nanomaterial utilizando técnicas de espectrometría de masas y de microscopía. En el primer caso, se empleó la espectrometría de masas con fuente de plasma acoplada inductivamente tanto para partículas individuales como acoplado a cromatografía líquida y la citometría de masas para elucidar evaluar distribuciones de tamaño, concentración y composición elemental individual. Paralelamente, la microscopía electrónica de transmisión de alta resolución acoplada a espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (HRTEM-EDX) posibilitó visualizar la arquitectura y confirmó el tamaño teórico proporcionado por la espectrometría de masas (18-25 nm), así como la distribución espacial del platino sobre el núcleo de oro.

Estos resultados demuestran que el uso combinado de técnicas avanzadas de espectrometría de masas, microscopía y espectroscopía es crucial para la caracterización fiable de nanoestructuras complejas multimetálicas.

Referencias

1. Xie, W. et al. (2011). *J. Am. Chem. Soc.*, 133(48), 19302.

Agradecimientos

MGS agradece a Thermo Fisher Scientific por el apoyo instrumental y al Gobierno de Asturias (SEK-25-GRU-GIC-24-061) por el apoyo financiero.

P1-024

UHPLC-MS/MS coupled with chemometrics for amino acid enantiomer analysis in honey: Applications in authentication and traceability.

Kemi F. Oriade, Carla Martín, Jesús A. Tapia, Silvia Valverde, José Bernal, Ana. M. Ares

Analytical Chemistry Group (TESEA), I. U. CINQUIMA, Faculty of Sciences, University of Valladolid, 47011, Valladolid, Spain

E-mail: kemifunmi.oriade23@uva.es.

A UHPLC-MS/MS method coupled with chemometric analysis was developed for the analysis of amino acid enantiomers in honey and bee pollen as markers of authenticity and traceability in quality control. The method separated 19 pairs of enantiomers, including both proteogenic and non-proteogenic amino acids. A simple sample preparation approach based on liquid-liquid extraction (LLE) and solid-liquid extraction (SLE) was combined with a chiral stationary phase. The method was validated by assessing sensitivity (LOD/LOQ ranging from 0.002 to 11.3 mg/kg), accuracy (recoveries between 81 and 116%), and matrix effects, which were negligible. The method was applied to 15 honey samples and 13 bee pollen samples from different botanical and geographical origins. Both L- and D-amino acid enantiomers were detected in all samples. The presence of D-enantiomers may be associated with microbial activity and/or the original nectar composition prior to honey formation. Variability among samples was evaluated using Principal Component Analysis (PCA) and Canonical Analysis. Lower classification accuracy was observed for geographical origin compared to botanical origin. Enantiomeric amino acid profiles provide stronger discrimination based on floral sources. Classification of samples according to both botanical and geographical origin was achieved. Furthermore, the method shows high sensitivity, efficiency, reduced sample consumption, and partial automation, in agreement with the principles of Green Analytical Chemistry.

Acknowledgements: This research is part of the action "PID2022-141679OR-C33", funded by MICIU/AEI /10.13039/501100011033 and by FEDER, EU. **Kemi F. Oriade** thanks the University of Valladolid for her PhD contract.

P1-025

Occurrence of arsenosugars in edible algae using HPLC-ICP-MS and UHPLC-HRMS

Dolores Barrón^{a,c}, Alba Morales-Rodríguez^{a,b,c}, Àngels Sahuquillo^{b,d}, José Fermín López-Sánchez^{b,d}, Encarnación Moyano^{b,d}

^a Dep. Nutrició, Ciències de l'Alimentació i Gastronomia, Campus de l'Alimentació de Torribera, Universitat de Barcelona, Barcelona, Spain

^b Departament de Nutrició, Ciències de l'Alimentació i Gastronomia, Campus de l'Alimentació de Torribera, Universitat de Barcelona, Barcelona, Spain

^c Institut de Recerca en Nutrició i Seguretat Alimentària (INSA-UB, CEX2021-001234-M), Universitat de Barcelona, Spain

^d Institut de Recerca de l'Aigua. Universitat de Barcelona (IdRA-UB), Barcelona, Spain

Arsenosugars, organically bound arsenic compounds derived from ribose, are receiving growing attention. These compounds are the predominant arsenic species in algae, a food that is increasingly being incorporated into the human diet due to their nutritional value. Although As-Sugars are not considered acutely toxic, concerns have emerged regarding their potential for mild chronic toxicity. This has heightened the need for accurate exposure assessment, particularly in populations with high dietary intake of algae.

In this study the use of UHPLC-ESI-HRMS for the identification and structural characterization of the main As-sugars present in algae (Gly-Sug, PO₄-Sug, SO₃-Sug, and SO₄-Sug) is proposed as a complementary approach to quantitative analysis by HPLC-ICP-MS, providing structural insight into arsenosugar species.

Twelve samples representing various algae species (six brown, one red, and five green) were analysed. All samples were analyzed in triplicate, and the resulting extracts were quantified using HPLC-ICP-MS (anionic and cationic exchange). Subsequent identification and characterization were performed using both UHPLC-Q-Orbitrap and UHPLC-IMS-Q-TOF systems. The UHPLC-HRMS method used in this study enabled the identification and structural characterization of As-Sugars in algae. All-Ion Fragmentation (AIF) spectra acquired with the UHPLC-IMS-Q-TOF system revealed consistent and diagnostic fragmentation patterns, supporting reliable identification.

For UHPLC-Q-Orbitrap and UHPLC-IMS-Q-TOF, response factors were estimated by correlating HPLC-ESI-HRMS peak areas with concentrations determined independently by HPLC-ICP-MS. Large variability in response factors across algae samples indicates strong ESI-MS matrix effects, highlighting the need for matrix-matched calibration or standard addition for reliable quantitation by HPLC-ESI-HRMS. While HRMS proved highly effective for qualitative analysis, significant matrix effects limited its suitability for accurate quantification. These results highlight HRMS as a powerful complementary technique to HPLC-ICP-MS, which remains essential for reliable quantitation in complex biological matrices.

Acknowledgements: Projects PID2021-122743NB-I00 (MICIU/AEI/10.13039/501100011033; Spanish Ministry for Science, Innovation and Universities) and EQC2019-005533-P (Spanish Ministry for Science and Innovation).

P1-026

Assessing four strategies for the isolation of anionic arsenosugars extracted from algae

José Fermín López-Sánchez^{a,c}, Alba Morales-Rodríguez^{a,b,d}, Àngels Sahuquillo^{a,c}, Dolores Barrón^{b,d},

^aDep. Enginyeria Química i Química Analítica, Universitat de Barcelona

^bDep. Nutrició, Ciències de l'Alimentació i Gastronomia, Campus de l'Alimentació de Torribera, Universitat de Barcelona

^cInstitut de Recerca de l'Aigua. Universitat de Barcelona (IdRA-UB)

^dInstitut de Recerca en Nutrició i Seguretat Alimentària. Universitat de Barcelona (INSA-UB, Recognized as a Maria de Maeztu Unit of Excellence grant (CEX2021-001234-M)

Arsenosugars, ribose derivatives of arsenic, are becoming more significant because of their predominance in algae and the increasing incorporation of such vegetal products into the diet. Although these compounds do not appear to be acutely toxic, they have potential for mild chronic toxicity. Therefore, given the increasing consumption of algae, assessment of arsenosugars exposure becomes a need. The analysis of these compounds is hampered by their similar physical and chemical properties and the difficulty to obtain the calibration standards needed for their unambiguous identification and quantification.

Four approaches have been assessed in our research group to achieve the isolation of arsenosugars, the first based on the use of high-resolution preparative chromatography (Hamilton PRP-X100 column using a mobile phase containing ammonium formate, the second based on solid-phase extraction (anion exchange cartridges), the third based on the dispersive solid-phase extraction (anion exchange and HILIC sorbents) and the last one based on countercurrent chromatography in centrifugal partition mode (CPC, using the 1-BuOH/EtOH/sat.(NH₄)₂SO₄/water solvent system,).

The results obtained show that it is possible to isolate anionic arsenosugars using the proposed techniques, although further improvements are still required. Among the four approaches tested, preparative HPLC yields the best compound purity (better than 99% in all cases) but the isolated fractions present a low concentration. These strategies may be considered the first steps toward achieving the analytical standards for arsenosugars that are demanded in the literature from different research fields, such as toxicology, environment, and food sciences.

References

- Y. Yu, A. Vivó-Navarro, A. Sahuquillo, G. Zhou, J.F. López-Sánchez (2020). J. Chromatogr. A, 1609, 460459.
- Morales-Rodríguez, M. Pérez-López, E. Puigpelat, A. Sahuquillo, D. Barrón, J.F. López-Sánchez (2022). J. Chromatogr. A, 1684, 463549.
- Morales-Rodríguez, A. Sahuquillo, C. Minguillón, J.F. López-Sánchez, D. Barrón (2024). Anal. Chim. Acta, 1315, 342814.
- Morales-Rodríguez, B. Vilarrúbies, Y. Badar, P. Eiriz, A. Barquin, J.F. López-Sánchez, D. Barrón, A. Sahuquillo (2026). J. Chromatogr. A, 1765, 466528.

P1-027

Arsenosugar phosphate extracted from seaweed: Isolation, Quantification, Characterization and in vitro Toxicological Studies

Mohammad Ghazali^{a, b}, Veronika Sele^b, Angeles Sahuquillo^a, Alba Morales-Rodríguez^a, Marta Silva^b, Jose Fermin López-Sánchez^a, Carey E. Donald^b, Marc H.G. Berntssen^b, Liv Sjøfteland^b

^aDepartament d'Enginyeria Química i Química Analítica, Universitat de Barcelona, Barcelona, Spain

^bDepartment of Marine Toxicology, Institute of Marine Research, Bergen, Norway

Seaweed is increasingly considered a sustainable feed and food resource, raising interest in the characterization and toxicological evaluation of naturally occurring arsenic (As) species. Nori (*Porphyra spp.*), a widely consumed red seaweed, contains arsenosugar-phosphate (As-Sug-PO₄) as one of its major organoarsenicals. Despite its prevalence, limited information exists regarding its toxicological effects. This study combines optimized analytical workflows with *in vitro* toxicity testing to assess the potential impacts of As-Sug-PO₄.

As-Sug-PO₄ was isolated from nori using a solid-phase extraction (SPE) protocol designed to preserve species integrity. Quantification of total As and As species in extracts, cell pellets and culture media was performed by HPLC-ICP-MS, ensuring high sensitivity and selectivity. The purified As-Sug-PO₄, together with arsenite (As(III)), dimethylarsinic acid (DMA(V)) and an arsenic-containing hydrocarbon (AsHC-360), was tested in primary salmon hepatocytes.

Cytotoxicity was evaluated through mitochondrial activity assays, while transcriptional responses were measured by RT-qPCR targeting genes involved in lipid metabolism, inflammation and oxidative stress. High concentrations of As-Sug-PO₄ induced cytotoxicity and mitochondrial impairment, whereas lower concentrations altered triglyceride biosynthesis, suggesting potential effects on lipid deposition. As(III) showed the highest toxicity, followed by As-Sug-PO₄ and DMA(V). Unlike As(III), exposure to As-Sug-PO₄ and DMA(V) did not modify total As levels or the speciation profile after 48 hours, indicating limited biotransformation.

These results provide new insights into the toxicological risks of As-Sug-PO₄ and highlight the need for further *in vivo* studies to clarify its role in lipid metabolism and support the development of regulatory guidelines for arsenosugar-containing feed and food products.

Acknowledgements: The work has been funded through projects “Seafood and Feed Resources – Ocean to Oven” (Research Council of Norway and the Norwegian Ministry of Trade, Industry and Fisheries (NFD), grant no. 299554) and “NRL - Method development for illegal and undesirable substances (IMR grant no 15975, funded by NFD, Norway). From UB, the recognition as Consolidated Research Group (2021-SGR01342) awarded by AGAUR (Generalitat de Catalunya, Spain) is also acknowledge. M. Ghazali, gratefully acknowledges the support of EACEA, and the Erasmus Mundus Joint Master’s Degree in Quality in Analytical Laboratories (EMQAL).

P1-028

Microextracción sostenible en punta de pipeta basada en algodón modificado con ácido oleico para la determinación de antidepresivos en orina

Marisol González-Bermúdez^a, Ángela I. López-Lorente^a, Rafael Lucena^a, Soledad Cárdenas^a

^a Affordable and Sustainable Sample Preparation research group, Departamento de Química Analítica, Instituto Químico para la Energía y el Medioambiente (IQUEMA), Universidad de Córdoba, (Spain)

La búsqueda de metodologías de preparación de muestra más sostenibles ha impulsado el desarrollo de nuevos materiales extractantes basados en recursos renovables y procesos de bajo impacto ambiental. En este contexto, el uso de soportes celulósicos modificados con compuestos de origen natural constituye una alternativa atractiva frente a los sorbentes convencionales [1,2].

En esta comunicación, se presenta un material hidrofóbico basado en algodón modificado con ácido oleico, evaluándose su aplicación como fase extractante en microextracción en punta de pipeta para la determinación de antidepresivos en muestras de orina. El material se preparó mediante un procedimiento sencillo de *dip-coating* seguido de incubación térmica, lo que permitió una síntesis simple y respetuosa con el medio ambiente. La modificación del algodón se confirmó mediante espectroscopía infrarroja y se evaluaron tanto su hidrofobicidad como su capacidad extractante. La metodología propuesta se aplicó a la extracción de cinco antidepresivos (trimipramina, imipramina, desipramina, amitriptilina y fluoxetina) a partir de muestras acuosas y de orina. Se optimizaron los parámetros de síntesis del sorbente, así como las variables del proceso de extracción, con el fin de maximizar la recuperación de los analitos. La determinación se llevó a cabo mediante espectrometría de masas con infusión directa. El método desarrollado presentó límites de detección inferiores a $0.5 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$, con precisiones y recuperaciones relativas adecuadas. Los resultados obtenidos ponen de manifiesto el potencial del uso de algodón y ácido oleico, ambos de origen natural, en el desarrollo de técnicas rápidas, sensibles y alineadas con los principios de la preparación de muestra verde [3] para el análisis de fluidos biológicos.

Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado por el proyecto PID2023-146313OB-I00 (MICIU/AEI/10.13039/501100011033).

Referencias

1. González-Bermúdez et al. (2023). *Adv. Sample Prep.*, 5, 100051.
2. González-Bermúdez et al. (2024). *Talanta*, 273, 125860.
3. López-Lorente et al. (2022). *Trends Anal. Chem.*, 148, 116530.

P1-029

Influence of Natural Deep Eutectic Solvent Composition on Their Physicochemical Properties

Danara Erendzhenova^{a,b}, Raffaele D'Elia^a, Belén Gómara^a, Lourdes Ramos^a

^a Department of Instrumental Analysis and Environmental Chemistry (AIQA), Institute of General Organic Chemistry (IQOG-CSIC), C/ Juan de la Cierva, 3, 28006 Madrid, (Spain)

^b Applied Chemistry doctoral program, Faculty of Sciences, Autonomous University of Madrid (UAM), C/ Francisco Tomás y Valiente, 7, 28049 Madrid, (Spain)

At the beginning of the 2000s, the interest in searching for more eco-sustainable alternatives to volatile organic solvents (VOSs) led to the synthesis of deep eutectic solvents (DESs). In its simplest definition, a DES can be viewed as a mixture of two chemical compounds that, in a given stoichiometric ratio, are capable of forming a hydrogen bond, one acting as a hydrogen bond acceptor (HBA) and the other as a hydrogen bond donor (HBD). This mixture is characterized by a melting point much lower than those of the individual components, but also lower than expected according to the theory of ideal solutions. However, concerns regarding the safety of some of these mixtures prompted research in this field to shift toward the use of natural sources as alternative components for the preparation of these eutectic mixtures. Natural DESs (NADESs) are considered a subclass of DESs whose components are usually of plant origin, which, in principle, would guarantee the safety, biocompatibility, and biodegradability of the resulting eutectic mixtures. The variables determining the characteristics of a NADES are its composition and the molar ratio of its components. In this study, two series of NADESs were prepared based on the combination of menthol and thymol with octanoic, decanoic, and dodecanoic acids at various molar ratios, employing the heating method for preparation. The obtained NADESs were characterized using Attenuated Total Reflectance Fourier-Transform Infrared spectroscopy (ATR-FTIR) and proton Nuclear Magnetic Resonance (¹H-NMR) to confirm their synthesis and identify potential general trends regarding the influence of the acid chain length and the molar ratio on the physicochemical properties of these NADESs.

Acknowledgments

This work is part of grant PID2023-149799OB-C21, funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and by the ERDF/EU. This study is based on the work of the Sample Preparation Study Group and Network, which is supported by the Division of Analytical Chemistry of the European Chemical Society (EuChemS).

P1-030

Characterization of honey botanical origin through UV-Vis spectroscopy

Danica Mostoles^a, Gerard Luján^a, Javier Saurina^{a,b}, Sònia Sentellas^{a,b,c}, Oscar Núñez^{a,b,c}

^aDepartment of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, University of Barcelona (Spain)

^bResearch Institute of Nutrition and Food Safety-University of Barcelona (Spain)

^cSerra Húnter Fellow, Generalitat de Catalunya (Spain)

Honey is a foodstuff that is highly consumed nowadays due to its high nutritional value and multiple health benefits, highlighting its anti-inflammatory, antioxidant, and antimicrobial properties. However, because of its high market value, honey is also vulnerable to fraud, being mislabeling and adulteration the most common practices. For this reason, it is important to develop and make use of analytical methodologies to detect these fraudulent practices, with the aim of avoiding important economic losses in the beekeeping sector and maintaining the consumer's trust.

In the present contribution, UV-Vis spectroscopy fingerprinting is proposed to characterize the botanical origin of Spanish honey. For that purpose, 110 honey samples from 11 different botanical varieties were analyzed after simple dilution with water. The resulting UV-Vis spectra were employed as chemical descriptors for exploratory principal component analysis (PCA) and partial least squares discriminant analysis (PLS-DA).

The results obtained indicate that the proposed methodology is both reproducible and robust. In addition, promising classification parameters (sensitivity and selectivity values higher than 85%, and acceptable classification ratios) were achieved through the chemometric analyses. Considering the simplicity of the technique and the complexity of the studied matrices, UV-Vis spectroscopy fingerprinting presents great potential to assess honey botanical origin in control laboratories, particularly as a rapid screening method.

Acknowledgments

This research was funded by the project PID2023-147160OB-C22 financed by the Agencia Estatal de Investigación (AEI/10.13039/5801100011033). The authors want to acknowledge the Agency for Administration of University and Research Grants (Generalitat de Catalunya, Spain) under the project 2021SGR-00365, and the Maria de Maetzu Unit of Excellence (Research Institute of Nutrition and Food Safety, INSA-UB, University of Barcelona), Grant CEX2021-001234-M, funded by MCIN/AEI/10.13039/501100011033.

P1-031

Flash Chromatography for Xanthohumol Isolation: A Proof-of-Concept Study

Tatiana Jaramillo^a, Javier Saurina^{a,b}, Sònia Sentellas^{a,b,c}, Mercè Granados^{a,b}

^aDepartament of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, Universitat de Barcelona (Spain)

^bResearch Institute of Nutrition and Food Safety, Universitat de Barcelona (Spain)

^cSerra Hùnter Fellow, Generalitat de Catalunya (Spain)

Xanthohumol, a prenylated chalcone with extraordinary antioxidant and anti-inflammatory properties, also exhibits neuroprotective, metabolic regulatory, and anticarcinogenic effects, particularly in hormone-sensitive cancers. This compound is naturally present in hop plant (*Humulus lupulus*). During the beer production process, large amounts of by-products are generated, including hop leaves which are often discarded or used for animal feeding. These residues can be revalorized by extracting their bioactive compounds, contributing in this way to promote circular economy in the brewery industry.

In this study, after the extraction of bioactive compounds from hop leaves, flash chromatography, an advanced preparative liquid chromatography technique used to rapidly isolate and purify chemical compounds from complex mixtures, was evaluated for its effectiveness in purifying xanthohumol. Additionally, the effect of defatting the residue prior to extraction was assessed to determine whether this pre-treatment enhances the final purity.

Briefly, hop leaves, Nugget variety, were extracted with a hydroethanolic mixture 80:20 (v/v) at 60 °C for 5 minutes. The extract was then purified by flash chromatography using a Spherical 20-35 µm C18 12 g column and ethanol (B) and 0.1 % formic acid (A) as mobile phase applying the following gradient: 0 min 45 % B; 4 min 45 % B; 13 min 70 % B; 14 min 90 % B; 18 min 90 % B; 19 min 45 % B; 24 min 45 % B. For xanthohumol detection, signal was monitored at 370 nm, and xanthohumol rich fraction was collected from 11 to 12 min.

To determine the amount of xanthohumol recovered, as well the purity of the final powder product, the samples were analyzed and quantified by HPLC. As a result, approximately 0.5 mg of xanthohumol were obtained, with a clear increase in purity when the defatting step was included.

In conclusion, flash chromatography delivered a first rough isolation of xanthohumol from the hydroethanolic extract. This laboratory-scale trial demonstrates the potential of flash chromatography as an effective purification strategy for this type of bioactive compound.

P1-032

Microextracción con sustratos planos acoplada a técnicas espectroscópicas: plataformas analíticas integradas para (bio)análisis

Ángela I. López-Lorente^a, Rafael Lucena^a, Soledad Cárdenas^a

^a Affordable and Sustainable Sample Preparation research group, Departamento de Química Analítica, Instituto Químico para la Energía y el Medioambiente (IQUEMA), Universidad de Córdoba, (Spain)

Las tendencias actuales en Química Analítica se orientan al desarrollo de metodologías más simples, miniaturizadas y sostenibles. En este contexto, el acoplamiento de la microextracción sobre sustratos planos con técnicas espectroscópicas constituye una alternativa prometedora, al favorecer la reducción del consumo de disolventes y el aumento de la eficiencia analítica.

En esta comunicación se describen sustratos planos funcionalizados para la extracción eficiente de fármacos y el análisis espectroscópico in situ. Por un lado, se ha modificado papel de celulosa con un polímero de impresión molecular (MIP) obtenido a través de una ruta sin polimerización, basada en la disolución de nylon-6 en ácido fórmico en presencia de la molécula molde [1,2]. El papel se acopló a un fluorímetro mediante una plataforma diseñada a medida, permitiendo la medida directa de fluorescencia. Para mejorar la sostenibilidad del proceso, se empleó nylon reciclado como matriz polimérica en la preparación del MIP y la eliminación de la molécula plantilla (naproxeno) se simplificó mediante un proceso activado por luz, reduciendo de forma significativa el consumo de disolventes.

Por otro lado, se han desarrollado sustratos planos de cobre decorados con nanoestructuras de plata mediante desplazamiento galvánico en presencia de ácidos orgánicos. Esta estrategia permite la extracción del analito de la matriz de la muestra y su identificación directa mediante espectroscopia Raman amplificada en superficie (SERS). Los resultados obtenidos demuestran el potencial de la microextracción en película delgada acoplada a técnicas espectroscópicas como una aproximación sencilla, económica y sostenible para aplicaciones en (bio)análisis.

Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado por el proyecto PID2023-146313OB-I00 (MICIU/AEI/10.13039/501100011033).

Referencias

1. Díaz-Liñán et al. (2019). *Sensors Act. B. Chem.* 287, 138.
2. Díaz-Liñán et al. (2021). *Microchem. J.* 160, 105686.

P1-033

Oat Okara as a Sustainable Source of Avenanthramides: Extraction and Characterization

Carlos Sfriso^a, Javier Saurina^{a,b}, Mercè Granados^{a,b}, Sònia Sentellas^{a,b,c}

^aDepartment of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, Universitat de Barcelona (Spain)

^b Institut de Recerca en Nutrició i Seguretat Alimentària, Universitat de Barcelona (Spain)

^c Serra Hùnter Fellow, Departament de Recerca i Universitats, Generalitat de Catalunya (Spain)

The consumption of oats and oat-derived products has increased significantly due to their nutritional value and their association with healthy dietary patterns. Beyond their content in proteins, fiber, and functional polysaccharides, oats stand out as the only cereal containing avenanthramides, a group of phenolic compounds with well-documented antioxidant, anti-inflammatory, and potential cardioprotective properties. These molecules have attracted growing interest in the food, nutraceutical, and cosmetic industries for their ability to modulate oxidative stress, reduce inflammation, and support metabolic health.

The industrial production of oat-based beverages generates a solid by-product known as oat okara, which is currently used mainly as a source of protein and dietary fiber. However, its potential as a source of avenanthramides and other phenolic compounds remains largely unexplored.

In this study, oat okara was evaluated as a raw material for the recovery of bioactive compounds, with a focus on avenanthramides. Extraction was performed using ethanol–water mixtures under varying solvent compositions and temperature conditions. The resulting extracts were assessed for total phenolic content and antioxidant capacity, revealing significant levels of bioactivity across the tested conditions. Notably, higher ethanol proportions enhanced the extraction efficiency of target compounds.

Chemical characterization by liquid chromatography coupled with UV and mass spectrometry detection confirmed the presence of multiple avenanthramide species in the extracts. Quantitative analysis indicated that oat okara retains appreciable amounts of these compounds despite industrial processing.

Overall, the results demonstrate that oat okara is an underutilized source of bioactive compounds, particularly avenanthramides. Its valorization could contribute to the development of high-value ingredients while supporting more sustainable and circular approaches in oat processing industries.

P1-034

Determinación del perfil metalómico en el cáncer colorrectal y asociación con el selenoproteoma sérico mediante HPLC-ICP-MS

Saida Sanchez-Espirilla^{a,b}, Belén Callejón-Leblic^b, Rosa del Campo^c and Tamara García-Barrera^b

^a Fundación de Investigación de Málaga en Biomedicina y Salud – FIMABIS, (España).

^b Centro de Investigación en Recursos Naturales, Salud y Medio Ambiente – RENSMA, (España)

^c Hospital Universitario Ramón y Cajal, (España).

El cáncer colorrectal (CRC) es una de las principales causas de mortalidad por cáncer a nivel mundial, lo que pone de manifiesto la necesidad de mejorar la detección precoz y de comprender mejor las alteraciones metabólicas asociadas a la enfermedad. Los oligoelementos y las metaloproteínas han despertado un gran interés debido a su papel en el estrés oxidativo, la inflamación y el metabolismo del cáncer^[1]. En este estudio, se caracterizaron los perfiles metalómicos en muestras de suero y heces de pacientes con CRC y controles sanos (HC) y se determinaron las concentraciones absolutas de selenoproteínas en suero con el objetivo de explorar tanto las posibles asociaciones metal-selenoproteína, como su papel como biomarcadores. Las determinaciones se realizaron utilizando un espectrómetro de masas de plasma de acoplamiento inductivo de triple cuadrupolo (ICP-QQQ-MS). Para las selenoproteínas se realizó mediante dilución isotópica utilizando un acoplamiento de columnas basado en cromatografía de afinidad y exclusión por tamaño (AC/SEC-ICP-MS). Observamos niveles elevados de Mn, Co y Cu y niveles disminuidos de Se, As y Pb en suero CRC con respecto a HC. Por otro lado, observamos aumento significativo de As, Pb y V en las muestras de heces de los pacientes de CRC. El análisis de características operativas del receptor (ROC) mostró un excelente valor del área bajo la curva (AUC) > 0.75 para Co, As y Mn. El estudio de correlaciones mostró una correlación negativa de As y Pb entre suero y heces sugiriendo una redistribución activa y mayor excreción biliar a través del eje intestino-hígado en respuesta a la carga tumoral^[2]. En relación con la cuantificación de selenoproteínas, se observó que las concentraciones de eGPx fueron significativamente más elevadas en pacientes con CRC, mientras que los niveles de SELENOP fueron inferiores en comparación con los HC. Asimismo, se obtuvieron valores elevados de AUC para SELENOP y SeAlb, lo que sugiere su posible utilidad como biomarcadores en estudios clínicos. Por otro lado, se identificaron asociaciones significativas entre selenoproteínas y metales en muestras de suero de pacientes con CRC, destacando especialmente la correlación entre Cd y SELENOP. En este contexto, diversos estudios han señalado que el Se puede ejercer efectos protectores frente a la toxicidad inducida por Cd^[3].

Referencias

1. Yang et al. (2021). *The Relationship between Serum Trace Elements and Oxidative Stress of Patients with Different Types of Cancer*, 2021.
2. Zhu et al. (2024). *Toxic and essential metals: metabolic interactions with the gut microbiota and health implications*, 11.
3. Binte Hoosain et al. (2018). *Inhibitory effects of selenium on cadmium-induced cytotoxicity in PC12 cells via regulating oxidative stress and apoptosis*, 114, 180.

P1-035

A Validated LC-MS/MS Method for the Simultaneous Analysis Of Short-Chain Fatty Acids in Human Fecal And Salive Extracts

Cristina Gutiérrez^a, Gabriel A. Peñalver^{a,b}, Estefania García^a, Arancha Llama^c, Jose L. Luque^{a,b}

^aMass Spectrometry Center, Faculty of Chemical Sciencies, Complutense University of Madrid, Av. Complutense s/n, 28040, Madrid (Spain)

^bDepartment of Analytical Chemistry, Faculty of Chemical Sciences, Complutense University of Madrid, Av. Complutense s/n, 28040, Madrid (Spain)

^cDepartment of Medicine, Faculty of Medicine, Complutense University of Madrid, Pza. Ramón y Cajal s/n, 28040, Madrid (Spain)

The intestinal microbiota has emerged as a key focus in the study of numerous diseases due to its close relationship with various physiological and pathological processes. Among the metabolites generated by the gut and oral microbiota, short-chain fatty acids (SCFAs) have attracted particular interest due to their potential role in modulating neurological and immunological disorders. The precise quantification of these compounds in complex biological matrices requires analytical methods with high sensitivity and selectivity.

This study presents the development and optimization of a method based on liquid chromatography coupled with triple quadrupole mass spectrometry (LC-QqQ-MS) operating in MRM mode, for the determination of the three main SCFAs present in fecal and saliva samples: acetate, propionate, and butyrate.

The results have shown an existing correlation between SCFAs levels in feces and saliva associated with certain pathologies, thus demonstrating the relevance of the proposed approach as a rapid, simple, and reliable clinical tool to better understand the role of the gut and oral microbiota in the progression of certain diseases.

Degradación de la β -feniletilamina mediante reacción con el ácido ascórbico

Iván Cuadrado-Soto^a, Ismael Picazo-Arijón^a, **Juan José Rodríguez-Bencomo^a**

^aDepartamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid (España).

En las últimas décadas, la presencia de aminas biógenas en alimentos fermentados, ha suscitado el interés de los científicos debido a sus posibles efectos negativos para la salud. En general, las estrategias para mitigar la presencia de estas aminas en alimentos se basan en enfoques preventivos, mostrando en algunos casos, efectividades limitadas [1]. Por otra parte, la degradación de la amina una vez formada, es un enfoque que en los últimos años ha tomado mayor relevancia, principalmente mediante la acción de enzimas [2]. Sin embargo, un enfoque algo más sencillo y menos estudiado podría ser la degradación por reacción con aditivos alimentarios [3].

En este estudio se ha evaluado la degradación de la β -feniletilamina en un medio sintético (ácido tartárico 3.5 g/L; pH = 3.5; β -feniletilamina 10 mg/L) mediante reacción con el ácido ascórbico (AA). Para ello, mediante ensayos exploratorios, se evaluó el papel de varios factores sobre la reacción de degradación: presencia de un catalizador metálico divalente, temperatura, concentración de AA, tiempo tratamiento térmico, y tiempo total de reacción. Posteriormente se optimizaron, mediante un diseño experimental central compuesto (CCD) de tres factores (temperatura, concentración de AA y tiempo tratamiento térmico), las condiciones de operación que permitían las mayores degradaciones de la amina. Los análisis de la β -feniletilamina se llevaron a cabo mediante cromatografía líquida de alta eficacia acoplada a un detector de matriz de diodos (HPLC-DAD), previa derivatización con etoximetilenmalonato de dietilo, y utilizando 1,7-diaminoheptano como patrón interno. Finalmente, mediante HPLC acoplado a espectrometría de masas (MS) se evaluaron los posibles productos de degradación.

Los resultados demostraron el papel relevante del catalizador metálico divalente en la degradación de la amina en presencia de AA, incluso a bajas temperaturas (6°C), en ensayos de hasta 48 horas. Por otra parte, un tratamiento térmico inicial suave permitió mejorar la efectividad de la degradación de la amina. A partir del CCD, enmarcado en este tratamiento térmico previo y con un objetivo de degradación del 50% de la amina, se obtuvieron unas condiciones óptimas próximas a: 300 mg/L de AA, 42.5°C y 4 horas. Finalmente, mediante espectrometría de masas (en polaridad negativa), se pudo establecer la formación de tres posibles productos de degradación con iones m/z 265, 293 y 309. Estos resultados primarios permiten orientar los siguientes pasos hacia la elucidación estructural de los productos de degradación y el estudio de sus características, para evaluar su potencial de aplicación en alimentos.

Agradecimientos

Esta investigación está enmarcada en el proyecto CNS2024-154539 financiado por MICIU/AEI /10.13039/501100011033.

Referencias: 1. Naila et al. (2010). *J. Food Sci.*, 75(7), R139–R150.
2. Moniente et al. (2022). *Food Res. Int.* 160. 111735.
3. Larisch et al. (1996). *J. Agric. Food Chem.* 44, 1630-1634.

P1-037

Integrated Analysis of Hepatic TMAO-Related Metabolites Reveals High Variability in Obesity-Linked Gut–Liver Metabolic Pathways

Cristina Matías^a, Sergio Forcada^a, Carla Rojo^b, María Arechederra^b, Carmen Berasain^b, María-José Sáiz-Abajo^a

^aNational Centre for Food Technology and Safety (CNTA). NA 134, Km. 53. 31570 San Adrián, Navarra, Spain.

^b Hepatology Laboratory, Solid Tumors Program, CIMA, CCUN, University of Navarra, Pamplona, Spain

Trimethylamine N-oxide (TMAO) is an emerging metabolite of clinical relevance in cardiometabolic disorders, linking dietary intake, gut microbiota activity, hepatic metabolism and cardiovascular function. TMAO is produced in the liver from trimethylamine (TMA), a microbial metabolite derived from dietary nutrients rich in choline, betaine, and carnitine.¹ Thus, this work aimed to develop and optimize an analytical methodology for the simultaneous determination of TMA, TMAO, betaine, choline, and carnitine in mouse liver samples. A total of 4 mouse groups were studied, considering the type of diet (control vs. high fat diet) and carnitine supplementation. Samples were extracted by disrupting the liver tissue using a pestle, followed by ultrasound-assisted solid–liquid extraction with acidified acetonitrile. Quantification was performed using external calibration and isotopically labeled internal standards to correct matrix effects. Separation was achieved by liquid chromatography using a HILIC column, coupled to high-resolution mass spectrometry (UPLC-HILIC-HRMS) in positive ionization mode. Data acquisition was performed using inclusion and exclusion mass lists to enhance selectivity. The applicability of the method was subsequently assessed using 39 mouse liver samples. Results revealed that TMA (0.3 - 19 µg/g) and TMAO (0.1 - 87 µg/g) concentration ranges showed high interindividual variability, whereas betaine (67 - 197 µg/g), choline (22 - 96 µg/g), and carnitine (28 - 121 µg/g) exhibited lower dispersion across samples. Therefore, the developed methodology provides robust and accurate characterization of TMAO related metabolites in liver tissue over a wide concentration range, enabling further investigation of gut–liver metabolic interactions in obesity.

Acknowledgments

The authors acknowledge the financial support of the Government of Navarra and the European Regional Development Fund (ERDF) (funding reference 0011-1411-2024-000069).

References

Janeiro et al. (2018). *Nutr. Rev.*, 76(10), 793.

P1-038

Advanced GC-Orbitrap-HRMS method for the simultaneous multi-class quantification of priority and emerging contaminants in thermally processed paprika and almonds

Alba María Navarro-Herrera^a, Araceli Rivera-Pérez^{a,b}, Antonia Garrido Frenich^a

^a Research Group "Analytical Chemistry of Contaminants", Department of Chemistry and Physics, University of Almeria, E-04120, Almeria, Spain

^b Department of Analytical Chemistry, Faculty of Sciences, University of Granada, Campus Fuentenueva s/n, E-18071, Granada, Spain

Thermal processing, such as smoking, roasting, and frying, is essential for flavour development and food preservation, but it raises significant food safety concerns due to the generation of thermally induced contaminants. Monitoring both regulated priority toxicants (such as PAHs, classified by the IARC) and emerging thermal markers in complex matrices characterised by high lipid content, such as almonds, and high pigment levels, such as paprika, represents a significant analytical challenge. The aim of this study was to investigate the formation of process-induced contaminants across various thermal treatments in paprika (dried, sterilised, and smoked) and almonds (raw, roasted, and fried) by developing a novel analytical method. A highly sensitive ultrasound-assisted extraction method coupled with gas chromatography-Orbitrap high-resolution mass spectrometry (UAE-GC-Orbitrap-HRMS) has been developed and validated.

The methodology was optimised for the simultaneous determination of 25 analytes across distinct chemical families: fifteen PAHs, styrene, and anthraquinone, along with emerging markers including six furanone derivatives, one pyranone derivative, and benzofuran. The method demonstrated exceptional analytical performance, featuring good linearity (0.1-200 µg/L), high trueness (recoveries of 88.6-107.9%), excellent intra and inter-day precision (RSDs < 11%), and negligible to moderate matrix effects. It is important to note that the method achieved high sensitivity, with exceptionally low limits of detection (0.05-0.08 µg/kg), and a uniform limit of quantification (LOQ) of 5 µg/kg, which is lower than the levels previously reported in the literature for PAHs in paprika. Furthermore, this approach provided the first validated occurrence data for styrene, anthraquinone, biphenyl, 4H-pyran-4-one and furanone derivatives in paprika and almonds. Application to commercial samples revealed that traditional smoking is the primary driver of PAH contamination in paprika, reaching maximum levels of 132.7 µg/kg for benzo(a)pyrene and 2201.8 µg/kg for ΣPAH₄, while non-smoked samples remained below the LOQ. Anthraquinone and benzofuran were identified as exclusive markers of smoke exposure. Conversely, thermally processed almonds remained PAH-free, whereas furanones emerged as key indicators of thermal intensity. Overall, the study demonstrates the efficacy of the novel GC-Orbitrap-HRMS approach as a comprehensive tool for food safety assessment, effectively correlating specific thermal treatments with distinct contaminant profiles.

P1-039

High-Resolution Mass Spectrometric Characterization of Arsenosugars Using UHPLC-HRMS and Ion Mobility

Encarnación Moyano^{a,d}, Alba Morales-Rodríguez^{a,b,c}, Àngels Sahuquillo^{a,d}, José Fermín López-Sánchez^{a,d}, Dolores Barrón^{b,c}

^a Departament d'Enginyeria Química i Química Analítica, Universitat de Barcelona, Barcelona, Spain

^b Departament de Nutrició, Ciències de l'Alimentació i Gastronomia, Campus de l'Alimentació de Torribera, Universitat de Barcelona, Barcelona, Spain

^c Institut de Recerca en Nutrició i Seguretat Alimentària (INSA-UB, CEX2021-001234-M), Universitat de Barcelona, Spain

^d Institut de Recerca de l'Aigua. Universitat de Barcelona (IdRA-UB), Spain

Reliable arsenic speciation requires advanced analytical methodologies capable of handling highly polar compounds while providing confident structural information. Arsenosugars, the main arsenic species present in edible algae, pose particular analytical challenges due to their polarity, structural similarity, and lack of reference standards. This work focuses on the development and evaluation of a multidimensional UHPLC-HRMS strategy for their characterization.

Chromatographic separation was achieved using a zwitterionic hydrophilic interaction liquid chromatography (HILIC-Z) column, which enabled efficient retention and resolution of arsenosugars without derivatization. Detection was performed using complementary high-resolution mass spectrometry platforms, including a Q-Orbitrap and an ion mobility quadrupole time-of-flight (IMS-Q-TOF) system. Analyses were conducted under both positive and negative electrospray ionization modes to maximize molecular and structural information.

Accurate mass measurements and high-resolution MS/MS experiments provided diagnostic fragmentation pathways supporting the structural annotation of arsenosugars (Gly-Sug, PO₄-Sug, SO₃-Sug, and SO₄-Sug). In parallel, ion mobility spectrometry enabled the determination of collision cross section (CCS) values for these four compounds, reported here for the first time. CCS values offer an additional, orthogonal analytical parameter, independent of retention time and m/z , improving selectivity and confidence in compound assignment.

The integration of HILIC-UHPLC, HRMS, tandem MS, and ion mobility demonstrates the potential of multidimensional mass spectrometric workflows for complex speciation studies. This methodology provides a robust framework for the characterization of arsenosugars and highlights the added value of ion mobility in food and environmental arsenic analysis.

Acknowledgements: Projects PID2021-122743NB-I00 (MICIU/AEI/10.13039/5011000-11033; Spanish Ministry for Science, Innovation and Universities) and EQC2019-005533-P (Spanish Ministry for Science and Innovation).

Presencia y distribución de plastificantes emergentes no ftálicos y contaminantes relacionados en suelos agrícolas

Raquel Capilla Flores,^a Rosalía López Ruíz,^a Roberto Romero González,^a Antonia Garrido Frenich^a

^aGrupo de Investigación “Química Analítica de Contaminantes”, Departamento de Química y Física, Centro CIAIMBITAL, ceiA3, Universidad de Almería, E-04120 Almería, España

Los plásticos se utilizan ampliamente en la agricultura, lo que conlleva la incorporación continua de aditivos como plastificantes en los suelos. Aunque los más conocidos son los ftalatos, su restricción ha impulsado el uso de plastificantes emergentes no ftálicos (PENF), que presentan importantes desafíos analíticos por su diversidad de propiedades y su presencia en matrices complejas como el suelo. En este contexto, este trabajo tuvo como objetivo desarrollar una estrategia analítica basada en espectrometría de masas de alta resolución (HRMS) con analizador híbrido cuadrupolo-Orbitrap, combinando cromatografía de líquidos de ultra alta presión (UHPLC) y cromatografía de gases (GC), para la determinación de PENF en suelos agrícolas.

Se aplicó un flujo de trabajo combinando UHPLC-HRMS y GC-HRMS a 48 muestras de suelo, diferenciando entre suelos de invernadero (uso intensivo) y de campo abierto (uso extensivo). Se seleccionaron 28 PENF como compuestos objetivo, perteneciendo a familias como adipatos, citratos, sebacatos, entre otros.

Las concentraciones totales (Σ PENF) oscilaron entre 32,7 y 444199,4 $\mu\text{g/kg}$ (media: 1629,4 $\mu\text{g/kg}$), observándose niveles significativamente superiores en suelos de agricultura intensiva (2169,3 $\mu\text{g/kg}$) frente a los de extensiva (208,6 $\mu\text{g/kg}$). Se detectaron 10 PENF, destacando triacetina con una frecuencia de detección del 88,5 % y citrato de acetyl tributilo con el 67,7 %.

Además, el uso de HRMS permitió realizar análisis no dirigido (cribado de compuestos sospechosos y desconocidos) más allá de la lista de compuestos objetivo. Este análisis retrospectivo reveló la presencia de compuestos adicionales, identificados tentativamente (niveles 2–3 de Schymanski), incluyendo ftalatos, otros PENF no incluidos en la lista inicial, y otros contaminantes antropogénicos (fludroxicortida, imperatorina, fosfato de tris(2-cloro-1-propilo), entre otros).

En conclusión, los resultados evidencian una contaminación generalizada de los suelos agrícolas por PENF, con mayores concentraciones y perfiles diferenciados en suelos de uso intensivo. Aunque la evaluación del riesgo no indicó riesgos carcinogénicos, se observó un riesgo no carcinogénico asociado principalmente a la exposición a triacetina, especialmente en poblaciones vulnerables.

Agradecimientos

Esta publicación forma parte del proyecto PID2022-137122OB-I00, financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033/ y FEDER, UE. RCF agradece al Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades de España el apoyo financiero recibido a través de la convocatoria “Ayuda para la Formación de Profesorado Universitario (FPU21/00858)”

P1-041

Isotope-resolved mass spectrometry reveals a functional zinc buffering window under inflammatory conditions

Ana Álvarez-Barrios^{a,b}, Marcos Bouza^{a,c}, Beatriz Fernández-Vega^{d,e}, Laura Rodas^a, Lydia Álvarez^{c,d}, **Héctor González-Iglesias^{a,c}**

^a Instituto de Productos Lácteos de Asturias (IPLA-CSIC), Oviedo, Spain

^b Health Research Institute of Santiago de Compostela (IDIS), Spain.

^c Instituto de Investigación Sanitaria del Principado de Asturias (ISPA), Oviedo (Spain)

^d Fundación de Investigación Oftalmológica, Oviedo, Spain.

^e Instituto Oftalmológico Fernández-Vega, Oviedo, Spain.

Understanding how essential elements are dynamically buffered, redistributed and functionalized under pathological stress poses a major analytical challenge, particularly in biological systems available only in small-sample-volumes. While isotope-based approaches enable discrimination between endogenous and newly incorporated metal pools, integrating quantitative isotope tracing with absolute metal-protein speciation and molecular-level multi-omics approaches remains analytically demanding. Linking elemental dynamics to functional molecular changes therefore requires integrated elemental and molecular mass spectrometry.

Here, we developed and applied an isotope-resolved multi-omics analytical platform to quantify zinc dynamics in human epithelial cells under inflammatory conditions. Cells were pre-exposed to isotopically enriched zinc (125-250 μM $^{68}\text{ZnSO}_4$) and subjected to inflammatory stress with IL-1 α . Intracellular metal concentrations were quantified from small-volume cytoplasmic extracts by FIA-ICP-MS mass-balance-based isotope calculations (IPD), enabling discrimination between endogenous and exogenous Zn pools. Absolute quantification of metallothioneins (MTs) and Zn-MT stoichiometry was achieved by SEC-IPD-ICP-MS. Transcriptomic and LC-HRMS-metabolomic analyses were integrated as functional multi-omics analysis of Zn-dependent chemical alterations.

Isotope-resolved mass spectrometry revealed a concentration-dependent remodeling of intracellular Zn buffering, defining a functional Zn window at 200 μM characterized by maximal Zn–MT saturation ($\text{Zn}_{7.4}\text{Cu}_{0.4}\text{MT}$) and efficient buffering of inflammation-induced Zn mobilization. Lower Zn exposure resulted in insufficient MT metal load, whereas supra-physiological Zn altered metal-protein stoichiometry and perturbed lipid chemical space. Metabolomic profiling showed that inflammatory stress selectively disrupted sphingolipids and fatty acid amides, with Zn preconditioning partially restoring these molecular classes in a dose-dependent manner.

This work demonstrates how the integration of isotope-resolved elemental MS with molecular MS enables functional characterization of zinc buffering in complex systems. This strategy is applicable to other essential elements and provides a framework for multi-scale chemical analysis in small-volume and matrix-complex samples.

Acknowledgements: This work was financially supported through project Ref. PID2022-137319OB-C22 funded by MCIN/AEI/ 10.13039/501100011033, and the PCTI Program of the Government of the Principality of Asturias, as well as the FEDER Program of the European Union (IDE/2024/000685).

Long-term exposure to bisphenols and parabens in hair and nails and its relationship with obesity in children

María Martínez-Alvarado^a, Carmen López-Sánchez^a, Patricia González-Palacios^{a,b}, Alberto Zafra-Gómez^{b,c,d}, Delia Castilla-Fernández^d, Cristina Samaniego-Sánchez^{a,b,c}, Celia Monteagudo^{a,b,c}

^a Department of Nutrition and Food Sciences, Faculty of Pharmacy, University of Granada, 18071 Granada, Spain.

^b “José Mataix Verdú” Institute of Nutrition and Food Technology (INYTA), Biomedical Research Centre (CIBM), University of Granada, 18100 Granada, Spain.

^c Instituto de Investigación Biosanitaria ibs.GRANADA, Granada, Spain.

^d Department of Analytical Chemistry, University of Granada, 18071 Granada, Spain.

Endocrine-disrupting chemicals (EDCs) are exogenous substances that affect the endocrine system and are associated with adverse health effects (1). It is necessary to assess chronic exposure to these compounds due to potential consequences for children's health. Hair and nails are key matrices for assessing long-term exposure, as they are non-invasive, easy to store, and reflect prolonged accumulation of contaminants (2). The aim of this study is to investigate the relationship between long-term exposure to EDCs—concretely bisphenols and parabens—and childhood obesity, using hair and nails as biological markers. Bisphenols and parabens were analyzed in the hair of 317 children and in the nails of 92, all aged 3 to 12, from the province of Granada (Spain). Hair and nail samples were cleaned, conditioned, and extracted using digestion methods in accordance with validated protocols, and the quantification of compounds was performed by ultra-high-performance liquid chromatography coupled with tandem mass spectrometry (UHPLC-MS/MS). Participants' BMI was classified into two categories to determine excess weight, and the association was estimated using binary logistic regression. In hair, isopropylparaben showed a positive relationship with childhood obesity (OR=1.02; CI95%: 1.00–1.05; $p=0.100$). Bisphenol AF showed a trend toward an association (OR=1.00; CI95%: 1.00–1.01; $p=0.080$), reaching statistical significance in boys (OR=1.02; CI95%: 1.00–1.03; $p=0.040$). Regarding nails, bisphenol A showed a clear correlation in terms of statistical significance in the total population (OR=1.00; CI95%: 1.00–1.00; $p=0.070$), being significant in boys (OR=1.00; CI95%: 1.00–1.00; $p=0.046$). According to these findings, prolonged exposure to EDCs—specifically BPAF and BPA—appears to be linked to the development of childhood obesity, particularly in boys. The use of hair and nails as biological markers has proven to be effective in establishing a relationship between long-term exposure and health effects.

Acknowledgments

This study has been funded by the Carlos III Health Institute (ISCIII) through Project PI23/01359 and co-financed by the European Union. We are grateful to the Junta de Andalucía / CUII and the ESF+ for the predoctoral grant awarded to María Martínez-Alvarado (DGP_PRED_2024_00892).

References

1. WHO&IPCS. (2002). *Global assessment of the state-of-the-science of endocrine disruptors*.
2. Peteffi, G. P. et al. (2025). *Chemosensors*, 13(4), 118.

P1-043

Dissolution and Transformation of Metallic Nanoparticles: A Flow-Through Study Using ICP-MS, SEM and μ XRF.

Lorenzo Sanjuan-Navarro^a, Sergio Cortés-Bautista^a, Yolanda Moliner-Martínez^a and Pilar Campíns-Falcó^a.

^a MINTOTA Research Group, Departamento Química Analítica, Facultad de Química, Universidad de Valencia, Av. Vicent Andrés Estellés 19, 46100, Burjassot, Valencia, (Spain)

Understanding the transformation of metallic nanoparticles (MNPs) in aquatic environments is essential for accurate risk assessment of nanomaterials (NMs). These environmental transformations generally occur through four primary pathways: dissolution, abiotic transformation, biotic transformation or degradation, and (hetero-) agglomeration. Investigating these processes under environmentally relevant conditions requires the use of continuous-flow reactor systems [1]. In this study, the transformations of AgNPs, ZnONPs and CuONPs were evaluated using flow-through experimental setups under different environmental conditions (testing e.g. sulfidation and phosphatation). Analytical characterization was carried out using ICP-MS, SEM and μ XRF microscopy [2].

Different filters and pretreatment conditions to obtain full retention and low losses were tested. Sulfidation and phosphatation experiments were performed using different sulfide (0.5 to 5.0 mM) and phosphate concentrations (1.0 to 10.0 mg·L⁻¹). Furthermore, three flow rates (0.2, 1.0 and 5.0 mL·min⁻¹) were employed.

The results demonstrate that this methodology can be used to monitor the behavior of the transformations in the first hours of reaction. For AgNPs, sulfidation produced an initial increase of the silver concentration at the reactor outlet. This phenomenon is likely associated with the formation of amorphous Ag_xS_y layers on the nanoparticle surface, which exhibit higher apparent solubility compared to more crystalline and stable sulfide phases. This effect could not be observed in the ZnONPs phosphatation. Thus, the proposed methodology is a suitable tool for investigating the transformations of AgNPs, ZnONPs and CuONPs during the first hours of reaction. Furthermore, this approach can be extended to other nanomaterials, contributing to a more comprehensive understanding of their environmental behavior under diverse conditions.

Acknowledgments

Authors acknowledge EU FEDER and the Gobierno de España MCIU-AE (PID2021 124554NB-I00) and to the Generalitat Valenciana (PROMETEO CIPROM/2023/46).

References

1. Keller J.G. et al. (2020). *Nanomaterials*, 10, 311.
2. Sanjuan-Navarro L. et al. (2025). *Sci. Total Environ.*, 1006, 180939.

P1-044

A Targeted HPLC-Q-TOF/MS/MS Platform for the Quantitation of Oxidative Lesions and Cellular Redox Status in Biological Matrices

Jeniffer de la C. Martínez^a, Ismael Galván^b, Ángel Ríos^a, and Mohammed Zougagh^c

^aUniversity of Castilla-La Mancha, Faculty of Chemical Sciences and Technologies, (Spain)

^bMuseo Nacional de Ciencias Naturales, MNCN, CSIC, (Spain)

^cUniversity of Castilla-La Mancha, Faculty of Pharmacy, (Spain)

Oxidative stress (OS) induces irreversible structural modifications in macromolecules and fundamental shifts in cellular redox homeostasis [1]. To assess these changes, this study describes the optimization and validation of a HPLC-Q-TOF/MS/MS method for the quantification of a multi-class biomarker panel: 8-hydroxy-2'-deoxyguanosine (8-OHdG), 8-hydroxyguanosine (8-OHG), di-tyrosine, 3-nitro-L-tyrosine, 3-chloro-L-tyrosine, and the glutathione redox pair (GSH and GSSG). Analytical conditions were optimized using a multivariate design experiment to maximize ionization efficiency in the electrospray source, and the biomarkers were quantified using a target workflow. Following Eurachem guidelines, the method exhibited superior analytical performance including excellent sensitivity and linearity, high precision, and good recoveries. The method was applied to the research of these biomarkers in nucleic acids from chicken follicular melanocytes and blood/plasma from the Spanish Imperial Eagle. Sample preparation involved matrix-specific protocols: isolation and enzymatic digestion for nucleic acids; protein precipitation and lipid depletion for plasma; and cellular lysis with hemoglobin depletion for erythrocytes. The method was validated through two distinct research lines (n = 90). First, the quantification of 8-OHdG and 8-OHG in chicken follicular melanocytes confirmed the system's ability to monitor oxidative damage regulation at the genomic level. Second, the determination of GSH:GSSG ratios in Spanish Imperial Eagle blood served as a systemic indicator of environmental adaptation. This instrumental platform provides a comprehensive diagnostic framework, effectively linking molecular lesion detection with the physiological resilience of endangered species, thereby facilitating more precise conservation strategies.

Acknowledgments

This work was supported by Spanish Ministry of Science and Innovation [grant numbers: PID2022-138761NB-I00, PCI2024-153413 PRIMA Project, TED2021-131017B-I00], the JJCC Castilla-La Mancha [grant number: SBPLY/24/180225/000162], and University of Castilla – La Mancha [grant number 2025-GRIN-38523, and pre-Ph.D. contract 2023-PRED-21452].

References

1. Galván et al. (2026). *Melanin pigments protect nucleic acid integrity (J. R. Soc. Interface)*, 23: 20251111.

Targeted silver–selenium nanocomposite induces cytotoxicity and metabolic reprogramming in triple-negative breast cancer

M. Pilar Buendía^a, Roberto Alvarez-Fernandez^a, Blanca González^{b,c}, Jose L. Luque García^a

^a Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid, Av. Complutense s/n, Madrid 28040 (España)

^b Departamento de Química en Ciencias Farmacéuticas, Facultad de Farmacia, Universidad Complutense de Madrid, Instituto de Investigación Sanitaria Hospital 12 de Octubre (i+12), Madrid 28040 (Spain)

^c Centro de Investigación Biomédica en Red de Bioingeniería, Biomateriales y Nanomedicina (CIBER-BBN) (España)

Breast cancer is a major global health challenge characterized by significant biological heterogeneity, largely determined by the presence or absence of hormone receptors such as estrogen, progesterone, and HER2. Triple-negative breast cancer (TNBC) is one of the most aggressive subtypes, lacking these receptors and exhibiting a high metastatic potential, poor response to conventional therapies, and a strong tendency to relapse after chemotherapy.

In this study, a novel hybrid nanosystem was developed, combining two inorganic nanoparticles with anticancer properties within a single mesoporous silica platform. Specifically, silver nanoparticles (AgNPs) were embedded within the silica matrix, while selenium nanoparticles (SeNPs) were nucleated on its surface. This core–shell system (Ag@MSN) was functionalized with transferrin to enhance targeted uptake by cancer cells and to guide the controlled formation of SeNPs, yielding the final Ag@MSN-Tf-SeNPs nanocomposite.

The nanosystem was thoroughly physicochemically characterized and evaluated in MDA-MB-231 TNBC cells, demonstrating efficient and selective internalization via transferrin receptors, along with enhanced cytotoxicity due to the synergistic effects of silver and selenium. Cell cycle analysis revealed arrest in the G0/G1 phase and induction of apoptosis. Metabolomic studies further showed significant disruptions in cellular metabolism, including alterations in fatty acid pathways, impairment of the TCA cycle, and inhibition of key biosynthetic processes.

Finally, the antitumor potential of Ag@MSN-Tf-SeNPs was validated in vivo using a chicken chorioallantoic membrane model, where the nanosystem significantly reduced tumor growth. Overall, this work presents a promising Ag–Se hybrid silica nanocomposite with targeted delivery and potent anticancer activity, highlighting its potential as a therapeutic strategy for TNBC.

References

1. Buendía-Nacarino, et al. (2026). Silver-selenium hybrid nanocomposite with combined cytotoxic and metabolic reprogramming effect in triple-negative breast, 263, 115613.
2. Aragonese-Cazorla, et al. (2021). A novel hemocompatible core@shell nanosystem for selective targeting and apoptosis induction in cancer cells, 8, 2697.

Cuantificación de productos de oxidación y acetilación de metionina en péptidos asociados a la pared celular bacteriana mediante HILIC-MS/MS

María Teresa Fernández del Campo García^a, Diego García Gómez^a, Gemma Fernández García^b, Sergio Alonso Fernández^b, Ángel Manteca^b, Eliseo Herrero Hernández^a

^aUniversidad de Salamanca, Facultad de Ciencias Químicas, Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología, Plaza de los Caídos, S/N, 37008, Salamanca (España).

^bUniversidad de Oviedo, Facultad de Medicina, Departamento de Biología Funcional, C/ Julián Clavería, S/N 33006 Oviedo (España).

La arquitectura y la resistencia de la pared celular bacteriana dependen del peptidoglicano (PG) y de sus proteínas asociadas; sin embargo, las funciones de las modificaciones postraduccionales de la metionina, en particular la acetilación y la oxidación, siguen siendo poco conocidas, especialmente en el caso de la acetilación. Los métodos de cuantificación convencionales, como la hidrólisis ácida y la derivatización con o-ftalaldehído (OPA), resultan inadecuados para la N-acetil-L-metionina (NAM), ya que la hidrólisis elimina el grupo acetilo y este bloquea el sitio reactivo necesario para el OPA. Para superar estas limitaciones, en este trabajo se propone una nueva metodología que combina la hidrólisis enzimática del PG en condiciones de pH neutro, con el fin de preservar el grupo acetilo en la NAM, junto con cromatografía de interacción hidrofílica acoplada a espectrometría de masas en tándem (HILIC-MS/MS).

Durante el desarrollo del método se evaluaron tres fases estacionarias. La columna XBridge® Amide de 3,5µm (4,6×150mm, Waters) mostró un rendimiento cromatográfico superior al de las demás columnas estudiadas, permitiendo la resolución completa de todos los compuestos objetivo en menos de 25 minutos.

La metodología fue validada, evidenciando un elevado rendimiento analítico. Los límites de detección instrumental oscilaron entre 0,08 y 1,75 µg L⁻¹, mientras que la precisión del método, evaluada mediante recuperaciones aparentes, se situó entre el 88% y el 110%. Debido a la presencia de efectos de matriz significativos, se implementó un método de adición estándar de un punto para la cuantificación de los analitos.

El método validado se aplicó a tres bacterias modelo: *Escherichia coli*, *Bacillus subtilis* y *Streptomyces coelicolor*. Los resultados revelaron patrones específicos de cada especie en la composición de la pared celular. Se observó que la alanina y la glicina son los aminoácidos más abundantes en todas las especies. No obstante, las bacterias Gram-positivas presentaron una oxidación de metionina significativamente mayor que la especie Gram-negativa. Este hallazgo sugiere que la membrana externa de *E. coli* actúa como una barrera protectora frente a oxidantes ambientales, mientras que las gruesas capas de PG de las Gram-positivas se encuentran más expuestas. Además, la metionina sulfona se detectó exclusivamente en esporas de *S. coelicolor*, lo que indica un entorno altamente oxidativo o una menor eficiencia de las reductasas durante la esporulación.

Esta metodología constituye la primera cuantificación de NAM y de sus derivados oxidados en estos modelos bacterianos, proporcionando una plataforma robusta para futuras investigaciones sobre la dinámica de la envoltura bacteriana.

P1-047

An in-tube SPME device for monitoring parabens in environmental water samples

Mirian Sanz-González, Plácido Galindo-Iranzo, Jesús E. Quintanilla-López, Rosa Lebrón-Aguilar

Institute of Physical Chemistry Blas Cabrera (IQF-CSIC), Serrano 119, Madrid (Spain)

Parabens are widely used as preservatives in cosmetics, pharmaceuticals, and personal care products. They have been increasingly detected in wastewater, surface water, and even drinking water as emerging contaminants. Due to their pseudo-persistent nature, endocrine-disrupting effects, bioaccumulation potential, and associated ecotoxicological risks to aquatic organisms [1], sensitive and reliable methods are required for their monitoring in aquatic environments.

In this work, a novel in-tube solid-phase microextraction (IT-SPME) device was developed and evaluated for the determination of parabens in environmental water samples by LC-MS/MS using an off-line extraction-analysis workflow.

The sorbent coating is based on a sol-gel ionic liquid-functionalized hybrid material, whose cation-anion combinations were experimentally selected from candidates predicted by COSMO-RS calculations. The ionic liquid monomers required for the preparation of the different coatings were successfully synthesized. The monomer composition, polymerization conditions, and curing parameters were studied to obtain a robust and reproducible sorbent. As a result, several IL-based coatings were formed in situ on the IT-SPME devices and evaluated, and the most efficient one was selected for further method development. The main operating parameters, including sample pH and volume, desorption solvent and volume, and extraction and desorption flow rates, were optimized. Under the selected conditions, the IT-SPME capillary showed enhanced extraction efficiency for the nine target parabens. In addition, it demonstrated good durability over more than 50 extraction-desorption cycles.

The method was successfully applied to river, artesian well, and spring water samples, demonstrating its suitability for routine monitoring of parabens at trace levels. Therefore, it represents a miniaturized, low-solvent, and environmentally friendly alternative to conventional solid-phase extraction approaches. In these samples, parabens with larger organic substituents were found at the highest concentrations, which is particularly concerning given their greater toxicity.

Acknowledgments

This work is part of the I+D+I project PID2023-149799OB-C22 funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and by ERDF/EU.

References

1. Lincho et al. (2021). *Appl. Sci.*, 11, 2307.

Towards greener and miniaturized paprika metabolomics: LC-HRMS-based multiclass profiling strategy for cultivar discrimination

Araceli Rivera-Pérez^{a,b}, Antonia Garrido Frenich^a

^aResearch Group “Analytical Chemistry of Contaminants”, Department of Chemistry and Physics, CIAIMBITAL, ceiA3, University of Almeria, E-04120 Almeria, (Spain)

^bDepartment of Analytical Chemistry, Faculty of Sciences, University of Granada, Campus Fuentenueva s/n, E-18071, Granada, (Spain)

Paprika (*Capsicum annuum* L.) is a high-value food product whose sensory properties are strongly linked to its carotenoid, capsaicinoid and phenolic composition. In this work, a green and miniaturized UHPLC-Orbitrap-HRMS-based multiclass metabolite profiling strategy targeting solvent-extractable carotenoid-related compounds, capsaicinoids and phenolics was developed and applied to the differentiation of two non-studied Chinese paprika cultivars, Hong Long 23 and ZYH 30 (30 samples per cultivar). A miniaturized micro-ultrasound-assisted extraction (μ -UAE) was optimized using response surface methodology, evaluating ethanol percentage of an aqueous solution (60–80%, v/v) and extraction time (10–30 min), while temperature was kept constant to avoid carotenoid degradation. Optimal conditions (6 min of extraction time and 75% of ethanol) enabled the extraction of 40 mg of sample with only 0.8 mL of the ethanol–water (75:25, v/v) solution containing 0.05% of 3-tert-butyl-4-hydroxyanisole (3-BHA) as an antioxidant. Successful AGREE/AGREEprep (> 0.6) and BAGI scores (> 60) were obtained, highlighting both the greenness and the practical applicability of the proposed method. Metabolite annotation was performed by suspect screening using Compound DiscovererTM supported by an in-house database for carotenoids and capsaicinoids, and Phenol-Explorer 3.6, resulting in the annotation of nearly 40 metabolites (mass error ≤ 5 ppm), mainly at confidence levels 2a and 2b. Multivariate analysis enabled clear cultivar discrimination, yielding a robust OPLS-DA model ($R^2Y = 0.970$, $Q^2 = 0.956$). Five discriminant markers ($VIP > 1.00$) were identified: capsanthin, capsaicin, dihydrocapsaicin, nonivamide and kaempferol 3-O-xylosyl-glucoside. As a further step towards greener and more accessible metabolomics workflows, relative peak-area-based semi-quantitative estimation using the QUANTEM Analytics tool (without relying on expensive and scarcely available analytical standards) confirmed significant compositional differences between cultivars, with higher capsanthin (76.7 mg/kg) and kaempferol 3-O-xylosyl-glucoside (73.3 mg/kg) levels in ZYH 30, while capsaicinoids (1.3–7.8 mg/kg) predominated in Hong Long 23. Overall, the proposed green and miniaturized UHPLC-HRMS profiling approach provides a cost-effective and sustainable tool for paprika cultivar discrimination and comparative chemical characterization.

P1-049

SWIEET-UHPLC-MS/MS for the determination of 35 pyrrolizidine alkaloids in honey: Method optimization and occurrence study

María Álvarez-Romero^a, Ana M. García-Campaña^a, Laura Gámiz-Gracia^a, Maykel Hernández-Mesa^a.

^a Department of Analytical Chemistry, Faculty of Sciences, University of Granada, Campus Fuentenueva s/n, E-18071 Granada, (Spain)

Pyrrolizidine alkaloids and their *N*-oxides (PAs and PANOs) are plant secondary metabolites with hepatotoxic and carcinogenic potential in humans [1]. Their presence in honey stems from their occurrence in the pollen of certain plants. Commission Regulation (EU) 2023/915 recommends monitoring 35 PAs and PANOs in various matrices, establishing maximum levels for the sum of these compounds [2]. This study aimed to optimize the separation and determination by ultra-high performance liquid chromatography and tandem mass spectrometry (UHPLC-MS/MS) of these 35 analytes in honey. To this end, 10 columns with varying stationary phases (C8, C18, PBr, Biphenyl) and dimensions (100-150 mm length; 1.6-2.6 μ m particle size) were evaluated for peak capacity and efficiency. Optimal separation was achieved using an Acquity UPLC CSH C18 column (150 $\times$ 2.1 mm, 1.7 μ m). Chromatographic parameters, including flow rate (0.4 mL/min), column temperature (40°C), mobile phase composition (A: H₂O, 10mM NH₄HCO₂ (pH:8); B: MeCN), and injection volume (5 μ L), were optimized using triple quadrupole (QqQ)-MS/MS in multiple reaction monitoring (MRM) mode with positive electrospray ionization (ESI). Sample preparation was performed using the SWIEET (Sugar-Water-Isopropanol-Ethyl Nitrile Extraction Technique) approach, optimized via a Draper–Lin experimental design, specifically regarding the extractant volume (4 mL), re-extractant volume (4.12 mL), extractant solvent (MeCN:IPA (78:22, v/v)) and glucose concentration (2.5 M). SWIEET proved to be highly effective for this complex matrix, yielding recoveries > 65.6%. Method validation was carried out according to the SANTE/11312/2021 guideline [3]. Due to the minimal matrix effects observed, external calibration with weighted least squares (WLS) regression to correct heteroscedasticity ($r > 0.99$) was applied, yielding limits of quantification (LOQs) between 0.11 μ g/kg (heliotrine) and 3.40 μ g/kg (usaramine). Trueness (% recoveries) ranged from 60 to 120% for all analytes with satisfactory precision (RSDs < 20%). The validated method was applied to honey samples from different botanical sources, confirming the presence of PAs.

Acknowledgments

This work was supported by project PID2024-162715OB-I00, funded by MICIU /AEI /10.13039/501100011033 / FEDER, UE; project CNS2024-154893, funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033. M.H.-M. gratefully acknowledges the grant RYC2023-044255-I, funded by MCIU/AEI/10.13039/501100011033 and FSE+.

References

- [1] Brugnerotto, P. et al. (2025). Comprehensive review of pyrrolizidine alkaloids in bee products: Occurrence, extraction, and analytical methods. *Food Chemistry*, 144211.
- [2] European Commission. (2023). Commission regulation (EU) 2023/915 of 25 April 2023 on maximum levels for certain contaminants in food and repealing regulation (EC) no 1881/2006. *Official Journal of the European Union*, 119, 103–157.
- [3] SANTE/11312/2021. (2021). Analytical quality control and method validation procedures for pesticide analysis in food and feed SANTE 11312/2021v2.

De la simulación molecular al sensor electroquímico: Polímeros de impresión molecular para la determinación de meloxicam

Daniel Obregon^a, Jesús Valdiviezo^b, María R. Sun-Kou^b, Lorena Vidal^c, Francisco Montilla^d, María del Pilar Taboada-Sotomayor^e, Gino Picasso^a

^aTecMARA, Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería, Av. Túpac Amaru 210, Lima (Perú)

^bSección de Química, Departamento de Ciencias. Pontificia Universidad Católica del Perú, Lima (Perú)

^cDepartamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología e Instituto Universitario de Materiales, Universidad de Alicante (España)

^dDepartamento de Química Física e Instituto Universitario de Materiales, Universidad de Alicante (España)

^eInstituto de Química, Universidad Estatal Paulista Julio de Mesquita Filho, Araraquara, São Paulo (Brasil)

Los productos farmacéuticos son contaminantes emergentes con efectos persistentes en el medio ambiente. Entre ellos, el meloxicam, un fármaco antiinflamatorio de uso generalizado, presenta ecotoxicidad en organismos acuáticos¹, lo que hace necesarios métodos de cuantificación rápidos, selectivos y de bajo coste. Los polímeros con impresión molecular (MIP, *molecular imprinted polymer*) constituyen una alternativa prometedora para el desarrollo de sensores electroquímicos. El modelado computacional, en particular el método semiempírico GFN2-xTB², permite el diseño racional de los MIP y reduce el número de ensayos experimentales. En este trabajo, se combinan estas herramientas para desarrollar un sensor electroquímico basado en un MIP para la determinación de meloxicam. Mediante el acoplamiento GFN2-xTB y la dinámica molecular (GAFF2, 100 ns), se seleccionaron *in silico* los complejos más estables de meloxicam con monómeros funcionales y con el agente reticulante. Posteriormente, se sintetizaron el MIP y los polímeros no impresos (NIP, *non-imprinted polymer*) con los monómeros seleccionados (MAA, ácido metacrílico; AAm, acrilamida; 2HA, acrilato de 2-hidroxietilo) y el agente reticulante (TRIM, trimetacrilato de trimetilolpropano). Los sensores electroquímicos se prepararon utilizando pasta de carbono modificada con el MIP y el meloxicam se determinó mediante voltamperometría de pulso diferencial (DPV).

La señal de corriente más alta se obtuvo con el polímero basado en 2HA, correspondiente al complejo molécula-plantilla-2HA de menor energía identificado en los cálculos. Además, la intensidad de la señal aumentó con la proporción de reticulante. Los resultados de la dinámica molecular respaldan la preferencia por el TRIM observándose consistencia en el RMSD (*Root Mean Square Deviation*), que indica la estabilidad del complejo en el tiempo; en el RMSF (*Root Mean Square Fluctuation*), que muestra que los residuos clave en la interfaz de unión no fluctúan excesivamente; en la persistencia de los enlaces de hidrógeno, que evidencia interacciones específicas mantenidas constantemente; y en la RDF (*Radial Distribution Function*), que refleja una disposición espacial ordenada y favorable de las moléculas.

Agradecimientos: Esta investigación ha sido financiada por CONCYTEC/PROCIENCIA (Perú) mediante el proyecto PE501089903-2024 (E033-2023-01-BM). JV también agradece al centro DataCore de la PUCP por proporcionar la infraestructura computacional.

Referencias

1. Liang, C. et al. (2025). *Sci. Total Environ.* 969, 178927.
2. Bannwarth, C. et al. (2019). *J. Chem. Theory Comput.* 15, 1652–1671.

P1-051

Impacto de los datos de tercer orden en la eficiencia de métodos supervisados aplicados a la autenticación de alimentos

Elena Gago Prieto^{a*}, Héctor Goicoechea^b, Arsenio Muñoz de la Peña^a, Isabel Durán Martín-Merás^a, Mirta Raquel Alcaraz^a (*egagopri@alumnos.unex.es)

^aUniversidad de Extremadura, (España); ^bUniversidad Nacional del Litoral (Argentina)

El uso de datos multidimensionales en la Química Analítica ha demostrado ser particularmente útil en el estudio de productos agroalimentarios, donde la complejidad de las matrices y la presencia de interferencias requieren estrategias de análisis avanzadas. En este contexto, la espectroscopia de excitación-emisión de fluorescencia constituye una herramienta versátil, sensible y accesible para la obtención de información multicomponente.

La adquisición de datos de segundo orden mediante el registro de matrices de excitación-emisión (EEMs) puede ampliarse a través del acoplamiento con variables experimentales adicionales, como la fotodegradación inducida por radiación UV, dando lugar a estructuras de datos de tercer orden que incrementan significativamente el contenido informativo del sistema. No obstante, la eficacia de los métodos quimiométricos de clasificación de orden superior y la verdadera ventaja del tercer orden aún requieren una evaluación sistemática, considerando que la estructura de los datos, condicionada por el diseño instrumental y experimental, influye directamente en la eficiencia del análisis quimiométrico.

En este trabajo se evalúa el impacto de la generación de datos de tercer orden en la capacidad predictiva de métodos quimiométricos aplicados a la autenticación de alimentos. Para ello, se desarrolló un sistema basado en espectroscopía EEM acoplada a un fotorreactor en flujo bajo con irradiación UV continua, generando un conjunto de datos tridimensionales mediante el seguimiento de la evolución espectral de las muestras. La metodología se aplicó al estudio de azafrán en hebras, un producto de alto valor económico particularmente susceptible a fraude y adulteración. Se analizaron veinte muestras de azafrán procedentes de diferentes países y regiones españolas.

El tratamiento quimiométrico combinó enfoques exploratorios y de clasificación, utilizando los scores de PARAFAC como descriptores en modelos no supervisados (PCA HCA), seguidos de modelos supervisados (SIMCA y LDA), evaluando la capacidad de los modelos para discriminar entre muestras de distinta procedencia geográfica.

Los resultados obtenidos evidencian que la incorporación de información de tercer orden mejora la estructura de los datos y la capacidad de resolución de los métodos de clasificación, facilitando la discriminación entre muestras y la interpretación de patrones en muestra complejas.

Agradecimientos

Ayuda a Grupos de Investigación de la Junta de Extremadura (GR24111), 85% cofinanciado por los Fondos Europeos para el Desarrollo Regional y Junta de Extremadura. Autoridad de Gestión, Ministerio de Hacienda. EGP: UEx Acción II del Plan Propio de Investigación y Transferencia. MRA: Ayuda Programa Ramón y Cajal (RYC2023-043324-I) financiada por MICIU/AEI/10.13039/501100011033 y por el FSE+.

Desarrollo de metodologías rápidas basadas en espectrometría de masas para la estimación del sexo de individuos antiguos mediante el análisis de péptidos del esmalte dental

Miguel del Nogal Sánchez^a, Ana María Casas-Ferreira^a, Carmen Mena-Iglesias^a, María Teresa Fernández del Campo García^a, Rebeca García González^b y José Luis Pérez Pavón^a

^aDpto. Química Analítica, Nutrición y Bromatología. Universidad de Salamanca

^bLaboratorio de Evolución Humana. Universidad de Burgos

La arqueología se enfrenta al desafío de reconstruir la estructura social y demográfica de las civilizaciones antiguas, siendo la determinación del sexo de los individuos un pilar fundamental para este propósito. Tradicionalmente, se ha recurrido a la evaluación osteológica o al análisis de ADN antiguo para lograrlo. Sin embargo, estas técnicas presentan limitaciones: los huesos de los individuos infantiles carecen de rasgos diferenciadores y el material genético tiende a degradarse con el tiempo. Ante estas dificultades, el análisis por espectrometría de masas de los péptidos de la proteína amelogenina se presenta como una solución eficaz [1-3] ya que aprovecha el dimorfismo de sus variantes AMELX y AMELY y la estabilidad química del esmalte dental.

El análisis de estos péptidos se ha realizado mediante métodos basados en cromatografía de líquidos y espectrometría de masas de alta resolución (LC-HRMS). Aunque estos métodos ofrecen excelentes resultados, requieren tiempos cromatográficos prolongados, 60 minutos o más, y dependen de instrumentación costosa que limita su uso en muchos laboratorios. En respuesta a estas limitaciones, en este trabajo, se han desarrollado cuatro métodos rápidos. Inicialmente, se pusieron a punto dos métodos basados en LC-MS, empleando detectores de alta resolución (Orbitrap) y de baja resolución (triple cuadrupolo), logrando reducir el tiempo cromatográfico a 7 minutos. Posteriormente, se desarrollaron otros dos métodos sin separación cromatográfica basados en análisis por inyección en flujo y espectrometría de masas (FIA-MS), los cuales reducen el tiempo de análisis a tan solo 1 minuto. En este caso se utilizaron, de nuevo, los dos detectores mencionados previamente.

Los cuatro métodos han sido validados con disoluciones patrón y se han obtenido resultados adecuados y similares en todos los casos si bien, los límites de detección de los métodos que incluyen separación son un orden de magnitud inferiores. El uso de FIA-MS permite procesar un gran número de individuos en un periodo de tiempo muy pequeño. Asimismo, se ha demostrado que los espectrómetros de masas de baja resolución son eficaces para la determinación del sexo, lo que hace que el análisis sea accesible para un mayor número de laboratorios que pueden permitirse dichos instrumentos. Finalmente, estas metodologías se emplearon con éxito para la determinación del sexo de un conjunto de individuos medievales de Burgos.

Referencias

1. Casas-Ferreira et al. (2022). *Microchem. J.*, 181, 107645.
2. Santa Cruz et al. (2026). *Archaeol. Anthropol. Sci.*, 18, 65.
3. Muñoz-Guarinos et al. (2025). *Anat. Rec.*, 1-19.

P1-053

Evaluation of Pyrrolizidine Alkaloids in Spanish Protected Designation of Origin (PDO) Honeys using SPE-UHPLC-MS/MS

Laura Gámiz-Gracia^a, María Álvarez-Romero^a, Ana M. García-Campaña^a, Maykel Hernández-Mesa^a

^a Department of Analytical Chemistry, Faculty of Sciences, University of Granada, Campus Fuentenueva s/n, E-18071 Granada, (Spain)

Honeys produced across various geographical regions in Spain are highly valued for their distinct organoleptic characteristics, with many being recognized under the Protected Designation of Origin (PDO) status. However, the quality and safety of these products can be compromised by the presence of pyrrolizidine alkaloids (PAs) and their N-oxides (PANOs), which are natural plant toxins synthesized as secondary defense metabolites [1]. Given their potential toxicity, Commission Regulation (EU) 2023/915 has established maximum levels for the sum of 35 PAs/PANOs in food matrices, including honey [2]. Despite the importance of these quality-labeled products, there is a lack of studies in Spain correlating the geographical origin of PDO honeys with their PAs/PANOs concentrations. This study aimed to determine whether significant differences in PA content exist among various Spanish PDOs. To achieve this, 73 PDO honey samples from Granada, Málaga, Tenerife, Ibiza, Asturias, Liébana, Galicia, and La Alcarria were analyzed.

The analytical methodology involved a solid-phase extraction (SPE) cleanup step using Oasis MCX cartridges, followed by a UHPLC-MS/MS method with a triple quadrupole (QqQ) analyzer, operating in multiple reaction monitoring (MRM) mode with positive electrospray ionization (ESI+). Chromatographic separation was performed on an ACQUITY BEH C8 column (2.1 x 100 mm, 1.7 µm particle size). The mobile phase consisted of (A) water with 5 mM ammonium formate and 0.1% formic acid, and (B) acetonitrile with 0.1% formic acid. A gradient elution was applied, starting at 100% aqueous phase, with a flow rate ramp from 0.3 to 0.4 mL/min. The injection volume was 7.5 µL and the column temperature was maintained at 20 °C.

The method was fully validated according to the SANTE/11312/2021 guideline [3]. The results revealed the presence of PAs across all studied regions, highlighting the critical need for advanced analytical profiling to ensure the authenticity and food safety of premium Spanish honeys.

Acknowledgments: This work was supported by project PID2024-162715OB-I00, funded by MICIU /AEI /10.13039/501100011033 / FEDER, UE; and project CNS2024-154893, funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033. M.H.-M. gratefully acknowledges the grant RYC2023-044255-I, funded by MCIU/AEI/10.13039/501100011033 and FSE+.

References

1. Lucatello, L. et al. (2021). *J. Food Compos. Anal.* 104, 104182.
2. European Commission. (2023). *OJEU*, 119, 103.
3. SANTE/11312/2021 (2021). Analytical quality control and method validation procedures for pesticide analysis in food and feed SANTE 11312/2021v2.

P1-054

Eliminación y riesgo ecotoxicológico de contaminantes emergentes en estaciones depuradoras de aguas residuales: influencia del tratamiento y las condiciones estacionales

Natalia Melones-Peña, Elsa Carmen Maroto-Melle, Emma Gracia-Lor

Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid, (España)

Las plantas de tratamiento de aguas residuales (EDAR) constituyen una fuente relevante de contaminantes emergentes en el medio ambiente debido a la eliminación incompleta de compuestos como drogas legales e ilegales, lo que puede implicar riesgos ecotoxicológicos incluso a bajas concentraciones.

El objetivo de este estudio fue evaluar la eficacia de eliminación de contaminantes emergentes en tres EDAR de Madrid con diferentes tratamientos de depuración, así como analizar la influencia de las condiciones estacionales y estimar el riesgo ecotoxicológico asociado. Para ello, se realizó un estudio comparativo entre una planta con tratamiento secundario biológico y dos plantas con tratamientos terciarios basados en oxidación avanzada (ozono y ozono-UV). En total se tomaron 168 muestras a lo largo de las cuatro estaciones del año. Se determinaron las concentraciones en influentes y efluentes, calculándose la eficacia de eliminación para cada compuesto. El riesgo ecotoxicológico se evaluó mediante unidades tóxicas (TU_{chem}), a partir de las concentraciones halladas en las muestras de efluente y valores de toxicidad (EC_{50}/LC_{50}) para algas, dafnias y peces.

Los tratamientos terciarios mostraron, en general, mayores eficacias de eliminación y menores valores de TU_{chem} frente al tratamiento secundario convencional. En particular, la combinación de ozono y UV presentó menores valores de TU_{chem} . Sin embargo, estos tratamientos no garantizaron la eliminación completa de todos los compuestos. Los compuestos hidrofílicos, como la cafeína y el sulfato de etilo, mostraron altas eficacias de eliminación (>85 %), mientras que otros, como MDMA y metanfetamina, presentaron eliminaciones más bajas y variables. No se observó una tendencia estacional para la mayoría de los contaminantes, aunque algunos mostraron una ligera mejora en meses más calurosos, posiblemente relacionada con mayor actividad microbiana y procesos fotoquímicos. Las algas fueron los organismos más sensibles.

Los resultados obtenidos ponen de manifiesto las limitaciones de los tratamientos convencionales y el potencial de los tratamientos terciarios para mejorar la eliminación de contaminantes emergentes. Asimismo, la variabilidad observada en la eliminación entre los compuestos subraya la necesidad de optimizar los procesos de oxidación avanzada.

Agradecimientos

Financiado por la Delegación del Gobierno para el Plan Nacional sobre Drogas (EXP2022/008817), con fondos NextGenerationEU, y con el apoyo de Madrid Salud y el Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades (PID2023-148425NB-I00).

Referencias: Melones-Peña et al. (2025). J Hazard Mater, 499, 1402

Determination of pyrrolizidine and tropane alkaloids in food by ultra high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

F.A. Esteve-Turrillas, J. Ortiz-Loaiza, P. Ponz-Perelló, O. Expósito-Atienza, O. Pardo
Analytical Chemistry Department, University of Valencia, Burjassot (Spain)

Pyrrolizidine alkaloids (PAs) and tropane alkaloids (TAs) are secondary metabolites produced by numerous plant species. PAs are classified as hepatotoxic by the European Food Safety Authority (EFSA) [1] and as possibly carcinogenic by the International Agency for Research on Cancer (IARC). TAs are neurotoxic compounds responsible for anticholinergic syndrome [2]. Due to their toxicity and presence in food, maximum limits have been established in the European Union under Commission Regulation (EU) 2023/915 [3]. The occurrence of these alkaloids in the food chain highlights the need for reliable analytical methodologies to monitor the current levels. This study describes the development of a method for the determination of 28 PAs and 2 TAs in food, based on ultra high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UHPLC-MS/MS). High analytical sensitivity was achieved, with limits of detection ranging from 0.2 to 6.0 µg/kg. Different clean-up sorbents were evaluated, including C18, PSA, MgSO₄, graphitized carbon black (GCB), and Z-SEP. Among them, C18 and PSA provided the best recoveries and were therefore selected. The proposed method was applied to different food groups, specifically teas, spices, seeds, and aromatic herbs. Significant differences in matrix effects were observed among the different sample groups; thus, alkaloids determination was performed using matrix-matched calibration curves using deuterated scopolamine as internal standard. The method was validated according to Implementing Regulation 2023/2783, assessing its linearity, sensitivity, accuracy, and precision. More than 60 food samples were analyzed using the proposed methodology with a notable prevalence of scopolamine, erucifoline, retronecine *N*-oxide, seneciphylline, senecionine, senecivernine, and heliotrine alkaloids.

Acknowledgments

Project PID2024-162569OB-I00 and PRE2024-002638 financed by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and by FEDER, UE.

References

- [1] EFSA Panel on Contaminants in the Food Chain (CONTAM) (2011). Scientific Opinion on Pyrrolizidine alkaloids in food and feed. *EFSA Journal*; 9(11):2406. [134 pp.]
- [2] EFSA CONTAM Panel (EFSA Panel on Contaminants in the Food Chain) (2013). Scientific Opinion on Tropane alkaloids in food and feed. *EFSA Journal* 2013; 11 (10):3386, 113 pp.
- [3] Commission Regulation (EU) 2023/915 of 25 April 2023 on maximum levels for certain contaminants in food and repealing Regulation (EC) No 1881/2006. *Official Journal of the European Union*, 119, 103-157. <https://eur-lex.europa.eu/eli/reg/2023/915/>

Evaluating the effect of microplastics in the adsorption-desorption processes of antibiotics in agricultural soil

Lúcia H.M.L.M. Santos^a, Jesús M. Marín-Benito^a, M. Sonia Rodríguez-Cruz^a

^a Institute of Natural Resources and Agrobiology of Salamanca (IRNASA-CSIC), (Spain)

The agricultural sector has become a major consumer of plastics, which are crucial for improving agricultural production. This has led to soils becoming major sinks for microplastics, which can be directly introduced by the use of plastics in agriculture (e.g., plastic mulching, plastic pipes, greenhouse materials) or indirectly due to sewage sludge or compost application and wastewater irrigation. However, microplastics in agricultural soils may act as sorbents for co-occurring organic contaminants of emerging concern, such as antibiotics, which may affect the mobility and persistence of emerging contaminants in soil. Nevertheless, studies focusing on the interaction between microplastics and antibiotics in agricultural soils and its impact on the dynamics of antibiotics in soil are scarce. In this study, a batch experiment was conducted to assess the effect of two types of microplastics, polyethylene (PE) (a conventional plastic) and polylactic acid (PLA) (a biodegradable plastic), on the adsorption-desorption processes of antibiotics in sandy loam soil. Sulfamethoxazole and ciprofloxacin were chosen as representatives of the sulfonamide and fluoroquinolone antibiotic families, respectively. For each antibiotic, adsorption experiments were performed with three treatments: soil, soil + 1% PE microplastics, and soil + 1% PLA microplastics. Adsorption kinetics experiments were performed to calculate the time to reach equilibrium, and a 1 mg/L solution of sulfamethoxazole or ciprofloxacin was used. For the adsorption isotherms experiments, individual antibiotic solutions at initial concentrations of 0.5, 0.75, 1, 2, and 5 mg/L were added to each treatment. The samples were shaken in the dark at 20 °C. Desorption experiments were performed on the treatment of 5 mg/L antibiotic solution, after adsorption experiments being concluded, by four sequential withdraw-replace steps. In each step, a 5 mL aliquot was taken from the solution and replaced with 5 mL of ultrapure water. Adsorption kinetics and isotherms were analysed using liquid chromatography coupled with mass spectrometry (HPLC-MS). Different microplastics may affect the adsorption-desorption processes of antibiotics in agricultural soil differently, which may modify their environmental fate or have no impact on antibiotic adsorption-desorption, as observed for sulfamethoxazole.

Acknowledgments

This work is part of the Ramón y Cajal contract of Lúcia H.M.L.M. Santos (RYC2022-036245-I) funded by MCIN/AEI/10.13039/501100011033 and by FSE+. Work supported by Project "CLU-2025-2-02—Unit of Excellence IRNASA_CSIC", funded by the Junta Castilla y León and co-funded by the European Union (FEDER "Europe boosts our growth"), and Project "DEEP-MaX-2024_IRNASA" funded by CSIC. The authors acknowledge the financial support of the project iMPact-SOIL funded by "Programa REDES IRNASA-CSIC". The authors thank B. Sánchez for his technical assistance.

P1-057

On-line aptamer affinity solid-phase extraction capillary electrophoresis-mass spectrometry for procalcitonin epitope mapping via *in situ* enzymatic digestion

Rakhshanda Rafibayli^a, Roger Pero-Gascon^a, Laura Pont^{a,b}, Fernando Benavente^a

^aDepartment of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, Institute for Research on Nutrition and Food Safety (INSA-UB), University of Barcelona, 08028, Barcelona (Spain)

^bSerra Húnter Program, Generalitat de Catalunya, 08007, Barcelona (Spain)

Procalcitonin (PCT) is a key protein biomarker for bacterial infections and sepsis, whose determination in serum requires highly sensitive and selective analytical methods, commonly based on antibody- or aptamer- mediated recognition^{1,2}. To rationalize antibody and aptamer selection, epitope mapping is essential to elucidate protein-antibody/aptamer interactions and to identify the specific binding regions responsible for high affinity and selective recognition. Building on our previous work on an on-line aptamer affinity solid-phase extraction capillary electrophoresis-mass spectrometry (AA-SPE-CE-MS) method for the analysis of PCT in serum², as well as different strategies for the analysis of protein biomarkers by on-line enzymatic digestion CE-MS³, we herein present a fully integrated epitope mapping approach. AA-SPE *in situ* enzymatic digestion CE-MS (AA-SPE-ISD-CE-MS) combines selective protein retention by AA-SPE, controlled washing, *in situ* tryptic digestion, removal of non-epitope peptides, and elution of epitope peptides prior to CE-MS separation and identification. Key parameters, including protein loading, enzyme solution concentration, enzyme plug length and position, digestion time, and pressure-assisted separation, were optimized to ensure method robustness. Under optimized conditions, PCT peptide [96–116], containing one missed cleavage, was selectively detected with good repeatability in migration times and peak areas at 10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ of digested protein, achieving a limit of detection (LOD) of 2.5 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$. In addition, control experiments using a scrambled-DNA sequence confirmed this peptide as an epitope associated with selective aptamer recognition. Overall, this fully integrated approach enables rapid, direct, and reliable identification of aptamer-binding regions in PCT while minimizing reagent and sample consumption and reducing handling steps. It thus provides a robust and high-throughput platform for detailed epitope characterization in protein-aptamer interactions, with potential extension to protein-antibody systems.

Acknowledgments

This study was supported by grant PID2024-160071OB-I00 and María de Maetzu Unit of Excellence (Grant CEX2021-001234-M) funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033. RR thanks the “State Program on increasing the international competitiveness of the higher education system in the Republic of Azerbaijan for 2019-2023” for a PhD fellowship.

References

1. Huynh et al. (2021). *Anal. Bioanal. Chem.*, 413, 4707.
2. Pont et al. (2025). *J Chromatogr A*, 1758, 466183.
3. Salim et al. (2025). *Anal. Chim. Acta*, 1373, 344497.

Efecto de la exposición crónica a Zn en la composición elemental, isotópica y de metaloproteínas en tejido hepático de un modelo murino APP/PS1

Marta Marina^a, Lara Lobo^{a*}, Marta Costas-Rodríguez^b, Lana Abou-Zeid^c, Héctor González-Iglesias^{d,e}, Frank Vanhaecke^c y Rosario Pereiro^a

^a Departamento de Química Física y Analítica, Universidad de Oviedo (España)

^b Departamento de Química Analítica y Alimentaria, Universidad de Vigo (España)

^c Department of Chemistry, Ghent University (Bélgica)

^d Fundación de Investigación Oftalmológica Fernández-Vega, Instituto de Investigación Sanitaria del Principado de Asturias (ISPA), Oviedo (España)

^e Instituto Productos Lácteos del Principado de Asturias (España)

El ratón APP/PS1 es un modelo murino transgénico caracterizado por la acumulación cerebral de β -amiloide, ampliamente utilizado para estudiar procesos asociados a la neurodegeneración y al envejecimiento. El Zn es un elemento esencial que participa en numerosas funciones biológicas, entre ellas la regulación de la señalización celular y la protección frente al estrés oxidativo e inflamatorio. La exposición crónica a concentraciones elevadas de Zn puede alterar los mecanismos homeostáticos que regulan su distribución, especialmente su interacción con otros metales esenciales como el Cu, cuyo metabolismo está estrechamente relacionado. Así, resulta necesario evaluar el impacto a largo plazo de una exposición controlada de Zn sobre la homeostasis hepática de metales esenciales.

En este trabajo, se ha llevado a cabo un estudio integral en tejido hepático de ratones APP/PS1 y de su cepa control, con el objetivo de caracterizar los efectos de una exposición prolongada a niveles elevados de Zn (30 mg/L en agua de bebida, desde el primer mes de vida hasta los 16 meses) sobre el metabolismo del Cu y Zn. El tejido hepático se utilizó como órgano diana para evaluar alteraciones metabólicas inducidas por la exposición crónica a Zn.

Estos estudios se han llevado a cabo a nivel de composición elemental, isotópica y de metaloproteínas asociadas a la exposición a Zn y/o al modelo transgénico. A tal fin, se han empleado técnicas de espectrometría de masas con fuente de plasma de acoplamiento inductivo (ICP-MS) para análisis elemental total, cromatografía líquida acoplada a ICP-MS y dilución isotópica post-columna para la especiación cuantitativa de Cu y Zn, así como espectrometría de masas con multicollector (MC-ICP-MS) para la determinación de la composición isotópica de ambos elementos. Este enfoque analítico permite evaluar de forma cuantitativa como una exposición crónica elevada a Zn modula la homeostasis hepática de Zn y Cu, proporcionando información sobre redistribución elemental, fraccionamiento isotópico y regulación de metaloproteínas en sistemas biológicos complejos.

Agradecimientos: Se agradece la financiación recibida en los proyectos PID2022-137319OB-C21 y C22 del Ministerio de Ciencia e Innovación y IDE/2024/000694 del Gobierno del Principado de Asturias y el Programa FEDER de la EU a través de la Agencia SEKUENS. Marta Marina-Latorre agradece al Principado de Asturias la beca Severo Ochoa PA-23-BP22-183. Marta Costas-Rodríguez agradece la ayuda RYC2021-033874-I del 'programa Ramón y Cajal', financiada por el MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y por la Unión Europea "NextGenerationEU"/PRTR y al proyecto ED431F2024/26 de la Xunta de Galicia.

P1-059

Evaluación de la sostenibilidad y rendimiento analítico de DART-MS frente a UHPLC-QTOF para el screening de paracetamol en orina.

Sergio Cortés-Bautista^a, Roció Navarro-Utiel^b y Pilar Campíns-Falcó^b

^aDepartamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad de Salamanca, Salamanca (España).

^bGrupo de investigación MINTOTA, Departamento de Química Analítica, Facultat de Química, Universitat de València, Burjassot, Valencia (España).

Resumen

El diagnóstico rápido de sobredosis por paracetamol (APAP) es crucial para la intervención clínica y la prevención de hepatotoxicidad. Este trabajo evalúa el potencial de la ionización ambiental mediante DART-MS, comparando un analizador de cuadrupolo simple (DART-Q) y uno de alta resolución (DART-QTOF) frente a la técnica de referencia UHPLC-QTOF.

Se optimizó el pretratamiento de muestra consistente en desproteización con ácido fórmico y extracción en fase sólida (SPE-C18). El método DART-MS permitió el análisis secuencial de 12 extractos en 10 minutos, alcanzando límites de detección (LOD) de alrededor de 10 mg·L⁻¹ (DART-Q y DART-QTOF). Aunque estos límites son órdenes de magnitud superiores al obtenido por UHPLC-QTOF (1 µg·L⁻¹), resultan adecuados para la detección de niveles tóxicos en orina. Los perfiles de excreción urinaria tras la ingesta de 1 g de APAP fueron comparables entre las tres plataformas, identificando con éxito la ventana de máxima excreción (0-5 h).

La sostenibilidad del método se cuantificó mediante la herramienta HEXAGON. Las plataformas DART redujeron la huella de carbono entre un 45% y 62% respecto a UHPLC-QTOF (0.34-0.50 vs. 0.91 kg CO₂/muestra), principalmente por la eliminación de la fase móvil cromatográfica y la reducción del tiempo instrumental. El sistema DART-Q se presenta como la opción más eficiente en términos de coste-beneficio (ahorro operativo del 50%), posicionándose como una herramienta de screening robusta y de bajo impacto para laboratorios clínicos de emergencia.

Agradecimientos

Los autores agradecen la financiación de MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y de la UE "ERDF A way of making Europe" (PID2021-124554NB-I00), de la Conselleria de Educación, Universidades y Empleo-Generalitat Valenciana (CIPROM/2023/46) y de EU FEDER-Generalitat Valenciana (ID-FEDER/2018/049).

Referencias

1. Ballester-Caudet et al. (2019). *TrAC*, 118, 538-547.

Evaluation of Pesticide Residue Exposure Profile in Olive Grove Workers By GC-HRMS

D. Moreno-González^{a,b}, G.C. Martos de la Fuente^a, D. Castilla-Fernández^a, A.J. Rascón^{a,b}, A. M. Fernández-Ocaña^c, J.F. García-Reyes^{a,b}

^a Universidad de Jaén, Analytical Chemistry Research Group (FQM 323), Departamento de Química Física y Analítica, Campus Las Lagunillas Edif. B3, 23071, Jaén, Spain.

^b Universidad de Jaén. Instituto Universitario de Investigación en Olivar y Aceites de Oliva (INUO).

^c Universidad de Jaén, Departamento de Biología Animal, Biología Vegetal y Ecología, Campus Las Lagunillas Edif. B3, 23071, Jaén, Spain.

Occupational pesticide exposure in agriculture is a key public health concern within the exposome framework, which aims to characterize environmental exposures throughout an individual's lifetime comprehensively. Biological matrices like blood or urine are typically used in exposomic studies, but offer only a temporal snapshot. In contrast, silicone wristbands are innovative passive samplers that integrate personal exposure over time non-invasively. In this study, a novel analytical strategy combining targeted and untargeted approaches using GC-HRMS has been proposed to investigate pesticide exposure in agricultural workers involved in intensive olive cultivation. First, a target multi-residue method was developed and validated for over 100 pesticides, including organochlorines, organophosphates, carbamates, pyrethroids, herbicides, and fungicides, and some of their metabolites. To isolate the compounds of interest from the silicone wristbands, the sample treatment was optimized, involving ethyl acetate extraction, followed by a dSPE clean-up step using EMR-Lipid sorbent. The targeted method showed satisfactory analytical performance, with median recoveries of 76.8%, excellent linearity ($R^2 > 0.99$), and LOQs at ppb levels. Subsequently, an untargeted workflow was applied using the same GC-Orbitrap platform (Orbitrap Exploris GC 240) coupled with Compound Discoverer software, enabling comprehensive feature detection, high mass accuracy, and retrospective data analysis. Both strategies were applied to evaluate the pesticide residue profile of 11 Spanish olive grove workers. The results revealed that up to 60 pesticide-related compounds were detected per individual. Organophosphate insecticides were the most prevalent class, and notably, 35% of detected compounds are not currently approved under EU regulations, suggesting potential non-compliance. Furthermore, cumulative risk assessment for acetylcholinesterase inhibitors indicated that more than half of the workers exceeded recommended safety thresholds, emphasizing the importance of mixture toxicity in occupational health evaluations. In summary, this work establishes silicone wristbands as passive sampling, combined with a sequential targeted and untargeted GC-HRMS workflow. This method enables more precise exposure assessment, highlights potential regulatory gaps, and strengthens risk evaluation for agricultural workers.

Acknowledgments

The authors acknowledge the Ministry of Science and Innovation for funding the research project (CNS2022-135439). DMG extends thanks to the Ministry of Science and Innovation for the Ramón y Cajal contract (RYC2022-035915-I).

Decoding Female Reproductive Exposome: a LC-HRMS-Based Analysis for Follicular Fluid Characterisation

Esther González-Infante^{a,b}, Aitziber Yecora-Burutxaga^a, Irune Naranjo-Amarika^a, Larraitx Etxebarria-Luis^a, María Díaz-Nuñez^c, Roberto Matorras^{c,d,e}, Estibaliz Olabarrieta^{f,g}, Lide Totorikagüena^f, Ailette Prieto^{a,b}, Maitane Olivares^{a,b}, Iker Alvarez-Mora^{a,b}, Naiara Agirregoitia^f, Juan F. Ayala-Cabrera^{a,b} and Olatz Zuloaga^{a,b}

^a Department of Analytical Chemistry, University of the Basque Country (UPV/EHU), 48940 Leioa, Basque Country (Spain). ^b Research Centre for Experimental Marine Biology and Biotechnology, University of the Basque Country (PIE-UPV/EHU), Areatza Hiribidea 47, Plentzia 48620 (Spain). ^c Reproduction Unit, Cruces Hospital, Biocruces Health Research Institute BIOEF, Basque Country, Spain. ^d Department of Gynecology and Obstetrics Faculty of Medicine and Nursing University of the Basque Country Vizcaya Spain. ^e IVI Bilbao Vizcaya Spain. ^f Department of Physiology. Faculty of Medicine and Nursery, University of the Basque Country, Spain. ^g Department of Pharmacology, University of the Basque Country (UPV/EHU), Leioa, Basque Country, Spain

Exposure to chemical compounds is increasingly being tied to with female reproductive disorders such as endometriosis or polycystic ovary syndrome (PCOS). Follicular fluid is emerging as a unique microenvironment offering a singular opportunity to unveil the female exposome. Yet most studies have focused on a limited number of target compounds of interest^{1,2}—bisphenols or perfluoroalkyl carboxylic and sulfonic acids, and other known endocrine disrupting substances—, leaving the broader chemical space largely unexplored. To address this gap, a comprehensive multitarget analysis covering more than 300 organic xenobiotics was carried out using liquid chromatography coupled with high-resolution mass spectrometry (LC-HRMS). Prior to instrumental analysis, an ACN-based protein precipitation extraction was performed followed by vortex and centrifugation. The method showed good linearity ($R^2 > 0.99$) and detection capability (procedural LOQ $< 1 \text{ ng g}^{-1}$ for 57% of the analytes) with good precision (RSD $< 30\%$) and trueness (Rel. error $< 30\%$). Validation at two concentration levels ($n=3$), 5 ng g^{-1} and 15 ng g^{-1} , yielded apparent recoveries in compliance with the SANTE Analytical Quality Control (AQC) guidelines³, alongside good repeatability and reproducibility (RSD $< 30\%$). A total number of 62 follicular fluid samples coming from volunteer women obtained at Cruces University Hospital (Bizkaia, Spain)— including controls ($n=24$), endometriosis ($n=28$) and PCOS ($n=10$)— were subsequently analysed. Results revealed a chemical profile dominated by pharmaceutical drugs and industrial chemicals as methylparaben or perfluoro-1-octanesulfonic acid (PFOS). However, it was the ubiquitous dietary stimulant, caffeine, that stood out, being present in at least 70% of the samples. Finally, to push the chemical coverage even further, a suspect-screening analysis approach using HRMS was performed, enabling the annotation of over 50 additional compounds, including some pharmaceutical drugs used for the anaesthetic protocol during the oocyte retrieval as ketamine and its metabolite, norketamine. Differential analysis proved differences ($p < 0.15$) between the control and PCOS groups for five compounds—including two metamizole metabolites, ondansetron, caffeine and δ -valerolactam— which could be explained by the impaired metabolism presented by these patients. To sum up, these findings demonstrate that follicular fluid holds a far richer and more diverse chemical exposome than previously recognised. The validated LC-HRMS workflow allowed the detection and annotation of a broad spectrum of xenobiotics, including additional features revealed through suspect screening. Notably, differential analysis highlighted exposure-related metabolic differences in PCOS patients, underscoring the relevance of comprehensive exposomic profiling for understanding female reproductive disorders.

Acknowledgments

This work has been financially supported by The Ministry of Science and Innovation of the Spanish Government through project PID2020-117686RB-C31, the Spanish Ministry of Equality through project 20-2-ID23 and by the Education Department of the Basque Government as a consolidated group of the Basque Research System (IT1446-22).

References

1. Zhan et al. (2023). (Chemosphere), 313, 137463.
2. Björvang et al. (2022). (Environmental Research), 208, 112626.
3. European Commission (2026). *SANTE/11312/2021 (rev. 2026)*, 1.

SUPRAS de polisorbato 20 como extractantes sostenibles para la recuperación de compuestos bioactivos

Antonio Aparicio-Ibáñez^a, Ana Ballesteros-Gómez^a, Soledad Rubio^a

^aDepartamento de Química Analítica, Instituto de Química para la Energía y el Medioambiente (IQUEMA), Universidad de Córdoba, Campus de Rabanales, edificio Marie Curie, E-14071 Córdoba, España

Los disolventes supramoleculares (SUPRAS) son líquidos nanoestructurados con elevada capacidad extractiva y creciente interés como alternativa sostenible a los disolventes convencionales. En este trabajo, se evaluaron SUPRAS basados en polisorbato 20 (P20) inducidos por sal como medios de extracción sostenibles para la recuperación de flavonoides a partir de pieles de cítricos, un subproducto agroindustrial abundante y una fuente relevante de compuestos fenólicos bioactivos. Los objetivos fueron definir la región de formación de los SUPRAS de P20 en medios acuosos de sulfato sódico y citrato sódico, caracterizar las fases obtenidas y estudiar su potencial para la extracción directa de flavonoides de pieles de naranja dulce, naranja amarga y mandarina.

Se construyeron diagramas de fases en mezclas ternarias que contenían 2,5–49 % (p/v) de P20 y 0,5–2,0 M de sulfato sódico o 0,5–2,5 M de citrato sódico. Los SUPRAS se generaron mediante agitación en vórtex seguida de centrifugación. Las fases ricas en tensioactivo se caracterizaron en términos de volumen, densidad, composición química y microestructura mediante gravimetría, turbidimetría, HPLC y técnicas de microscopía. Por último se evaluó su capacidad de extracción de flavonoides y residuos de piel de naranja de distintas variedades.

Ambos aniones, fuertemente cosmotrópicos, dieron lugar a fases esponjosas ricas en agua (42–59%, p/p), con una arquitectura nanométrica desordenada. La composición óptima de la disolución SUPRAS, consistente en 38,12 % (p/v) de P20 y 0,33 M de sal, permitió obtener concentraciones de hesperidina, naringina y otros flavonoides objetivo de 19,81–6,31 mg/g, respectivamente, en cáscara de naranja dulce; 0,08–17,45 mg/g en cáscara de naranja amarga; y 15,40–1,25 mg/g en muestras de cáscara de mandarina.

En conjunto, los SUPRAS de P20 inducidos por sal constituyen una plataforma prometedora y sostenible para la valorización de residuos de piel de cítricos. Su formación en condiciones suaves, su composición modulable y su compatibilidad con formulaciones de uso directo los convierten en una alternativa atractiva para la recuperación verde de compuestos bioactivos.

Agradecimientos

Los autores agradecen la financiación de MCIN/AEI /10.13039/501100011033 (proyecto PID2023-149488OB-I00). A. Aparicio-Ibáñez agradece una ayuda predoctoral FPI (PREP2023-001878), también financiada por MCIN/AEI /10.13039/501100011033.

P1-063

A Modular LIMS Based on R Shiny App for Laboratory Traceability and Data Management

Annabel Margalef^{a,b}, Maricel Rodríguez^b, Rocío López-Rubio^{a,b}, Raquel Cumeras^{a,b,c}

^a Oncology Department, Institut de Recerca Biomèdica Catalunya Sud (IRBCatSud), Reus (Spain)

^b Institute of Oncology of Southern Catalonia (IOCS), Sant Joan University Hospital of Reus (HUSJR), Reus (Spain)

^c Department of Electronics, Electrical and Automatic Control Engineering, Universitat Rovira i Virgili (URV), Tarragona (Spain)

Laboratory Information Management Systems (LIMS) play a critical role in ensuring data integrity, traceability, and efficiency in analytical laboratories. However, many existing solutions are costly, inflexible, or poorly adapted to specific laboratory workflows. In this work, we present the development and implementation of a customizable LIMS built using Shiny [1] within the R programming environment, designed to address the operational needs of a small research laboratory. The aim of this work was to develop and implement a flexible system to improve data management and traceability.

The proposed LIMS is structured into three integrated modules: document management, inventory management, and sample tracking. The document module enables centralized storage, hierarchical organization in folders and sub-folders, and version-controlled updates of laboratory documentation and protocols. The inventory module allows monitoring of materials and reagents through structured tabular databases, including stock control with notifications and date tracking. The sample management module ensures full traceability of biological samples, from reception to analysis and storage, incorporating status tracking and reporting functionalities.

The platform is implemented as a web-based application, providing accessibility and ease of use without requiring advanced technical expertise. It is also integrated with the Brady Workstation label printing system, to facilitate standardized sample identification and improve workflow consistency. Implementation of the system improved data organization reduced manual handling errors, and enhanced traceability across laboratory processes. In addition, the system facilitates more efficient data access and management in routine analytical workflows. Its design allows straightforward adaptation to different laboratory environments while maintaining low implementation costs compared to commercial LIMS solutions.

Overall, the proposed system represents a practical and efficient approach to laboratory digitalization, particularly suited to small laboratories requiring tailored data management solutions.

Acknowledgments: This study has been funded by Instituto de Salud Carlos III (ISCIII) through the project PI24/00794 and co-funded by the European Union, and by AGAUR (2024 PROD 00115). The Miguel Servet Program from ISCIII supported RC (CP25/00036).

References: [1] Chang W, Cheng J, Allaire J, Sievert C, Schloerke B, Aden-Buie G, Xie Y, Allen J, McPherson J, Dipert A, Borges B (2026). shiny: Web Application Framework for R. R package version 1.13.0.9000, <https://shiny.posit.co/>.

P1-064

Desarrollo y validación de un método cromatográfico HPLC-DAD para la determinación simultánea de tocoferoles y β -caroteno: aplicación al análisis de aceites obtenidos a partir de biorresiduos de semillas de albaricoque

Sandra Rodríguez-Blázquez^a, Esther Gómez Mejía^a, Noelia Rosales Conrado^a

^aDepartamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid, Madrid, España

Los tocoferoles y β -caroteno son compuestos bioactivos de gran interés en matrices oleosas, debido a sus propiedades antioxidantes y a su papel funcional en la prevención de enfermedades relevantes para la salud humana [1]. En este contexto, resulta esencial disponer de metodologías analíticas precisas y eficientes, que permitan su determinación simultánea, dado que, hasta la fecha, no se han reportado métodos cromatográficos adecuados para su análisis conjunto en aceites vegetales. Asimismo, el contenido de estos compuestos se puede ver condicionado por el método de extracción empleado, siendo el prensado en frío la técnica que preserva mejor su integridad [2].

En este trabajo, se desarrolló un método HPLC-DAD para la determinación simultánea de tocoferoles y β -caroteno en aceites de semilla de hueso albaricoque obtenidos mediante dos métodos de extracción: Soxhlet y prensado en frío, aplicando en este último caso diferentes temperaturas y tratamientos de la semilla.

El análisis cromatográfico se llevó a cabo empleando una mezcla de metanol (A) y 2-propanol (B) como fase móvil, con un gradiente de elución que varió desde 100% hasta 70% de A, y con detección a 292 nm para los tocoferoles y a 450 nm para el β -caroteno. El método presentó un amplio rango lineal (0.5-250 mg·L⁻¹ para α -, β + γ - y δ -tocoferol, y 0.5-25 mg·L⁻¹ para β -caroteno), así como una adecuada linealidad ($R^2 > 0.9900$) y reproducibilidad (CV < 5%). El análisis estadístico mediante ANOVA de un factor ($p < 0.05$) evidenció diferencias significativas entre los métodos de extracción (Soxhlet: 0.3-3.2 mg·kg⁻¹ vs prensado en frío: 0.2-6.9 mg·kg⁻¹). Así como entre las distintas condiciones de extracción por prensado en frío, destacando el efecto del precalentamiento previo de la semilla. En este sentido, el β -caroteno únicamente se detectó y cuantificó (1.47 $\pm$ 0.05 mg·g⁻¹) en el aceite obtenido por prensado en frío a 60 °C previo precalentamiento, evidenciando una marcada influencia tanto de la temperatura como del calentamiento previo de la semilla en su estabilidad. En conclusión, el método HPLC-DAD desarrollado demostró ser preciso y reproducible para la determinación simultánea de tocoferoles y β -caroteno. Además, las condiciones de extracción de aceites de semilla de albaricoque influyen significativamente en la estabilidad y recuperación de estos bioactivos.

Agradecimientos: Este trabajo forma parte del proyecto de I+D+i PID2023-149424OB-I00, financiado por MCIU/AEI/10.13039/501100011033 y por FEDER/UE. Sandra Rodríguez-Blázquez agradece asimismo a la Universidad Complutense de Madrid y al Banco Santander la financiación recibida a través de la ayuda predoctoral [CT25-24].

Referencias

- [1] Miazek et al. (2022). *Biomolecules*, 12, 1087.
- [2] Pawar et al. (2020). *Food Sci. Biotechnol.*, 29, 1.

P1-065

Multiscale computational design of bio-based eutectic solvents for selective bisphenol extraction in complex beverage matrices

Jesús E. Quintanilla-López^a, Belén Gómara^b, Rosa Lebrón-Aguilar^a

^a Institute of Physical Chemistry Blas Cabrera (IQF-CSIC), Serrano 119, Madrid (Spain)

^b Institute of General Organic Chemistry (IQOG-CSIC), Juan de la Cierva 3, Madrid (Spain)

Bisphenols are widely used in polycarbonate plastics and epoxy resins employed as inner coatings of food and beverage containers, representing a potential source of migration into soft drinks and other canned products. The endocrine-disrupting activity of these compounds together with their reported associations with reproductive, metabolic, and neurodevelopmental disorders have prompted their continued monitoring in food products and the environment [1]. However, conventional sample preparation methods in use for their determination often involve laborious workflows and the employment of hazardous organic solvents, contrary to the principles of Green Analytical Chemistry [2]. In this context, the use of computer-assisted tools for the rational design of efficient and environmentally friendly extraction methods that provide selective isolation of bisphenols from complex matrices is highly desirable.

This study proposes an integrated computational strategy for the rational design of monoterpenoid-based natural eutectic solvents (NAESs) for the selective extraction of bisphenols from sweetened canned soft drinks.

COSMO-RS screening of an in-house library comprising 124 monoterpenoids identified eucalyptol as a promising extractant in terms of both solvent capacity and toxicological profile. To further enhance the selectivity of bisphenol extraction over carbohydrates, NAESs of eucalyptol with linear carboxylic acids and 1-alkanols were computationally optimized. Among the evaluated systems, eucalyptol:1-dodecanol and eucalyptol:dodecanoic acid were identified as the most selective NAESs. Besides, they exhibit a lower solubility in water than eucalyptol. Interfacial tension, estimated using COSMOplex software, was lower for water:NAESs (13.7 and 9.69 mN/m, respectively) than for water:eucalyptol (17.2 mN/m) biphasic systems, indicating enhanced mass transfer and faster extraction kinetics. Liquid-liquid extraction experiments conducted under vortex agitation (3000 rpm, 1 min) using both NAESs confirmed that the extraction process exhibited high efficiency and selectivity, along with very rapid phase separation (< 5 min). Finally, Molecular Dynamics simulations were proposed as a complementary tool to elucidate the solvation mechanisms of bisphenol and carbohydrate within the selected NAESs.

Overall, this multiscale computational framework constitutes a robust platform for the virtual design of highly selective bio-based NAESs, reducing experimental workload and contributing to the advancement of Green Analytical Chemistry.

Acknowledgements: This work is part of the I+D+I projects PID2023-149799OB-C22 and PID2023-149799OB-C21 funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and by ERDF/EU.

References

- [1] McDonough et al. (2021). *Crit. Rev. Toxicol.*, 51(4), 283.
- [2] Aly et al. (2020). *Molecules*, 25(7), 1719.

Uso de etiquetas intrínsecas para la detección y caracterización de micro- y nanoplásticos mediante SP-ICP-MS

Eduardo Bolea Morales^a, Isabel Abad-Álvaro^a, Inés Lázaro-Fernández^a, Francisco Laborda^a.

^aGrupo de Espectroscopía Analítica y Sensores (GEAS), Instituto de Ciencias Medioambientales (IUCA), Universidad de Zaragoza, Pedro Cerbuna 12, 50009, Zaragoza (España)

Los plásticos son uno de los materiales más utilizados debido en gran medida, a su bajo coste, alta durabilidad y gran versatilidad. Sin embargo, algunas características como su estabilidad o su lenta degradación favorecen su acumulación en el medio ambiente, generando micro- y nanoplásticos. El estudio del posible impacto medioambiental requiere en primer lugar del desarrollo de técnicas analíticas que permitan su detección y caracterización.

ICP-MS en modo de detección de partículas individuales (SP-ICP-MS) se ha propuesto como alternativa a técnicas más convencionales para la caracterización de microplásticos como micro-FTIR o micro-Raman. SP-ICP-MS combina la detección elemental con una capacidad de conteo partícula a partícula, proporcionando información tanto en concentración en número, concentración en masa por partícula o tamaño de la partícula si su naturaleza es conocida, asumiendo forma esférica. A pesar de algunas limitaciones de la técnica, ésta posee el potencial para abordar la detección de nanoplásticos (con tamaños inferiores a 1 μm), rango que queda habitualmente fuera de las capacidades de las técnicas convencionales.

En este trabajo se abordan diversas estrategias basadas en el uso de etiquetas intrínsecas para su detección. Así, se presentarán resultados correspondientes a la detección de nanoplásticos de PVC basado en el uso del isótopo ^{35}Cl , que permite alcanzar límites de detección en tamaño de 0,35 μm , mejorando los límites obtenidos mediante esta técnica utilizando ^{13}C . En el caso de polímeros en cuya estructura no está presente ningún heteroátomo, es posible utilizar como etiqueta intrínseca algún aditivo metálico incorporado durante el proceso de fabricación de los plásticos utilizados en los productos de consumo.

Así, se propone la utilización de antimonio para la detección de micro- y nanoplásticos de tereftalato de polietileno (PET), un polímero ampliamente utilizado en envases de alimentos y bebidas. Este elemento permite la detección de nanoplásticos de PET, mejorando también los límites respecto a los alcanzados utilizando carbono. Finalmente, la metodología propuesta se ha aplicado al estudio de la migración de micro/nanoplásticos desde botellas de agua mineral de PET, indicando que este material puede degradarse lentamente y liberar micro/nanoplásticos.

Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado por el proyecto PID2021-123203OB-I00 del MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y por el programa ERDF-A way of making Europe, así como por el Gobierno de Aragón (E29_23R)

P1-067

Caracterización y cuantificación de microplásticos mediante análisis dinámico de imagen y detección de partículas individuales ICP-MS

Isabel Abad-Alvaro^a, Elena Sánchez^a, Mario García^a, Inés Lázaro-Fernández^a, Eduardo Bolea Morales^a, Francisco Laborda^a

^aGrupo de Espectroscopía Analítica y Sensores (GEAS), Instituto U. de Investigación en Ciencias Ambientales de Aragón (IUCA), Universidad de Zaragoza, Zaragoza, España

La evaluación de riesgos asociados a nano/microplásticos requieren el uso de partículas representativas de los materiales que pueden encontrarse en el medio ambiente. A pesar de ello, la mayor parte de los estudios se realizan con partículas esféricas y monodispersas comerciales, generalmente poliestireno o polietileno, por lo que es conveniente disponer de partículas modelo con distintas composiciones y adecuadamente caracterizadas respecto a su tamaño, forma y concentración. En este sentido, las estrategias *top-down*, basadas en el molido de materiales reales resulta interesante para la producción de microplásticos modelo con diferentes composiciones que puedan ser utilizados en distintos tipos de ensayos.

Por el mismo motivo, se hace imprescindible disponer de técnicas y métodos analíticos que permitan la correcta identificación, caracterización y cuantificación de suspensiones de estos microplásticos. El análisis dinámico de imágenes (DIA) es una técnica sencilla que, aunque no permite identificar la composición de las partículas, sí que permite caracterizar su morfología y determinar la concentración en número presente en una suspensión. Por su parte, la detección de partículas individuales mediante espectrometría de masas con plasma de acoplamiento inductivo (SP-ICP-MS) permite detectar partículas que contienen carbono (principal componente de los plásticos) mediante la monitorización de sus isótopos. Una vez determinada la masa por partícula, ésta puede relacionarse con un diámetro equivalente, si se conoce la composición química de la partícula.

El objetivo de este trabajo se centra en el desarrollo y validación de métodos analíticos basados en la combinación de DIA y SP-ICP-MS para la caracterización morfológica y cuantificación de suspensiones de microplásticos modelo de distinta naturaleza. Estas suspensiones se han preparado a partir del molido criogénico de los correspondientes materiales plásticos, en combinación con el fraccionamiento mediante centrifugación de las partículas obtenidas, con la finalidad de disponer de protocolos que permitan la preparación y caracterización sencillas de suspensiones de microplásticos para su uso en otro tipo de estudios.

Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado por el Ministerio de Ciencia e Innovación, el Fondo Europeo de Desarrollo (proyecto PID2021-123203OB-I00 (AEI/FEDER)).

P1-068

Desarrollo y optimización del proceso de prensado en frío y de un método GC-MS con calibración mediante patrón interno aplicado al análisis cuantitativo de ácidos grasos en aceites de albaricoque

Sandra Rodríguez Blázquez^a, Esther Gómez Mejía^a, Juan José Rodríguez Bencomo^a, Noelia Rosales Conrado^a

^aDepartamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid, Madrid, España

En los últimos años, los aceites de semilla de albaricoque obtenidos por prensado en frío han suscitado interés por su valor nutricional y riqueza en compuestos bioactivos con propiedades cardioprotectoras, especialmente el ácido oleico, linoleico y linolénico [1]. La caracterización química de estos aceites requiere técnicas sensibles como GC-MS para cuantificar ácidos grasos. Aunque los factores de respuesta son ampliamente usados por su simplicidad, presentan limitaciones en compuestos minoritarios al introducir desviaciones y dificultar la detección de diferencias significativas [2]. En este trabajo se ha desarrollado y optimizado un método de GC-MS basado en calibración con patrón interno (nonanoato de etilo). Se ha utilizado el modo de detección de iones totales (TIC) para la identificación cualitativa, y el modo de monitorización de iones seleccionados (SIM, m/z 74–88) para la cuantificación. Este método se aplicó al análisis de los aceites de semilla de hueso de albaricoque obtenidos por prensado en frío a diferentes temperaturas (60 y 80 °C) y con o sin precalentamiento previo, para evaluar su influencia en el perfil de ácidos grasos extraídos y en sus respectivos índices cardiosaludables.

Los resultados obtenidos evidenciaron las adecuadas características analíticas del método cromatográfico desarrollado, con coeficientes de determinación (R^2) superiores a 0.997 para todos los analitos, así como bajos LOD y LOQ (6×10^{-4} – 2.6×10^{-2} mg·g⁻¹), lo que confirma su elevada sensibilidad para la determinación de ácidos grasos a niveles traza en aceites de semilla de albaricoque. En cuanto a la composición lipídica, los ácidos grasos mayoritarios fueron el ácido oleico y linoleico (154–311 mg·g⁻¹), identificándose además como ácidos grasos minoritarios el palmitoleico, esteárico, behénico y gondoico (0.3–10 mg·g⁻¹), entre otros. El análisis ANOVA reveló diferencias estadísticamente significativas (p -valor < 0.05) entre las condiciones de extracción por prensado en frío, con una clara agrupación de los ensayos con y sin precalentamiento, respectivamente; evidenciando su influencia, especialmente en compuestos minoritarios. Finalmente, se determinó la actividad antioxidante y estabilidad oxidativa de los aceites de semilla de albaricoque mediante el método de inhibición de radicales DPPH.

Agradecimientos

Este trabajo forma parte del proyecto de I+D+i PID2023-149424OB-I00, financiado por MCIU/AEI/10.13039/501100011033 y por FEDER/UE. Sandra Rodríguez-Blázquez agradece asimismo a la Universidad Complutense de Madrid y al Banco Santander la financiación recibida a través de la ayuda predoctoral [CT25-24].

Referencias

1. Pawar et al. (2020). *Food Sci. Biotechnol.*, 29, 1.
2. Ma et al. (2020). *GCB Bioenergy*, 13, 1.

Más allá del PDF: *DASHBOARDS* interactivos para una nueva comunicación en química analítica

José Luis Pérez Calle^a, Celia Cabeza Rodríguez^a, Esteban A. Roca Nasser^a, Ana M. Jiménez Carvelo^a, Luis Cuadros Rodríguez^a

^a Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias, Universidad de Granada, Av. Fuentenueva s/n, E-18071, Granada, España.

La química analítica moderna ha experimentado una transformación significativa impulsada tanto por el desarrollo de las técnicas instrumentales como por la aplicación de estrategias de análisis de datos multivariable y el desarrollo de modelos cualitativos y cuantitativos de exploración y predicción. En este contexto, técnicas como la espectroscopía vibracional, la resonancia magnética nuclear o la espectrometría de masas generan grandes volúmenes de información en tiempos cada vez más reducidos. Esta elevada complejidad, caracterizada por datos de alta dimensionalidad, requiere cada vez más del uso de la quimiometría para la extracción de información relevante. Sin embargo, a pesar de estos avances, la comunicación científica continúa fundamentándose en formatos estáticos, principalmente en documentos en formato portátil (PDF, *portable document format*), lo que limita la adecuada representación y exploración de la complejidad inherente a los datos analíticos.

En este trabajo se evalúa las limitaciones de estos formatos en la comunicación de resultados y se propone el uso de paneles interactivos (*dashboards*) como complemento a las publicaciones científicas tradicionales. Para ello, se ha desarrollado un entorno interactivo basado en Python que integra la visualización dinámica de espectros, el pretratamiento en tiempo real mediante derivadas y filtros de Savitzky–Golay, y el análisis multivariable mediante análisis de componentes principales (PCA) y análisis de clúster jerárquico (HCA). El sistema implementa principios de visualización jerárquica de la información, permitiendo una exploración progresiva de los datos, así como la evaluación interactiva del impacto de distintas decisiones analíticas.

Con este *dashboard* se evidencia que la reducción de datos multivariable a representaciones bidimensionales implica una pérdida significativa de información, dificulta la reproducibilidad y aumenta la carga cognitiva del lector, especialmente en contextos donde intervienen múltiples etapas de procesamiento y modelado. En contraste, el entorno interactivo propuesto permite mejorar la transparencia del análisis, facilitando la visualización de la variabilidad de los datos, la evaluación de la robustez de los análisis y la comprensión del efecto de los parámetros analíticos en tiempo real.

La incorporación de herramientas interactivas representa un cambio de paradigma hacia una ciencia abierta y reproducible, en consonancia con los principios FAIR (*Findable, Accessible, Interoperable, Reusable*). Este enfoque no solo transforma al lector en un agente activo, sino que sienta las bases para integrar técnicas de inteligencia artificial explicable, permitiendo descifrar el comportamiento de los modelos y reforzando la interpretabilidad.

Agradecimientos

José Luis Pérez Calle expresa su agradecimiento al Ministerio de Ciencia, e Innovación y Universidades de España por el contrato 'Juan de la Cierva' (JDC2024-054545-I) financiado por el MICIU/AEI y el FSE+.

Ana M. Jiménez Carvelo agradece al Ministerio de Ciencia, e Innovación y Universidades de España por el contrato y la subvención (RYC2021-031993-I) financiada por MCIU/AEI/501100011033 y "European Union nextGenerationEU/PRTR".

P1-070

Caracterización química de los lixiviados *in vitro* de materiales dentales mediante análisis de detección de sospechosos basado en LC-HRMS

Luis Muñiz-Bustamante^a, Susana David-Fernández^b Noelia Caballero-Casero^a, Soledad Rubio^a

^aDepartamento de Química Analítica, Instituto Químico para la Energía y el Medioambiente (IQUEMA), Universidad de Córdoba, (España)

^bDepartamento de Odontología Clínica de Grado, Facultad de Ciencias Biomédicas, Universidad Europea de Madrid, Madrid 28670, España.

La continua innovación en la fabricación de nuevos productos comerciales ha favorecido la aparición de nuevas fuentes de exposición, que presentan una elevada heterogeneidad química y que a menudo no han sido exploradas.

El enfoque tradicional de caracterización de estas fuentes, centrado en metodologías analíticas dirigidas a sustancias cuya presencia en la muestra es conocida, no considera el contexto global de producción. Así, no se contempla la determinación de compuestos presentes en la muestra pero no esperables, tales como aditivos no declarados, impurezas o contaminantes exógenos, que pueden introducirse durante la fabricación, el transporte o el almacenamiento. En este contexto, la espectrometría de masas de alta resolución (HRMS) es una herramienta clave para la caracterización de nuevas fuentes de exposición mediante estrategias de análisis no dirigido, ya que permite identificar compuestos desconocidos sin incluir patrones analíticos.

En este estudio se caracterizó el perfil químico de los lixiviados *in vitro* de 13 materiales dentales mediante cromatografía de líquidos acoplada a HRMS, aplicando una estrategia de cribado no dirigido para la identificación de compuestos, basada en el uso de espectrotecas y una lista de compuestos de interés. El flujo de trabajo se diseñó considerando el contexto global de producción de estos materiales. Así, la *suspect list* incluyó tanto compuestos declarados en los materiales como sustancias emergentes, susceptibles de alcanzar el material durante las etapas de fabricación, transporte y almacenamiento. La identificación tentativa de compuestos se llevó a cabo de forma exhaustiva mediante la verificación en dos software independientes de análisis de datos. Se identificaron tentativamente 115 compuestos, de los cuales 81 se priorizaron con nivel de confianza 1-2b. Además de las familias químicas generalmente descritas en este tipo de materiales, se identificaron sustancias empleadas habitualmente como intermedios químicos, productos de cuidado personal, retardantes de llama, ftalatos y otros plastificantes. El 77% de los compuestos identificados se han descrito por vez primera en materiales dentales, poniendo de manifiesto la necesidad de desarrollar flujos de trabajo no dirigidos, que permitan caracterizar de forma detallada el perfil químico de nuevas fuentes de exposición.

Agradecimientos: Ayuda PID2023-149488OB-I00 financiada por MCIU/AEI/10.13039/501100011033/ FEDER, UE. Ayuda PRE2021-096892, financiada por MCIU/AEI/10.13039/ 501100011033 y por FSE Invierte en tu futuro. Ayuda RYC2023-045005-I financiada por MCIU/AEI/10.13039/501100011033 y por ESF+.

P1-071

Estrategias para el análisis de vesículas extracelulares individuales por ICP-MS con el objetivo de identificar subpoblaciones funcionales

Jaime Martínez-García¹, Beatriz Fernández¹, C. Derrick Quarles Jr², Rosario Pereiro¹

¹Departamento de Química Física y Analítica, Universidad de Oviedo, Avda. Julián Clavería 8, 33006 Oviedo, España

²Elemental Scientific, Inc. – 7277 World Communications Drive, Omaha, NE 68122, USA.

La caracterización de sistemas celulares se ha realizado tradicionalmente mediante la determinación de la composición promedio de cada muestra (conocida como *bulk analysis*) de los elementos o biomoléculas objeto de estudio. Sin embargo, esta aproximación no tiene en cuenta la heterogeneidad intrínseca de los sistemas biológicos en los que un mismo analito puede presentar, dentro de una misma muestra, perfiles de expresión diferentes en respuesta a un estímulo o a un daño celular. En este contexto, en los últimos años ha cobrado gran interés el análisis a nivel de célula individual (*single cell*, *sc*) o de partícula individual (*single particle*, *sp*). El acoplamiento de sistemas de introducción de muestra *sc*- o *sp*- a espectrometría de masas con plasma de acoplamiento inducido (*sc*- o *sp*-ICP-MS) destaca por sus elevadas prestaciones, tanto para análisis elemental (metales endógenos o internalización de nanopartículas) como para el análisis de biomoléculas diana (tras su correspondiente marcaje elemental).

Las vesículas extracelulares (VEs) se liberan de forma natural por las células y presentan variaciones en tamaño, propiedades y vías de secreción en función de su origen. El análisis de VEs ha cobrado gran relevancia como fuente de biomarcadores, ya que reflejan el microambiente celular y actúan como transmisoras de información. Sin embargo, las poblaciones de VEs presentan un elevado grado de heterogeneidad y su análisis a nivel individual constituye un reto significativo debido a sus pequeñas dimensiones, del orden de unos pocos nanómetros.

En el presente trabajo, se describen los avances en el desarrollo de una nueva metodología analítica para el análisis de proteínas diana en VEs individuales mediante ICP-MS. Para ello, se ha desarrollado una estrategia de *single vesicle* (*sv*)-ICP-MS empleando VEs purificadas a partir de muestras de suero. Por un lado, se han evaluado diferentes estrategias de purificación de VEs. Además, se han optimizado distintas estrategias de marcaje para su detección mediante *sv*-ICP-MS. Como caso de estudio, se ha propuesto la determinación de la proteína transmembrana CD81 en vesículas extracelulares, empleando nanoclústeres metálicos como etiquetas elementales.

Agradecimientos. Este trabajo ha sido financiado con los proyectos PID2022-137319OB-C21, a través de MCINN/AEI/10.13039/501100011033/ FEDER(UE) y IDE/2024/000694 del Gobierno del Principado de Asturias y programa FEDER de la Unión Europea a través de la Agencia SEKUENS. J. Martínez-García agradece la ayuda predoctoral Severo Ochoa con ref. BP21-041, del Dep. de Ciencia, Industria y Empleo del Gobierno del Principado de Asturias.

P1-072

Ultrafiltración como alternativa rápida y eficiente frente a la ultracentrifugación en la purificación de vesículas extracelulares en medio de cultivo celular

Pablo Gutiérrez^a, Jaime Martínez-García^a, Montserrat García^{b,c,d}, Lara Lobo^a, Rosario Pereiro^a

^a Departamento de Química Física y Analítica, Universidad de Oviedo (España)

^b Departamento de Morfología y Biología Celular, Universidad de Oviedo (España)

^c Fundación de Investigación Oftalmológica (FIO), Oviedo (España)

^d Instituto de Investigación Sanitaria del Principado de Asturias (ISPA), Oviedo (España)

gutierrezgpablo@uniovi.es

Las vesículas extracelulares (VEs) son un conjunto heterogéneo de secreciones celulares con tamaños comprendidos entre 30 y 150 nm. En los últimos años se ha puesto de manifiesto su importancia en la comunicación intercelular, debido a su función como transportadores de biomoléculas que reflejan el estado fisiológico celular. Por ello, han emergido como potenciales dianas diagnósticas o terapéuticas [1].

Actualmente, la ultracentrifugación (UC) es la técnica más utilizada para la purificación de VEs. Si bien permite aislar VEs a partir de diversos biofluidos, en el caso de los cultivos celulares requiere relativamente grandes volúmenes iniciales de medio de cultivo, lo que incrementa el coste económico y la duración de los procedimientos experimentales. En este contexto, el objetivo del presente trabajo ha sido el desarrollo de un método alternativo de purificación de VEs basado en ultrafiltración (UF), que permita reducir significativamente los volúmenes de muestra (1-3 mL) en comparación con la UC. Para ello, se ha combinado el uso de filtros de centrífuga de 300 kDa con una disolución de Tween-20 al 1% en tampón fosfato salino (PBS) y se ha comparado con un protocolo de UC preestablecido, a partir de las líneas celulares ARPE-19 y HEK-293. La evaluación comparativa en términos de eficiencia de la purificación, tamaño y morfología de las EVs se ha llevado a cabo mediante microscopía electrónica de transmisión. Así mismo, se ha realizado la cuantificación del marcador de membrana CD81 (Kit comercial ELISA) y de elementos endógenos traza (Fe, Cu y Zn) mediante espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente a fin de evaluar la concentración y las características de EVs en los purificados obtenidos por UC y UF.

Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado a través del proyecto coordinado PID2022-137319OB-C21 y -C22/ Agencia Estatal de Investigación (AEI)/10.13039/501100011033/ FEDER, UE y el proyecto IDE/2024/000694 por el Gobierno del Principado de Asturias y el Programa FEDER de la Unión Europea a través de la agencia SEKUENS.

Referencias

1. J. Martínez-García, *et al.* (2023). *Talanta*, 263, 124693.

P1-073

Más allá del ensayo y error en HPLC quiral: enfoque multimodal para el diseño racional de métodos

Carlos Pardo-Cortina^{a,b}, Laura Escuder-Gilabert^a, María José Medina-Hernández^a, Salvador Sagrado^{a,b}, Yolanda Martín-Biosca^a

^a Departamento de Química Analítica, Universitat de València, (España)

^b Instituto Interuniversitario de Investigación de Reconocimiento Molecular y Desarrollo Tecnológico (IDM), Universitat Politècnica de València, Universitat de València, (España)

La separación enantioselectiva mediante cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) utilizando fases estacionarias quirales (CSPs) es una herramienta fundamental en el análisis de compuestos de interés farmacéutico y agroquímico. No obstante, la selección de las condiciones experimentales en estas separaciones suele depender de aproximaciones empíricas de ensayo y error, debido a la elevada complejidad topológica y termodinámica que rige los mecanismos de enantiorreconocimiento y a la falta de criterios generalizables.

Para abordar esta limitación, en este trabajo se presenta un estudio sistemático del comportamiento de retención y enantioselectividad de una fase estacionaria quiral (CSP) basada en el antibiótico glicopéptido macrocíclico vancomicina, empleando una librería estructuralmente diversa de 102 analitos de interés clínico, agroquímico y medioambiental.

El diseño experimental se abordó desde una perspectiva multimodal, evaluando la capacidad de enantiodiscriminación en cromatografía de fase reversa (RPLC), modo iónico polar (PIM) y cromatografía de interacción hidrofílica (HILIC). Asimismo, se investigaron variables experimentales clave como la naturaleza del modificador orgánico (metanol y acetonitrilo), el pH de la fase móvil (4.0–6.0), la fuerza iónica (10–50 mM) y el uso de trietilamina (TEA) como aditivo competitivo.

Los resultados confirman la elevada capacidad de enantiorreconocimiento de la CSP basada en vancomicina y demuestran que el modo cromatográfico y la naturaleza del modificador alteran drásticamente la conformación de la cavidad quiral. En condiciones RPLC, el uso de metanol (solvente prótico) dio lugar a valores de resolución (R_s) superiores al acetonitrilo (aprótico). Este fenómeno se atribuye a la capacidad del metanol para integrarse y modular direccionalmente la red de puentes de hidrógeno intermolecular entre la aglicona peptídica de la vancomicina y los enantiómeros. Particularmente, las condiciones óptimas se alcanzaron en el modo PIM (MeOH:ácido acético:TEA, 100:0.1:0.1 v/v/v), donde se logró el reconocimiento quiral de más del 56% de la librería estudiada (26.2% con resolución basal, $R_s \geq 1.5$; 30.4% separación parcial).

Los resultados obtenidos en el presente trabajo permiten establecer el marco racional para la futura implementación de modelos predictivos quimiométricos, minimizando el consumo de recursos (estrategias *Green Analytical Chemistry*) y racionalizando el desarrollo de métodos quirales.

Agradecimientos

Financiado por MCIU y FEDER (PID2023-152340NB-I00, 10.13039/501100011033).

CPC agradece a GVA y FSE+ por su contrato predoctoral (CIACIF/2024/356).

P1-074

IM-MS Explorer: An Open-Source Tool for Automated Ion Mobility Isomer Detection in Lipidomics

Guillermo Viejo-Palenzuela^{a, b}, Marcos Bouza^{a, b}

^aInstituto de Productos Lácteos de Asturias, Consejo Superior de Investigaciones Científicas (IPLA-CSIC), C/ Francisco Pintado Fe, 26, 33011, Oviedo, (Spain).

^bInstituto de Investigación Sanitaria del Principado de Asturias (ISPA), Oviedo (Spain)

Ion mobility spectrometry (IMS) enables gas-phase separation of ions based on their collision cross section (CCS), defined as the orientationally averaged cross-sectional area of an ion with a given mass, shape, and charge. The integration of LC-IMS-MS in small-molecule analysis permits the inclusion of a 4th identification coordinating CCS alongside retention time, accurate mass, and tandem mass spectra [1]. This additional dimension is particularly relevant in lipidomics. However, the differentiation of closely related lipid isomers, such as *sn*-positional isomers, requires high resolving power IMS instrumentation [2]. The introduction of high-resolution demultiplexing (HRdm) for drift-tube IMS (DTIMS), trapped ion mobility spectrometry (TIMS), and cyclic traveling-wave devices has substantially advanced the field by enhancing both sensitivity and resolving power. Despite these instrumental developments, the systematic detection of potential isomers in complex biological samples has largely relied on manual inspection or targeted approaches.

Here, we present IM-MS Explorer, an open-source R Shiny application for the automated detection and annotation of lipid isomers from LC-IMS-MS feature tables. The workflow performs sequential *m/z* clustering, retention time sub-grouping, and drift-time profile analysis to identify co-eluting species resolved exclusively by ion mobility. The tool supports cross-platform comparison, enabling the evaluation of isomer detection across conditions. Structural annotation is achieved through MS/MS spectral matching against user-supplied libraries. We applied IM-MS Explorer to NIST SRM 1950 human plasma, cell extracts and vitreous humor samples acquired on a LC-DTIMS-QTOF platform operating with HRdm. The software identified multiple isomer groups across lipid classes, demonstrating its utility for untargeted isomer screening in complex biological matrices. IM-MS Explorer is freely available and requires no programming expertise, lowering the barrier for routine isomer analysis in IMS-based lipidomics workflows.

Acknowledgments

This work was financially supported through the PCTI Program of the Government of the Principality of Asturias, Spain as well as the FEDER Program of the European Union (IDE/2024/000685). M. B. acknowledges financial support from grant RYC2022-035852-I funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and by the FSE+.

References

1. Kirkwood, K. I. et al. (2022), *Nat. Protoc.*, 17, 2415-2430.
2. Jeanne Dit Fouque, K. et al (2019) *Anal. Chem.* 91, 5021–5027.

P1-075

Desarrollo y optimización de métodos colorimétricos verdes para la determinación de clorato

Ainara Cirion, Ane Bordagaray, Rosa Garcia-Arrona, Miren Ostra, Maider Vidal
Departamento de Química Aplicada, Universidad del País Vasco UPV/EHU, 20018 Donostia, Guipúzcoa, España.

El clorato es un subproducto de la desinfección (DBP) de especial relevancia en la industria alimentaria y el tratamiento de aguas. Según el reglamento actual de piscinas, se establece un límite de 3 mg/L para este compuesto, cuya formación se deriva del uso de desinfectantes clorados. Su monitorización es crítica debido a que puede causar problemas hormonales^{1, 2,3}. El presente trabajo tiene como objetivo desarrollar, optimizar y validar métodos colorimétricos *green* para la determinación de clorato, priorizando la reducción de reactivos, el bajo coste y la portabilidad para su aplicación *in situ*.

Se evaluaron dos estrategias colorimétricas adaptadas a espectrofotometría UV-Vis y análisis digital de imágenes (DIA). El primer método utiliza índigo carmín, cuya decoloración por oxidación en medio ácido es proporcional a la concentración de clorato. Esta técnica se implementó con éxito en microplacas y se ha desarrollado un protocolo de automatización en dispositivos analíticos basados en papel (PAD), en los cuales, el papel actúa como soporte final de la reacción previamente realizada en disolución. El segundo método emplea sulfato de manganeso(II) en medio ácido, generando un intermediario redox coloreado que, al reaccionar con difenilcarbazida, permite su cuantificación. Para solventar limitaciones de secado en papel, este método se transfirió a portaobjetos con barreras hidrofóbicas de teflón.

Ambos métodos presentaron un excelente rendimiento analítico. El método del carmín de índigo demostró robustez en soportes de papel de fabricación propia. El sistema de manganeso ofreció una alta selectividad. Los rangos de calibración cubrieron niveles bajos (0– 3 mg/L) y altos (2.1– 8.3 mg/L). La validación con muestras reales de agua de piscina mostró una fuerte correlación con los métodos de referencia tradicionales.

Las metodologías desarrolladas representan una alternativa eficaz, económica y portátil a las técnicas de laboratorio convencionales. La combinación de soportes de papel o teflón con el análisis mediante DIA facilita la monitorización rutinaria fuera del laboratorio. Se ha completado con éxito el desarrollo de un protocolo automatizado para la preparación de muestras y el procesamiento de datos. Actualmente, la investigación se centra en perfeccionar la ejecución de la reacción química directamente sobre el soporte de papel, eliminando la necesidad de realizar la mezcla previa en disolución. Este avance permitirá integrar sistemas *in situ*, mejorando la portabilidad, la precisión y facilidad de uso por parte del usuario final.

Referencias

1. Sansebastiano, G., Zoni, R., Bigliardi, L.. In Food Safety; Springer: Boston, USA, 2007; pp. 253–280.
2. Michalski, B., Mathews, B.. Polish J. of Environ. Stud. Vol. 16, 2, 2007; pp. 237-241.
3. World Health Organization (WHO), Guidelines for safe recreational water environments: Volume 2: Swimming pools and similar environments, 2006.

P1-076

Micro-LC-ESI-Q-TOF method for simultaneous detection of xenobiotics and metabolites in limited-volume biological matrices

Lena C. Ardisana-Castañón^{a,b}, Héctor González-Iglesias^{a,b}, Jorge R. Álvarez-Buylla^a, Pilar Sáenz de Santa María^{b,c}, Marcos Bouza^{a,b}

^aInstituto de Productos Lácteos de Asturias (IPLA-CSIC), Oviedo (Spain)

^bInstituto de Investigación Sanitaria del Principado de Asturias (ISPA), Oviedo (Spain)

^cInstituto Oftalmológico Fernández-Vega, Oviedo (Spain)

Xenobiotics (e.g., PFAS and plasticizers) are components of the chemical exposome present in human biological fluids at pg/g-μg/g concentration levels, while endogenous metabolites occur at higher concentrations (ng/g-mg/g).¹ Despite their complementary value, LC-MS analyses for these compounds are typically performed separately after class-specific extractions, reducing matrix interferences but limiting applicability to low-volume samples.

In this work, a micro-LC-ESI-Q-TOF method was developed for the simultaneous detection of xenobiotics and endogenous metabolites in limited-volume biological matrices. Two reversed-phase columns (Acquity UPLC HSS T3 and BEH C18, Waters) and a hydrophilic interaction column (Acquity UPLC BEH HILIC, Waters) were evaluated under multiple gradient programs at 0.075 mL/min in positive and negative ionization modes. A mixture of 80 xenobiotics (10 ppb) and 79 endogenous metabolites (34-1325 ppb) was used to assess chromatographic suitability for expanded chemical coverage of both compound classes. The HSS T3 column yielded the best overall performance with mobile phases consisting of 0.2% formic acid (positive ion mode) and 10 mM ammonium formate (negative ion mode) in water (A) and acetonitrile/isopropanol (B). The optimized method enabled the detection of up to 69 xenobiotics and 60 metabolites considering both ionization modes. Tandem MS analysis further allowed the annotation of 37 and 33 analytes in positive and negative ion modes, respectively, outperforming BEH C18 and HILIC columns in chromatographic and sensitivity metrics across all evaluated compounds. The method was applied to extracted human tear fluid previously spiked with xenobiotics at 1 ppb, demonstrating its capability for joint detection of xenobiotics and metabolites in a physiologically relevant matrix.

Acknowledgments

This work was financially supported through coordinate project PID2022-137319OB-C22/Agencia Estatal de Investigación (AEI/10.13039/501100011033) and the PCTI Program of the government of the Principality of Asturias, Spain as well as the FEDER Program of the European Union (IDE/2024/000685). L.C.A.C. acknowledges JAEINT_25_02505, financially supported by CSIC, programa JAE. M.B. acknowledges financial support from grant RYC2022-035852-I funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and by the FSE+.

References

1. Orešič et al. (2025). *Environ Int.*, 203, 109741

μSPEed microextraction combined with cyclodextrin-electrokinetic chromatography for the enantiomeric separation of tianeptine and its MC5 metabolite in human serum samples

José Agustín Martínez-Olivares^a, María Luisa Marina^{a,b}, María Castro-Puyana^{a,b}

^aUniversidad de Alcalá. Departamento de Química Analítica, Química Física e Ingeniería Química. Ctra. Madrid-Barcelona Km. 33.600, 28871 Alcalá de Henares (Madrid, Spain).

^bUniversidad de Alcalá. Instituto de Investigación Química Andrés M. del Río. Ctra. Madrid-Barcelona Km. 33.600, 28871 Alcalá de Henares (Madrid, Spain).

Tianeptine is an atypical antidepressant marketed as a racemic mixture, with a unique pharmacological profile and therapeutic efficacy in treating major depressive disorders¹. It is completely absorbed after oral administration and is metabolized via β -oxidation to form two metabolites: MC5 and MC3. Among these, MC5 exhibits antidepressant activity and is the major metabolite of tianeptine in plasma². Both tianeptine and MC5 are chiral molecules, and their stereoselective separation is crucial as their enantiomers may interact differently with biological targets, leading to differences in therapeutic and adverse effects. In fact, a recent study revealed a higher affinity of human serum albumin for S-tianeptine³. Monitoring the drug and its metabolite in serum is essential for understanding drug disposition and ensuring therapeutic efficacy. Given the low concentrations of these analytes and matrix complexity, the use of preconcentration strategies is necessary to achieve a high sensitivity. The purpose of this study was to develop an innovative approach based on a semi-automated micro-solid phase extraction (μ SPEed) combined with cyclodextrin-electrokinetic chromatography (CD-EKC) for the simultaneous enantiomeric separation of tianeptine and its MC5-metabolite in serum samples. The chiral separation by CD-EKC was carried out using sulfated- α -CD as chiral selector and tetrabutylammonium bromide (TBABr) as enhancer of the enantioselectivity. Serum sample treatment was optimized in terms of protein precipitation and μ SPEed microextraction, in which different sorbent materials were evaluated to achieve maximum efficiency. Under optimized conditions, an effective clean-up and a significant 10-fold preconcentration of the analytes were obtained. Finally, the analytical characteristics of developed method were evaluated demonstrating its adequate performance for the determination of tianeptine and the detection of MC5 in serum samples.

Acknowledgments

Authors thank the Spanish Ministry of Science, Innovation, and Universities (MICIU/AEI/10.13039/501100011033) and FEDER, UE for research project PID2022-140512NB-I00. J.A.M-O. thanks the Universidad de Alcalá (Spain) for his predoctoral contract.

References

1. Edinoff et al. (2023). *Pain Ther.*, 12, 1121.
2. Samuels et al. (2017). *Neuropsychopharmacology*, 42, 2052.
3. Aslani et al. (2025). *Talanta*, 294, 128197

P1-078

Determinación voltamperométrica del ácido 6-cloronicotínico en muestras de miel.

Nielene Mora-Díez, Desirée Monge-Carrasco, María Isabel Rodríguez-Cáceres, Mónica Palomino-Vasco

Departamento de Química Analítica. Facultad de Ciencias. Universidad de Extremadura. Avenida de Elvas, S/N, 06006 Badajoz (España)

Los neonicotinoides son una clase de insecticidas derivados de restos de nicotina. Actúan sobre el sistema nervioso central de los insectos, causándoles una parálisis que los lleva a la muerte en horas. El imidacloprid, representante de este grupo de insecticidas, y sus metabolitos (entre los que se destaca el ácido 6-cloronicotínico) están considerados entre los responsables de la disminución de abejas en las colmenas, según algunos autores. Debido a los bajos Límites Máximos de Residuos¹ de los pesticidas de esta familia (0,05 mg/kg), es de gran interés desarrollar métodos analíticos fiables para cuantificar estos compuestos a muy bajas concentraciones.

En este trabajo se ha propuesto un método para la determinación del ácido 6-cloronicotínico, basado en el empleo de técnicas electroanalíticas, específicamente la voltamperometría, en sus modalidades diferencial de pulso y onda cuadrada. Tras el estudio del pH en varios medios, se optimizaron las condiciones instrumentales de las dos técnicas estudiadas, utilizando como electrodo de trabajo un electrodo de gotas de mercurio. En voltamperometría diferencial de pulsos se optimizó la amplitud de pulso, mientras que, en onda cuadrada, los parámetros optimizados fueron el paso de potencial, la frecuencia y la amplitud de pulso.

A continuación, se estudió la influencia de la concentración obteniéndose las rectas de calibrado, así como los parámetros de calidad y los límites de detección según Long – Winefordner (1,05 μM) y Clayton (2,09 μM), los cuales fueron más bajos en voltamperometría diferencial de pulso. También, se estudió la repetitividad para obtener la precisión del método (RSD = 1,76%) y se realizó un estudio sobre la posible interferencia de la señal voltamperométrica del Imidacloprid sobre la señal del ácido 6-cloronicotínico. Para finalizar, se aplicó el método desarrollado a la determinación del ácido 6-cloronicotínico en muestras de miel, obteniéndose recuperaciones en torno al 90%.

Agradecimientos

Los autores agradecen la financiación a la Ayuda a Grupos de Investigación de la Junta de Extremadura (GR24111), 85% co-financiada por los Fondos Europeos para el Desarrollo Regional y la Junta de Extremadura. Autoridad de Gestión, Ministerio de Hacienda.

Referencias

1. Legislación de la UE sobre LMR. <https://ec.europa.eu/food/plant/pesticides/eu-pesticides-database/start/screen/mrls> (último acceso: 13/04/2026).

Puesta a punto y validación de un método analítico para la determinación de alcaloides en orina humana

Paula Ponz-Perelló, Olga Pardo, Francesc A. Esteve-Turrillas

Departamento de Química Analítica, Universitat de València, Burjassot, 46100 (España).

Los alcaloides pirrolizidínicos (AP) y tropánicos (AT) son fitotoxinas producidas de forma natural por diversas familias de plantas como mecanismo de defensa, introduciéndose en la cadena alimentaria y representando un riesgo para la salud pública. Mientras que los AP son reconocidos por su toxicidad hepática, genotoxicidad y posible carcinogenicidad, los AT se caracterizan por sus fuertes efectos anticolinérgicos en el sistema nervioso. Para estimar la exposición a estas toxinas, la orina se presenta como una matriz biológica ideal, dado que es no invasiva, de fácil recolección y refleja eficazmente la excreción de estos contaminantes. Es por esto que el objetivo de esta investigación es la puesta a punto y validación de una nueva metodología analítica para la determinación simultánea de 26 AP y 2 AT en orina mediante cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas en tándem. El tratamiento de muestra se basó en un procedimiento de extracción en fase sólida. Durante su desarrollo, se llevó a cabo una optimización de parámetros como el pH y la fuerza iónica, evaluando distintos sorbentes, incluyendo C18, ECX y HLB. Finalmente, se seleccionaron los cartuchos poliméricos HLB, los cuales demostraron mayores recuperaciones de los analitos y una gran robustez e independencia frente a las variaciones de pH y fuerza iónica. Adicionalmente, el estudio del efecto matriz reveló una alteración muy intensa de la señal para ciertos compuestos. Para compensar este efecto, la cuantificación de las muestras se realizó mediante curvas de calibrado preparadas en la propia matriz (*matrix-matched*), utilizando escopolamina deuterada como patrón interno. La robustez de la metodología se confirmó mediante una validación basada en los criterios del Reglamento de Ejecución (UE) 2023/2783. El método garantizó una excelente sensibilidad, con límites de cuantificación (LOQ) de entre 0.08 y 0.4 ng/mL, junto con precisiones inter-día inferiores al 30% y recuperaciones comprendidas entre el 69% y el 130%. El análisis de muestras de orina, permitió detectar varios de los compuestos diana, observándose una notable incidencia de monocrotalina, erucifolina, licopsamina, retrorsina-*N*-óxido y senecivervina-*N*-óxido. En conclusión, este estudio presenta un enfoque altamente innovador, ya que la monitorización de estas toxinas en orina ha sido escasamente reportada en la literatura. El desarrollo de este tipo de herramientas analíticas resulta crucial para realizar estudios de biomonitorización humana que permitan evaluar el nivel de exposición a estas toxinas naturales al que se ve sometida la población, con el fin de proteger la salud pública.

Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033 y por FEDER, UE mediante el proyecto PID2024-162569OB-I00. Asimismo, los autores agradecen el apoyo de la ayuda para contrato predoctoral PRE2024-002638.

Evaluation of different normalization strategies for untargeted metabolomics analysis of serum samples from glaucoma patients by GC-TOF-MS

Jorge García Álvarez^{a,b}, Héctor González-Iglesias^b, José Ignacio García Alonso^a, Pablo Rodríguez González^a

^a Departamento de Química Física y Analítica, Facultad de Química, Universidad de Oviedo. Av. Julián Clavería, 8, 33006, Oviedo, España.

^b Instituto de Productos Lácteos de Asturias, Consejo Superior de Investigaciones Científicas (IPLA-CSIC), Lugar La Corredoria, 22, 33011, Oviedo, España.

Untargeted GC-MS metabolomics is highly sensitive to analytical variability arising from derivatization efficiency, instrumental drift, and batch effects. Although normalization is essential to improve data quality, there is still no consensus regarding the most appropriate strategy for untargeted GC-MS workflows¹. In this study, several normalization approaches were systematically evaluated using serum samples from controls and patients with pseudoexfoliative glaucoma (PEXG) or primary open-angle glaucoma (POAG)². Samples were analyzed in two independent analytical batches including pooled quality control (QC) samples interspersed throughout the acquisition sequence. Sample preparation involved protein precipitation followed by a sequential derivatization strategy based on methoximation, MTBSTFA, and MSTFA to improve derivatization efficiency and metabolite coverage.

The normalization methods evaluated included weight normalization, total ion current (TIC), probabilistic quotient normalization (PQN), internal standard assignment by retention time, derivatization-matched internal standards, and a QC-driven internal standard selection. After normalization, QC-based LOESS drift correction and QC-based batch correction were applied. Performance was assessed using QC relative standard deviation (RSD), percentage of metabolites with QC RSD below 30%, QC clustering in principal component analysis (PCA), and preservation of multivariate structure. QC-driven internal standard normalization provided the greatest reduction in QC variability. However, some normalization strategies also altered PCA variance structure, emphasizing the need to balance analytical precision with preservation of biological information. Overall, this work proposes a practical quality assurance workflow integrating derivatization optimization, normalization, drift correction, and batch correction for untargeted GC-MS metabolomics.

Acknowledgments

J.G.A acknowledges financial support from the University of Oviedo through the grant PRP-UO-PUB-ASV-2024TESIS-24. Projects PID2024-159562NB-I00 and PID2022-137319OB-C22 financed by MCIU/AEI/ 0.13039/501100011033 / FEDER, UE is also acknowledged.

References

1. Nam et al (2024). "Evaluation of normalization strategies for GC metabolomics", 20, 22.
2. Broadhurst et al (2018). "Guidelines and considerations in untargeted clinical metabolomic studies", 14, 72.

Determination of silver nanoparticles in confectionary products by hydrodynamic chromatography hyphenated with ICP-MS

Iván Lozano-González^a, Ariadna Rodríguez-González^a, Paloma Herbello-Hermelo^a, Pilar Bermejo-Barrera^a, **Antonio Moreda-Piñeiro^a**

^aTrace Elements, Spectroscopy and Speciation Group (GETEE), Institute of Materials (iMATUS). Department of Analytical Chemistry, Nutrition and Bromatology. Faculty of Chemistry. Universidade de Santiago de Compostela. Avenida das Ciencias, s/n. 15782 – Santiago de Compostela, Spain.

The food additive E174 (metallic silver) is a shiny white powder with reflective properties that make food more attractive and appetising to consumers by giving it a silvery sheen. It is therefore used in the production of edible sugar pearls for decorating cakes, and there are several brands on the market that sell this type of product. In addition to its decorative function, metallic silver is also used as a preservative, as it possesses antimicrobial properties. However, there is considerable concern about the potential toxic effects of metals in nanoparticle form. A recent re-evaluation of silver (E174) as a food additive by the European Food Safety Authority (EFSA) could not conclude on the safety of silver (E174) due to a lack of adequate physicochemical characterisation, the absence of data on the release of silver ions, and insufficient toxicity and genotoxicity data [1]. This highlights the need to develop analytical methods that can assess the presence of inorganic nanoparticles, such as silver nanoparticles (Ag NPs), in food.

In this study, we have evaluated the efficiency of hydrodynamic chromatography (HDC) and inductively coupled plasma – mass spectrometry (ICP-MS) for determining Ag NPs in confectionary products. The Ag NPs were separated using a mobile phase consisting of 0.5 mM Na₂HPO₄, 0.1% Triton X-100, 0.026% SDS and 0.05% formaldehyde, at a flow rate of 1.5 mL min⁻¹ (retention time of 8.9 min). The Ag NPs were isolated from sugar pearl samples using an enzymatic hydrolysis procedure with Mazerozyme[®] R-10 and further analysis showed that there was no matrix effect in the determinations. The use of 40 nm Ag NPs as calibrants led to Ag NP mass concentrations statistically comparable to those obtained for the same samples using single particle ICP-MS (spICP-MS). The limit of detection (Ag NPs mass concentration) of the method was 14 ng g⁻¹, with inter-day analytical recoveries in the range of 98–106% (Ag NP mass concentrations from 5 to 40 µg L⁻¹) and inter-day relative standard deviations from 5 to 10% (Ag NP mass concentrations from 5 to 40 µg L⁻¹).

Acknowledgment

The authors would like to thank to *Agencia Estatal de Investigación* (FOODNANORISK, reference PID2021-125276NB-I00) and *Xunta de Galicia* (*Grupo de Referencia Competitiva*, reference ED431C 2022/029).

References

[1] EFSA Panel on Food Additives and Flavourings (FAF). Follow-up of the re-evaluation of silver (E 174) as a food additive (EFSA-Q-2023-00169). EFSA Journal 2025;23:e9316. doi.org/10.2903/j.efsa.2025.9316.

P1-082

Análisis no destructivo de hebras de azafrán mediante espectroscopía NIR portátil para la discriminación según su origen geográfico

Elisabet Martín-Tornero^{a*}, María Isabel Martín-Pérez^a, Elena Gago-Prieto^a, Mirta Raquel Alcaraz^a, Isabel Durán-Merás^a (*elisabetmt@unex.es)

^a Departamento de Química Analítica, Universidad de Extremadura, España.

El azafrán, obtenido de los estigmas desecados de la iridácea *Crocus sativus* L., constituye una de las especias de mayor valor comercial debido a sus propiedades organolépticas y medicinales. Su producción global está restringida a regiones geográficas específicas, ya que su cultivo presenta una elevada especificidad edafoclimática. La variabilidad en las condiciones ambientales entre las distintas regiones productoras genera diferencias significativas en la composición química de la especia, que repercute directamente en su valoración económica. En este contexto, surge la necesidad de desarrollar herramientas capaces de determinar la procedencia geográfica de manera rápida y no destructiva.

Este estudio demuestra la utilidad de la espectroscopía de infrarrojo cercano (NIR) para la discriminación de azafranes procedentes de diversos orígenes geográficos. Las muestras fueron analizadas en su presentación comercial, sin tratamiento, empleando los estigmas enteros en forma de hebras. Este procedimiento evita el procesamiento de las muestras requerido por los métodos analíticos tradicionales, simplificando así el proceso de análisis.

Para la medición, las hebras se depositaron sobre un cristal de cuarzo, utilizando un collarín con ventana de zafiro situado a aproximadamente 3 mm de la entrada del espectrofotómetro, garantizando la homogeneidad y reproducibilidad de las muestras. Con el objetivo de evaluar la reproducibilidad de las medidas, se tomaron diez fracciones de la misma muestra de azafrán. Los espectros se adquirieron en modo reflectancia, promediando 50 escaneos por espectro para mejorar la relación señal/ruido.

Los datos se analizaron mediante diferentes algoritmos quimiométricos de clasificación. El modelo de PCA-LDA arrojó los mejores resultados para la discriminación de azafranes según su origen geográfico, con un porcentaje de predicciones correctas del 93 %.

Los resultados revelan que la espectroscopía NIRS combinada con el análisis multivariante presenta un elevado potencial para su aplicación en el control de calidad del azafrán, permitiendo obtener resultados confiables de manera rápida y sin destrucción de la muestra. En este sentido, el método propuesto se alinea con los principios de la química analítica verde, al eliminar el uso de reactivos, reducir la generación de residuos y disminuir el consumo energético.

Agradecimientos: Ayuda a Grupos de Investigación de la Junta de Extremadura (GR24111), 85% cofinanciado por los Fondos Europeos para el Desarrollo Regional y Junta de Extremadura. Autoridad de Gestión, Ministerio de Hacienda. EGP: UEx Acción II del Plan Propio de Investigación y Transferencia. MRA: Ayuda Programa Ramón y Cajal (RYC2023-043324-I) financiada por MICIU/AEI /10.13039/501100011033 y por el FSE+.

P1-083

Protein profile in milk, colostrum and colostrum supplements from different species. Analysis by capillary electrophoresis with sodium dodecyl sulfate

Maria Paula Rodriguez-Godoy, Rula Rostom, Habib Cimen, Gema Loaisa, Mercedes de Frutos, Angel Puerta

Instituto de Quimica Organica General (IQOG-CSIC), Madrid, (Spain)

Milk and colostrum contain numerous bioactive proteins which offer broad benefits to the digestive, immune, and mental systems. Due to the positive effects that these proteins can promote to the health, food supplements (FSs) containing goat and cow colostrum are marketed. These proteins are classified as caseins (α , β , and κ CN) and whey proteins (α -lactalbumin (α -LA), β -lactoglobulin (β -LG), serum albumin (SA), lactoferrin (LF), and immunoglobulin (Ig)). The concentrations of these proteins differ between animal species and between colostrum and milk with a significant increase in Ig and LF in colostrum.

The aim of this work was to determine the protein fingerprints of milk and colostrum of different animal species and of FSs based on either cow colostrum or goat colostrum by capillary electrophoresis with sodium dodecyl sulfate (CE-SDS).

Factors influencing sample preparation steps for milk and colostrum, such as skimming, freeze/thaw cycles, and pH fractionation were studied. Milk, colostrum and FS samples were analyzed by CE-SDS [1, 2] to achieve their protein fingerprint. In addition, IgG content in FSs was also determined.

This study showed the applicability of CE-SDS as an effective tool for milk, colostrum and FS protein profile and quantitation analysis. The results revealed compositional differences between species in both milk and colostrum, and identified variations between natural products and commercial colostrum FSs. Furthermore, it was found that factors such as the animal species, industrial processing methods, and sample preparation can significantly influence the composition of the samples.

Acknowledgements

This work is part of the I+D+I project PID2023-149799OB-C21 funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and ERDF/EU

References

- 1.- Puerta et al. (2023). *J. Chromatogr. A*, 1688, 463689.
- 2.- Gonzalez-Jimenez et al. (2025). *Adv. Sample Prep.*, 16, 100222.

P1-084

Advanced analytical strategies for in vitro release profiling of antigenic peptides encapsulated in phosphatidylserine-liposomes

Irene Latorre^{a,b}, Montserrat Mancera-Arteu^a, Oumaima El Ouahabi^{a,b}, Jorge Plaza^b, Sílvia Rodríguez-Vidal^b, Victoria Sanz-Nebot^a

^a Department of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, Institute for Research on Nutrition and Food Safety (INSA-UB), University of Barcelona, Martí i Franquès 1-11, 08028 Barcelona, Spain

^b Ahead Therapeutics SL, Barcelona, Spain

Autoimmune diseases (AIDs) involve dysregulated immune responses against self-antigens, and current therapies are limited to anti-inflammatory and immunosuppressive agents. Phosphatidylserine-liposomes (PS-Liposomes), which mimic apoptotic cells, are promising nanocarriers for antigen-specific immunotherapies, by promoting immune tolerance towards the encapsulated antigen (1). For PS-Liposome preclinical development, safety, drug product performance and availability must be demonstrated. In this context, in-vitro drug release testing under physiological conditions is essential to ensure product quality. However, antigen characterization at low concentrations in complex matrices, such as serum or plasma, remains challenging (2).

In this regard, an in-vitro release method based on a sample-and-separate approach for monitoring antigenic peptide within PS-Liposomes was developed. Myasthenia Gravis (MG) and Rheumatoid Arthritis (RA) PS-Liposome formulations were diluted in phosphate-buffered saline (PBS) or physiological serum to expected blood antigen concentrations and incubated under mild agitation at 37°C. Antigen quantification was performed by high-performance liquid-chromatography with ultraviolet detection (HPLC-UV), while lipid content was monitored by high-performance liquid-chromatography coupled with an evaporative light scattering detector (HPLC-ELSD) (3). To better mimic in vivo conditions, fortified serum samples were then employed, to account for stability in blood circulation and analyte-protein interactions. Several liposome preconcentration approaches were evaluated to enable their isolation from serum, including Centrisart® centrifugal filters, Nanotrap® Extracellular Vesicle particle's kit and polyethylene glycol (PEG) precipitation, followed by liposome disruption through liquid-liquid extraction. The analytical method for antigen and lipid unequivocal identification and quantification was transferred to high-resolution mass spectrometry (HPLC-MS), enabling lower detection limits and improved analysis in complex matrices.

Acknowledgements: This work was supported by an Industrial PhD grant from the Agency for the Management of University and Research Grants (Government of Catalonia).

References

1. Almenara-Fuentes et al., (2023). *Nanomedicine*, 48, 102635.
2. Fan et al., (2021). *J. Pharm. Biomed. Anal.*, 192, 113642.
3. El Ouahabi et al., (2024), *Microchem. J.*, 206, 111420.

P1-085

Nanobiosensor enzimático basado en nanoclústeres de paladio electrocatalíticos para la determinación simultánea e *in situ* de glucosa y etanol en sudor

Alejandro Rodríguez-Penedo, Estefanía Costa-Rama, Beatriz Fernández, M. Teresa Fernández-Abedul

Departamento de Química-Física y Analítica, Universidad de Oviedo, Julián Clavería 8, 33006, Oviedo, España

El desarrollo de herramientas analíticas para el diagnóstico descentralizado constituye una prioridad en Química Clínica y Analítica. Para que estas tecnologías sean realmente eficaces es esencial disponer de métodos de muestreo mínimamente invasivos que permitan obtener información bioquímica de forma rápida y fiable. En este contexto, el sudor es una muestra muy interesante dada su accesibilidad y fácil recolección. Paralelamente, el diseño de dispositivos electroquímicos miniaturizados ha experimentado un gran impulso, especialmente aquellos orientados a la cuantificación de glucosa, biomarcador clave en el control de la diabetes. Asimismo, el etanol es otro biomarcador clínicamente relevante, estrechamente vinculado a su consumo. Además, dado que su ingesta puede inducir hipoglucemia, la determinación simultánea de glucosa y etanol adquiere un interés clínico significativo. En este estudio, se presenta el desarrollo de un nanobiosensor capaz de determinar de forma rápida y precisa ambos analitos en muestras de sudor.

El dispositivo propuesto se basa en el empleo de nanoclústeres de paladio (PdNCs), los cuales presentan una excelente actividad catalítica en la reacción de reducción de oxígeno (ORR) [1]. En este trabajo se utilizaron PdNCs para desarrollar un nanobiosensor enzimático empleando tarjetas con electrodos serigrafiados, incluyendo dos electrodos de trabajo de carbono. Uno de ellos fue modificado con PdNCs y GOx, y el otro con PdNCs y AOx, lo que permitió la determinación simultánea de glucosa y etanol en sudor [2]. La cuantificación se basa en la medida del consumo de oxígeno producido durante la oxidación del analito, reacción mediada por las enzimas oxidasas. Dicho consumo es proporcional a la concentración del analito y puede medirse de forma sensible por la variación en la densidad de corriente catalizada por los PdNCs. La plataforma mostró una respuesta selectiva frente a ambos compuestos, sin interferencias de otros componentes del sudor. Finalmente, se realizaron estudios de validación en condiciones reales, incluyendo análisis descentralizado en gimnasio, confirmando la aplicabilidad del sistema. Además, se observaron diferencias significativas en las concentraciones de glucosa y etanol en el sudor tras la ingesta de bebidas azucaradas y alcohólicas.

Agradecimientos: Este trabajo ha sido financiado por los proyectos PID2023-148375OB-I00 y PID2022-137319OB-C21, otorgados por el MCIN/AEI/10.13039/501100011033/FEDER, UE, y por el Principado de Asturias a través de Sekuens, así como por la UE (FEDER; IDE/2024/000694). A. Rodríguez-Penedo agradece el apoyo de la beca “Severo Ochoa” (PA-23-BP22-007), financiada por el Principado de Asturias.

Referencias

- [1] Rodríguez-Penedo, A. *et al.* (2023). *Adv. Healthc. Mat.*, 12, 2202972.
- [2] Rodríguez-Penedo, A. *et al.* (2026). *Adv. Healthc. Mat.*, e04371.

P1-086

Caracterización del perfil volátil de carne de vacuno mediante HS-SPME-GC-MS y herramientas quimiométricas: efecto del pH, maduración y envasado.

Mónica Bueno^{ab}, Nuria Panella-Riera^c, Marta Tudó-Bitrián^{ab}, Jakeline V. Romero^{bd}, Virginia C. Resconi^{bd}, M. Mar Campo^{bd}

^aLAAE, Dpto. Química Analítica, Universidad de Zaragoza (España)

^bInstituto Agroalimentario de Aragón "IA2" (UNIZAR-CITA) (España)

^cIRTA-Calidad y Tecnología Alimentarias (España)

^dDpto. Producción Animal y Ciencia de los Alimentos, Universidad de Zaragoza (España)

El aroma es uno de los atributos sensoriales determinantes en la aceptación de la carne de vacuno por parte del consumidor. Sin embargo, su perfil volátil es altamente dinámico y depende de diversos factores tecnológicos y de conservación. El objetivo de este trabajo es evaluar el impacto del pH (normal vs. elevado), el tipo de maduración (en canal vs. vacío), el sistema de envasado (film, skin y MAP) y el tiempo de almacenamiento (5 y 12 días) sobre los compuestos odorantes de la carne.

Para abordar la complejidad de la matriz sólida y asegurar la reproducibilidad en un diseño experimental extenso, se analizaron 120 muestras mediante microextracción en fase sólida del espacio de cabeza acoplada a cromatografía de gases-espectrometría de masas (HS-SPME-GC-MS), siguiendo una metodología robusta basada en el uso de un control externo para la corrección de la señal [1]. El procesamiento de los datos se realizó mediante el software PARADISE, lo que permitió una resolución eficaz de picos solapados gracias a la deconvolución y una identificación precisa de compuestos clave incluso en concentraciones traza.

Las identificaciones de los compuestos se llevaron a cabo mediante el análisis del espectro de masas, la comparación de índices de retención e inyección de patrones puros. Se cuantificaron un total de 96 compuestos con actividad odorante, incluyendo aldehídos, cetonas, ácidos, alcoholes y terpenos. Los resultados muestran que el pH elevado altera significativamente las rutas de oxidación lipídica y favorece el catabolismo aminoacídico, como sugiere el incremento de marcadores específicos como el 3-metilbutanal, el metionol y el indol, en contraste con la mayor abundancia de aldehídos lineales y ácidos en muestras de pH bajo. Asimismo, se observó que la maduración y el sistema de envasado interactúan de forma crítica con el tiempo de almacenamiento, definiendo la evolución del aroma.

Este enfoque analítico avanzado no solo permite identificar biomarcadores de calidad y vida útil sensorial, sino que demuestra la eficacia de la integración de métodos de extracción eficientes con herramientas de deconvolución para la resolución de problemas reales en la industria agroalimentaria.

Referencias

1. Bueno et al. (2019). *Food Chem.*, 281, 49.

Design and quantitative evaluation of metal-based nanoparticles for efficient phosphopeptide enrichment

Francisco Calderón Celis^a, Lucía Suárez Fernández^b, Jorge Ruiz Encinar^b

^aInstitute of Biomedicine and Biotechnology of Cantabria (IBBTEC), University of Cantabria-CSIC (Spain)

^bDepartment of Physical and Analytical Chemistry, University of Oviedo (Spain)

Protein phosphorylation is one of the most relevant post-translational modifications (PTMs) in biological systems, regulating key processes such as signal transduction, cell growth, differentiation, and apoptosis. However, its analysis remains challenging due to the low abundance of phosphoproteins and the substoichiometric nature of phosphorylation.¹ Mass spectrometry (MS) is the main analytical tool for PTM analysis, but the detection of phosphopeptides is frequently limited by their low representation in biological samples. Therefore, selective enrichment strategies are required to improve their detection.

Immobilized metal affinity chromatography (IMAC) is one of the most used methods for phosphopeptide enrichment, but its performance can be affected by insufficient specificity and binding capacity, as well as differences in metal selectivity.² In this work, we address these limitations by developing novel metal-based nanoparticles, particularly titanium-based materials, to enhance enrichment efficiency. These materials were validated against commercial procedures, showing improved performance.

Furthermore, we used ICP-MS to provide a more comprehensive evaluation of enrichment efficiency, by the absolute quantification of phosphorous in total and speciation analysis of phosphopeptides before and after the different stages of the enrichment process.³ Thus, while LC-MS/MS allows phosphopeptide identification, ICP-MS offers quantitative insight into phosphorus recovery across all fractions.

Acknowledgments

FCC acknowledges the “Ramón y Cajal” grant (RYC2024-048391-I), funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and the FSE+. LSF acknowledges the “Severo Ochoa” grant BP24-149 funded by the Government of the Principality of Asturias.

References

1. Smith *et al.* 2013. *Nat Methods*. 10, 186.
2. Kange *et al.* 2005. *J Biomol Tech*. 16, 91.
3. Calderón Celis *et al.* 2019. *Anal Chem*. 91, 1105.

P1-088

Untargeted metabolomics approach to evaluate the long-term effects of olive leaf extract intake on the human urinary and plasma metabolome

Patricia Fernández-Moreno^a, Andrea Erdociain-Jiménez^a, María de la Luz Cádiz-Gurrea^a, David Arráez-Román^a, Antonio Segura-Carretero^a, Álvaro Fernández-Ochoa^a

^aDepartment of Analytical Chemistry, University of Granada, 18071 Granada (Spain)

Introduction: Olive leaf extract (OLE) represent a high-valuable source of bioactive compounds, primarily secoiridoids and flavonoids, recognized for their potent antioxidant and cardioprotective properties. While the acute biotransformation and bioavailability of OLE-derived phytochemicals have been previously characterized [1,2], the systemic impact of sustained consumption on systemic metabolic homeostasis remains poorly understood. Identifying shifts in endogenous metabolic pathways is crucial to unraveling the long-term health-promoting mechanisms of OLE in human physiology and its potential to mitigate the metabolic inflexibility associated with aging.

Objectives: This study aims to evaluate the long-term effects of OLE supplementation on the endogenous urinary and plasma metabolome in a middle-aged population, identifying potential biomarkers of metabolic modulation. **Methods:** A randomized, double-blind, longitudinal trial was conducted with 52 healthy volunteers (30 women and 22 men) aged 45–65 years who consumed 500 mg/day of OLE or placebo for 2 months. Urine and plasma samples were collected at baseline (T0) and post-intervention (T2). All samples were analyzed via HPLC-ESI-qTOF-MS and raw data were preprocessed using MZmine (v.4.7.29), followed by robust normalization, signal drift correction, and feature filtering using the *notame* R package. Statistical evaluations in MetaboAnalyst included PCAs and Volcano Plots ($FC > 1.2$, $p < 0.05$) for paired tests to highlight altered endogenous metabolites and mitigate individual variability. Metabolite annotation was performed by comparing experimental MS/MS fragmentation spectra with databases.

Results: Beyond the initial detection of thousands of molecular features, preliminary results revealed 35 altered metabolites in urine, with 34 up-regulated and 1 down-regulated, and 31 in plasma, including 18 up-regulated and 13 down-regulated features. In plasma, OLE intervention modulated metabolic fingerprints related to lipid metabolism, specifically affecting phospholipids and a set of acylcarnitines. This systemic response was further supported by a concordant urinary signature characterized by the regulation of dicarboxylic acids, such as traumatic acid and *cis*-5-decenedioic. These findings suggest systemic metabolic reprogramming toward enhanced fatty acid β -oxidation and peroxisomal ω -oxidation pathways, potentially improving lipid signaling, redox balance, and energy utilization. **Conclusions:** Results from this study indicate that longitudinal OLE supplementation appears to modulate the human native metabolome, particularly lipid-related pathways. This long-term approach in healthy volunteers aged 45–65 years underscores the potential of OLE to influence systemic homeostasis and lipid regulation, providing a deeper understanding of its chronic health-promoting mechanisms.

References

1. Fernández-Moreno *et al.* (2025). Food Res. Int., 190, 117752.
2. Villegas-Aguilar *et al.* (2024). J. Agric. Food Chem. 72, 24879.

P1-089

Evaluation of sorbent materials for micro-packed sorbent extraction towards on-site sample preparation for the determination of 3,5-dihydroxycinnamic acid as gluten Intake biomarker

Emanuele Marrano^a, Lorenzo Sanjuan-Navarro^a, Yolanda Moliner-Martinez^a, C. Martin-Gastaldo^b, Pilar Campins-Falcó^a

^aMINTOTA Research Group, Departament de Química Analítica, Facultat de Química, Universitat de Valencia, 46100 Burjassot, Spain.

^bInstituto de Ciencia Molecular (IcMol) Universidad de Valencia, Catedrático José Beltrán-2, 46980, Paterna (Spain)

Alkylresorcinols (ARs), particularly 3,5-dihydroxycinnamic acid (3,5-DHCA), have been proposed as biomarkers of dietary gluten exposure. This is especially relevant in celiac disease, where strict adherence to a gluten-free diet is required but difficult to maintain. Current methods to assess compliance present significant limitations, highlighting the need for reliable, simple, cost-effective, and portable analytical approaches. Recently, we proposed a colorimetric lateral flow assay based on the use of Fast Blue (FB) doped PDMS membrane giving rise to a selective method to determine 3,5-DHCA in urine samples [2]. However, sample pretreatment is still a limitation step towards portability. Hence, the objective of the present work was to study different sorbent materials for micro packed SPE (μ SPE) in syringe systems in order to enhance the analytical performance in terms of portability, cost and time to approximate the implementation to clinical analysis.

For this aim, C18, divinylbenzene-N-vinylpyrrolidone (DVB co-NVP) and the MOF MUV-10 (Ca) [3] were evaluated as sorbent materials. The parameters studied were sorbent amount, sample volume, eluent type, and elution volume. The analytical response was monitored by using CapLC-DAD and UV-vis spectroscopy. The evaluation of the different materials was carried out by assessing their analytical performance (preconcentration factor and extraction efficiency), greenness, and portability.

The results demonstrate that MUV-10(Ca) provides high selectivity due to its specific interaction mechanism, whereas the use of DVB-co-NVP is advantageous, yielding enhanced extraction efficiency (90%) and preconcentration factors (PF = 6). In both cases, the precision was satisfactory (%RSD = 12%). The use of a mixed sorbent (MUV-10(Ca)/DVB-co-NVP) enabled the development of portable syringe-based formats, offering adequate selectivity, extraction efficiency, and portability. These findings highlight the potential for developing portable sample pretreatment analytical devices for assessing dietary gluten transgressions.

Agradecimientos: Authors acknowledge EU FEDER and the Gobierno de España MCIU-AE (PID2021 124554NB-I00) and to the Generalitat Valenciana (PROMETEO CIPROM/2023/46).

Referencias

1. Af Segerstand, EMH et al (2025) J. Nutr. 155, 985.
2. Martinez-Aviño, A. et al (2025) Anal Bioanal Chem 417, 2061.
3. Castells-Gil, J. (2018) Angewandte 57, 8453.

Impacto de nanopartículas de selenio versus Se(VI) en cebada sometida a estrés por Cd: respuesta fisiología-metabólica y acumulación de Cd, Se y SeNPs por ICP-MS/spICP-MS.

Marina Rodríguez Marín^a, Gustavo Moreno Martín^a, Yolanda Madrid^a

^aUniversidad Complutense de Madrid (ROR 0290gd045). Facultad de Ciencias Químicas. Ciudad Universitaria, 28040 Madrid, (España)

El selenio es un micronutriente esencial para el desarrollo vegetal cuya deficiencia hace necesaria la implementación de estrategias de biofortificación. En este contexto, las nanopartículas de selenio (SeNPs) han emergido como una alternativa prometedora frente a fertilizantes inorgánicos convencionales, como el Se(VI)¹.

En este trabajo se evaluó la eficacia de SeNPs, estabilizadas con quitosano (Ch-SeNPs), de (50 ± 5) nm, aplicadas por vía foliar (2 mg L^{-1}) en plantas de cebada (*Hordeum vulgare*) cultivadas en sistema hidropónico. La evaluación se realizó comparando tratamientos con Se(VI) (2 mg L^{-1}), tanto en ausencia como en presencia de estrés por Cd (2 mg L^{-1} aplicado en raíz). La eficacia de las SeNPs se evaluó considerando su efecto sobre el crecimiento vegetal, parámetros fotosintéticos, metabolitos primarios y secundarios, acumulación de selenio y Cd, así como la detección de las nanopartículas en la parte aérea.

Los resultados mostraron que la aplicación de Ch-SeNPs incrementó la biomasa y la longitud de la parte aérea respecto al Se(VI), sin afectar a la longitud radicular y minimizó la reducción de estos parámetros inducida por el Cd. Los ensayos espectrofotométricos confirmaron un aumento en el contenido de clorofila a, sugiriendo una mejora en la capacidad fotosintética. En cuanto a los parámetros metabólicos, las Ch-SeNPs no modificaron el contenido de polifenoles, flavonoides, malondialdehído ni la capacidad antioxidante. Sin embargo, el Cd incrementó todos ellos como respuesta de estrés, efecto que se atenuó en presencia de Ch-SeNPs, excepto en el caso del malondialdehído. El análisis mediante ICP-MS evidenció acumulación y traslocación de selenio procedente de las Ch-SeNPs, siendo ambas inferiores al tratamiento con Se(VI). La concentración alcanzada fue de $(1,90 \pm 0,07) \text{ mg kg}^{-1}$ en parte aérea y $(1,7 \pm 0,7) \text{ mg kg}^{-1}$ en raíz. Además, se observó una disminución del contenido de Cd tanto en presencia de Ch-SeNPs como de Se(IV) en ambas partes de la planta, lo que sugiere un posible efecto protector frente a este metal. Finalmente, la presencia de Ch-SeNPs en la parte aérea se confirmó mediante análisis por spICP-MS tras extracción enzimática realizada con citrato 2 mM (pH 4,5) y Maceroenzyme R-10, asistida por sonda de ultrasonidos.

En conjunto, estos resultados evidencian el potencial de las Ch-SeNPs como estrategia de biofortificación en cebada y como alternativa a fertilizantes convencionales, mejorando la respuesta fisiológica frente al estrés inducido por Cd.

Agradecimientos: Los autores agradecen al Proyecto PID2023- 148425NB-I00 financiado por MCIU/AEI/10.13039/ 501100011033 and FEDER, EU.

Referencias

1. Ali et al. (2025). *Nanotechnology-driven biofortification of Fe, Zn, and Se in edible plants*. J. Nanobiotechnol., 23, 1.

P1-091

Analytical performance and clinical utility of a sandwich ELISA for urinary TMAO quantification in CRC screening

Laia Fortuny-Parull^{a,b}, Marina Oteiza^c, Rocío López-Rubio^{a,b}, Raquel Cumeras^{a,b,c}

^a Oncology Department, Institut de Recerca Biomèdica Catalunya Sud (IRBCatSud), CERCA (Spain)

^b Institute of Oncology of Southern Catalonia (IOCS), Sant Joan University Hospital of Reus (HUSJR), Reus (Spain)

^c Department of Electronics, Electrical and Automatic Control Engineering, Universitat Rovira i Virgili (URV), Tarragona (Spain)

Trimethylamine N-oxide (TMAO) is a gut microbiota-derived metabolite associated with inflammation and, more recently, with colorectal cancer (CRC). Its potential as a non-invasive biomarker makes it an attractive candidate for improving CRC screening strategies, which are currently based on fecal occult blood testing (FOBT). However, the incorporation of TMAO into clinical workflows requires robust, scalable and analytically validated methods. This study aimed to evaluate the analytical performance of an enzyme-linked immunosorbent assay (ELISA) for the quantification of TMAO in urine samples from individuals participating in a CRC screening program.

Urine samples were collected from 135 individuals undergoing routine CRC screening after a FOBT positive result. Sample preparation was minimal and consisted mainly of dilution followed by direct analysis using sandwich ELISA according to the manufacturer's instructions. Analytical performance was assessed through calibration curves, limits of detection (LOD) and quantification (LOQ), and intra- and inter-assay precision. Group differences were assessed using a linear model on log-transformed TMAO/creatinine ratios, and discriminatory performance was evaluated by receiver operating characteristic (ROC) analysis.

The ELISA method demonstrated adequate sensitivity for physiological concentrations, with a mean absorbance at the LLOQ (0.067 μM) of 0.160 and at the ULOQ (1.065 μM) of 3.079, supporting acceptable linearity across the working range. Creatinine-normalized urinary TMAO levels were significantly higher in CRC cases than in preneoplastic lesions ($p = 0.011$), negative controls ($p = 0.001$), and inflammatory negative controls ($p < 0.001$). ROC analysis for CRC versus the remaining groups yielded an area under the curve (AUC) of 0.769, with 71.4% sensitivity and 80.5% specificity at the optimal threshold.

From a translational perspective, ELISA offers advantages such as simplicity, low cost, and compatibility with high-throughput workflows. Although its analytical resolution is lower than that of mass spectrometry, these findings support the feasibility of ELISA for large-scale urinary TMAO measurement in CRC screening settings and its potential as a complementary tool for non-invasive CRC detection.

Acknowledgments

This study has been funded by AGAUR (2024 PROD 00115). The Miguel Servet Program from ISCIII supported RC (CP25/00036).

P1-092

LC–IMS–MS Metabolomics Reveals Genotype-Driven Chemical Diversity in Avocado Cultivars

María Gemma Beiro-Valenzuela^a, Lucía Olmo-García^a, Isabel López-Alcázar^a, Paula Jiménez Mora^a, Sara Rodríguez-Rodríguez^a, Carmen María Sánchez-Arévalo^a, Patricio Olmedo^b, Romina Pedreschi^b, José Jorge González-Fernández^c, José Ignacio Hormaza^c, Alegría Carrasco-Pancorbo^a

^aUniversity of Granada, (Spain)

^bPontificia Universidad Católica de Valparaíso, (Chile)

^cInstitute for Mediterranean and Subtropical Horticulture (IHSM La Mayora-UMA-CSIC), (Spain)

The global avocado market is dominated by the *Hass* cultivar due to its organoleptic quality, transport resistance, extended postharvest life, and visible ripening through skin colour changes. However, less-studied cultivars may represent valuable commercial, agronomic, and nutritional alternatives. Understanding how these varieties differ from or align with *Hass* in their chemical composition is essential. This study evaluated the metabolic profiles of mesocarp samples from 31 avocado cultivars, classified into three groups based on their genetic relationship with *Hass* (*Hass* mutants, *Hass*-derived cultivars, and non-related cultivars). An untargeted metabolomics approach based on a UHPLC–timsTOF MS platform incorporating ion mobility spectrometry (IMS) was applied to that end.

This approach improved annotation confidence by incorporating collision cross section (CCS) values and enabled the resolution of co-eluting isomers. Multivariate analysis revealed clustering patterns linked to genetic background, with *Hass* mutants forming a compact group, while *Hass*-derived cultivars showed greater variability, and non-related cultivars the broadest dispersion, reflecting their higher metabolic diversity. At the compositional level, the most discriminant compounds in the PLS-DA models distinguishing *Hass*-derived cultivars were structurally complex glycosides, including hydroxycoumarin derivatives. In *Hass* mutants, the key differentiating features were phenolic derivatives, especially coumaric acid hexosides with group-specific isomeric features. Non-related cultivars were distinguished by a broader diversity of glycosides, such as glucopyranoside derivatives, rather than by enrichment in any specific subclass.

Overall, LC–IMS–MS-based metabolomics provides a robust framework for avocado cultivar differentiation and offers novel insights into the biochemical diversity linked to genetic background, supporting its application in breeding, quality assessment, and varietal authentication.

P1-093

Exposición a sustancias disruptoras endocrinas en niños y su relación con factores de estilo de vida con LC-MS/MS

Julen Segura Abarrategui^a, Nicola Montemurro^a, Sandra Pérez^a

^a IDAEA-CSIC, c/Jordi Girona 18-26, 08034, Barcelona, Spain

Los niños están expuestos diariamente a sustancias disruptoras endocrinas (EDCs) a través de la dieta, la inhalación y el contacto dérmico. Estos compuestos pueden suponer riesgos potenciales para la salud y desarrollo al interferir en la regulación estrogénica [1]. Para detectar estos compuestos en humanos, la orina es una matriz biológica muy empleada ya que no es invasiva y es de fácil acceso [2]. Diversos estudios epidemiológicos han descrito asociaciones entre patrones dietéticos y niveles urinarios de EDCs, apoyadas por métodos analíticos sensibles como LC-MS/MS y análisis estadísticos multivariantes [3].

Los objetivos de este estudio fueron evaluar la exposición a 80 EDCs mediante un enfoque de análisis dirigido, así como investigar posibles asociaciones entre la exposición a EDCs y factores del estilo de vida, incluyendo la dieta, el índice de masa corporal (IMC), el nivel socioeconómico en niños, etcétera. Para ello, se recogieron muestras de orina de 350 niños de ocho años de la cohorte INMA en Asturias, España. El análisis dirigido se realizó mediante cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas en tándem de baja resolución.

Se detectaron quince compuestos en más del 30 % de las muestras, pertenecientes predominantemente a las familias de los bisfenoles y las benzofenonas. Se aplicaron análisis estadísticos no paramétricos para evaluar los patrones de exposición en relación con variables de estilo de vida. Los resultados revelaron una asociación entre las concentraciones urinarias de bisfenol S y el consumo de pescado ($p = 0,02$), lo que sugiere una tendencia hacia una mayor exposición con un mayor consumo. Se observó una tendencia similar para el consumo de carne ($p = 0,05$), mientras que no se encontró asociación con la ingesta de frutas y verduras ($p = 0,929$). Además, no se identificaron relaciones significativas entre los niveles de exposición a EDCs y el IMC o el nivel socioeconómico.

En conjunto, este estudio proporciona una evaluación exhaustiva de la exposición a EDCs en niños con LC-MS/MS. La asociación observada entre el bisfenol S y el consumo de alimentos de origen animal destaca la dieta como una posible vía relevante de exposición.

Agradecimientos

Este estudio ha sido financiado por la European partnership for the assessment of risks from chemicals (HORIZON-HLTH-2021-ENVHLTH-03: 101057014).

Referencias

- 1 Donjeta Bali, et al. (2023). *The impact of the endocrine disruptors on child health*. Global Pediatrics. 5.
- 2 Lin, Xiao, et al. (2025). *Optimization and validation of a multi-residue method for analyzing organic UV absorbers in human urine by UHPLC-MS/MS*. Talanta 293.
- 3 Longyao Xu, et al (2022). *Several typical endocrine-disrupting chemicals in human urine from general population in China: Regional and demographic-related differences in exposure risk*. Journal of Hazardous Materials 424.

P1-094

Facile preparation of UiO-66(Zr)-based thin-films for the determination of alkyl- and chlorophenols in waters

Ana I. Jiménez-Abizanda^a, Santiago D Cabrera-González^a, Massimo G De Cesaris^b, María J Trujillo-Rodríguez^{a,c}, Adrián Gutiérrez-Serpa^{a,c}, Jorge Pasán^a, Verónica Pino^{a,c,d}

^a Laboratorio de Materiales para Análisis Químico (MAT4LL), Departamento de Química, Facultad de Ciencias, Universidad de La Laguna (ULL) (Spain)

^b Department of Chemistry, Faculty of Mathematical, Physical and Natural Sciences, University of Rome “La Sapienza” (Italy)

^c Unidad de Investigación de Bioanálítica y Medio Ambiente, Instituto Universitario de Enfermedades Tropicales y Salud Pública de Canarias (IUETSPC), ULL (Spain)

Thin-film solid-phase microextraction (TF-SPME) is a powerful sample preparation technique that improves the extraction efficiency of conventional SPME fibers, while maintaining fast extraction kinetics due to the efficient diffusion of the analyte through a thin film. Among available sorbent materials, metal-organic frameworks (MOFs) have emerged as highly valued phases in TF-SPME due to their exceptional high surface area, and thermal and chemical stability. Besides, they are highly tunable, which allows for the customization of selectivity toward target analytes. This study presents a simple, scalable strategy for fabricating MOF-based thin films by integrating UiO-66(Zr) into polymer-modified paper supports using a dip-coating approach. The fabrication process was systematically optimized by evaluating parameters such as paper pretreatment, drying temperature, MOF loading, and the number of coating layers. Physicochemical characterization via PXRD, FT-IR, and SEM confirmed the successful and homogeneous integration of the MOF into the membrane matrix. The resulting UiO-66(Zr)-based thin-films were applied to the determination of alkyl- and chlorophenols in tap and pool water samples using HPLC-DAD. The developed method achieved limits of detection as low as 21.5 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ and demonstrated excellent inter-device and inter-batch reproducibility.

Acknowledgments

This work was developed within the scope of the project ref. PID2023-147246OB-I00 funded by the Spanish Ministry of Science, Innovation, and Universities (MICIU/AEI/10.13039/501100011033) and the European Regional Development Fund (ERDF, EU). S.D.C.-G. thanks his FPI predoctoral contract, cofinanced by the “ACIISI” and by ESF+, integrated operation program Canary Islands 2021–2027, Axis 3 topic priority 74 (85%). M.J.T.-R. thanks her current Ramón y Cajal contract (ref. RYC2021-032502-I) at ULL, contract with funding of MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and the EU «NextGenerationEU»/PRTR, and both MICIU/AEI and ULL for the additional.

Estrategias de Data Augmentation y Data Fusion para el análisis clínico y forense mediante espectrosocopia vibracional.

David Pérez Guaita, Guillaume Carton, Victor Navarro-Esteve, Jaume Béjar-Grimalt, Ángel Sánchez-Illana, Paco Esteve-Turrillas, Salvador Garrigues
Departamento de Química Analítica, Universitat de València, Burjassot, España

Analizar muestras biológicas y químicas complejas de forma rápida y precisa es esencial para la toma de decisiones clínicas y forenses. La espectroscopía vibracional, ofrece una solución portátil y rentable para estas aplicaciones. En entornos clínicos, permite desarrollar herramientas de diagnóstico rápido, mientras que en el análisis forense facilita la identificación in situ de compuestos de drogas. La emergencia del machine learning y la quimiometría ha permitido desarrollar nuevas metodologías para construir modelos predictivos para aplicaciones clínicas y forenses en condiciones reales. Estos enfoques dependen de conjuntos de entrenamiento representativos; no obstante, la naturaleza sensible de las muestras clínicas y forenses suele limitar su disponibilidad, dificultando la creación de conjuntos de datos lo suficientemente amplios y bien caracterizados para el entrenamiento de modelos.

Para abordar este problema, exploramos estrategias de generación de datos sintéticos y fusión de datos con el fin de mejorar tanto el rendimiento predictivo como la interpretabilidad de los modelos, un factor clave para una toma de decisiones ética y fiable en aplicaciones clínicas y forenses. Presentamos ejemplos de estos enfoques, incluyendo la imagen vibracional multimodal, la calibración *in silico* de modelos diagnósticos y el aumento de datos combinado con aprendizaje profundo.

En el ámbito forense, la combinación de estrategias de *data augmentation* con regresión mediante Elastic Net permitió la identificación semicuantitativa de sustancias psicotrópicas en un centenar de muestras decomisadas. Por otro lado, en el campo clínico, el uso de modelos *in silico* facilitó la optimización multiparamétrica de las condiciones de medida, contribuyendo al desarrollo de modelos para el diagnóstico de la enfermedad renal crónica.

En conjunto, estas estrategias permiten integrar información espectral complementaria, simular tipos de muestras poco representadas y desarrollar modelos predictivos robustos. Además, mantienen la transparencia en la toma de decisiones, superando las limitaciones asociadas a conjuntos de datos escasos o complejos, y respaldando análisis precisos y éticamente responsables.

Agradecimientos

Proyectos PID2023-148947OB-I00 y CNS2023-145528 financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033 y por FEDER, UE y NextGenerationEU/PRTR.

Referencias

Navarro-Esteve, V. *et al.* Enhancing Vibrational Spectroscopy-Based Diagnosis through Bottom-Up Modeling: The Case of Infrared Absorption Spectrum of Urine. *Anal. Chem.* (2026)

P1-096

Determinación de biomarcadores de estrés oxidativo en saliva empleando microextracción dispersiva por sorción sobre barra agitadora miniaturizada

Alberto Chisvert^a, Guillem Peris-Pastor^a, Nutnicha Chansud^b, Opas Bunkoed^b, Juan L. Benedé^a

^aGICAPC, Departamento de Química Analítica, Universidad de Valencia (España)

^bCenter of Excellence for Innovation in Chemistry, Division of Physical Science, Prince of Songkla University (Thailand)

El bioanálisis ha sido siempre una herramienta de gran importancia en medicina, debido a su utilidad en el diagnóstico, pronóstico y respuesta al tratamiento de enfermedades. Más específicamente, el análisis de la saliva presenta un elevado potencial debido a la correlación de los niveles de biomarcadores en este fluido biológico y la sangre, mientras que su recolección es más fácil y menos invasiva [1]. En este trabajo se ha desarrollado un método analítico sostenible que presenta una elevada productividad para la determinación de dos biomarcadores de daño oxidativo del ADN (8-hidroxi-2'-deoxiadenosina (8OHdA) y 8-hidroxi-2'-deoxiguanosina (8OHdG)) en saliva [2]. Para su extracción se ha empleado la microextracción dispersiva por sorción sobre barra agitadora miniaturizada (*Miniaturized Stir Bar Sorptive Dispersive Microextraction*, mSBSDME) [3] utilizando como sorbente un material magnético que combina sinérgicamente las propiedades químicas de la polidopamina (PDA) y los puntos cuánticos de grafeno (*Graphene Quantum Dots*, GQDs) (CoFe₂O₄@PDA/GQDs). Los parámetros analíticos obtenidos para ambos analitos, en términos de factor de preconcentración (3.8 y 3.2), límites de detección (0.10 y 0.18 ng mL⁻¹) y precisión (RSD <15 %) resultan muy adecuados para la determinación de estos biomarcadores a nivel de trazas en saliva. Respecto a los coeficientes de recuperación relativa, se han obtenido valores entre 83 y 119 %, demostrando que el efecto matriz es despreciable y, por tanto, se puede hacer uso de la calibración externa, empleando bisfenol S como patrón surrogado. Para demostrar la utilidad del método desarrollado, se han analizado muestras de saliva de cinco voluntarios sanos y tres con diabetes tipo II. Los resultados muestran que los niveles en saliva de estos biomarcadores son más elevados en las personas con diabetes tipo II respecto a los voluntarios sanos. Además, este trabajo mejora algunos de los inconvenientes relacionados con la sostenibilidad de trabajos previos dedicados al mismo propósito.

Agradecimientos

Esta comunicación es parte del proyecto de I+D+i PID2020-118924RB-I00 financiado por MCIN/AEI/10.13039/501100011033, por lo que agradecen al Ministerio de Ciencia e Innovación (MICIN). G.P-P. agradece a la Generalitat Valenciana por la beca predoctoral (CIACIF/2021/027). N.C. agradece a la Prince of Songkla University por el contrato OTR 2567-001.

Referencias

1. López-Juan et al. (2025) *J. Pharm. Biomed. Anal.*, 255, 116644.
2. Peris-Pastor et al. (2025) *Talanta*, 295, 128351.
3. Azorín et al. (2023). *Anal Chim. Acta*, 1238, 340627.

A Computational Workflow for Oxylipin Annotation Confidence in LC-MS/MS Using Diagnostic Fragment Patterns

Pablo Canadas-Miguel^{a,b}, Hana Cermakova^b, Ana Gradillas^b, Constantino A. García^{ab}, Coral Barbas^b, Abraham Otero^{ab}, Alberto Gil-de-la-Fuente^{ab}

^aDepartamento de Tecnologías de la Información, Escuela Politécnica Superior, Universidad San Pablo-CEU, CEU Universities, Urbanización Montepríncipe, Boadilla del Monte, Spain

^bCentre of Metabolomics and Bioanalysis (CEMBIO), School of Pharmacy, Universidad San Pablo-CEU, CEU Universities, Urbanización Montepríncipe, Boadilla del Monte, Spain

The annotation of oxylipins, a family of bioactive lipid mediators, in biological samples using untargeted LC-MS/MS datasets is still a major challenge [1,2]. The isomeric complexity causes a high similarity of fragmentation patterns, which complicates their identification by MS/MS comparison metrics [2,3]. As a result, standard spectral-library matching can rank incorrect chromatographic peaks highly, especially when similar candidate spectra are present for the same precursor.

We developed a reproducible workflow to support oxylipin candidate prioritization in LC-MS/MS data. From DDA LC-MS/MS mzML files, the workflow extracts MS1 precursors and fragment-ion chromatograms, detects candidate chromatographic peaks, links MS/MS spectra to each peak, and compares candidates against an in-house oxylipin compound library containing 67 commercial standards designed to cover a broad range of oxylipin subclasses. In addition to conventional modified cosine similarity, the workflow describes whether a candidate reproduces the expected relative intensity relationship between two diagnostic fragment-ions by comparing the observed fragment-ion ratio with the reference ratio in a symmetric, log-scaled manner and converting their discrepancy into a similarity score that decreases as the deviation increases. Diagnostic fragment pairs can be manually curated or automatically selected from reference spectra.

The workflow was benchmarked using an in-house mixed-standard dataset containing retention-time-labelled oxylipins. Among 24 evaluated compounds, modified cosine similarity ranked the correct peak first for 19 compounds and within the top three for all compounds. Our method ranked the correct peak first for all 24 compounds. With a score threshold of 0.60, cosine-only scoring accepted 23 compound assignments, including 4 false positives, whereas our score accepted 20 assignments, all true positives, while retaining 24/24 rank-1 accuracy.

These preliminary results suggest that diagnostic fragment-ratio evidence can complement spectral similarity scoring and help reduce false-positive oxylipin annotations especially among very similar compounds. Overall, this work provides a transparent and reusable framework for assessing oxylipin annotation confidence rather than a black-box identification model.

Acknowledgements: Proyecto de la Agencia Estatal de Investigación, Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades (FEDER/MICIU), Ref: PID2024-162248NB-I00.

References

1. Criscuolo et al. (2022). *Nat Commun*, 13, 6547.
2. Schebb et al. (2025). *Sci Signal*, 18, eadw1245.
3. Ni et al. (2019). *Free Radic Biol Med*, 144, 110–123.

P1-098

Cryotransfer-Enhanced HS-SPME-GC-MS for Ultra-Trace Breathomics: A Robust Workflow for VOC Signature Discovery

Laura Amorós-Hernández^a, Natàlia Cordón^a, M^a Fernanda Rey-Stolle^a, Antonia García^a

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

Breathomics is the systematic profiling of volatile organic compounds (VOCs) in exhaled breath as a non-invasive readout of metabolic status. Robust identification of VOC fingerprints is critical to define clinically meaningful metabolotypes for precision medicine and to link breath signals to their biochemical origins in health and disease (1). However, translation is still limited by major analytical and methodological barriers: (i) the extreme chemical diversity of the breath volatilome at ultra-trace concentrations (typically ppb–ppt), and (ii) the absence of standardized, broadly accepted procedures for offline breath sampling and storage, which drives high inter method variability.

Gas chromatography–mass spectrometry (GC–MS) remains the reference platform because it combines high chromatographic resolution with structural information in complex matrices (2). Thermal desorption (TD) tubes are widely used for gas phase collection and preconcentration, yet they require specialized and costly instrumentation. Solid phase microextraction (SPME) offers a robust, cost effective, automatable alternative—particularly when coupled to strategies that enhance analyte focusing (1).

Here we report a comprehensive optimization of a cryotransfer assisted HS-SPME-GC–MS workflow designed to maximize sensitivity for breath VOCs. Human breath was collected in Nalophan bags, then VOCs were cryogenically concentrated and vacuum transferred into a headspace vial prior to extraction. Key parameters were systematically evaluated, with emphasis on sorbent selection and packing mass: ten sorbents were screened both individually and as tailored mixtures to balance adsorption capacity with efficient thermal desorption. Breath bag volume was optimized to push detection limits into the ultra-trace domain. To further enrich headspace VOCs and mitigate humidity driven suppression, salting out was explored using hygroscopic compounds. Operational variables (incubation/extraction time and temperature) and sample stability were optimized to expand volatilome coverage and ensure robustness under clinically realistic constraints.

Finally, because the alveolar fraction is enriched in endogenous VOCs, a controlled breathing protocol was implemented to maximize biological representativeness. Overall, this optimized cryotransfer HS-SPME-GC–MS framework enables high throughput, highly sensitive discovery of disease associated VOC signatures across diverse pathological states.

Acknowledgments: Ministry of Science, Innovation and Universities of Spain PID2024-162248NB-I00 MICIU/AEI /10.13039/501100011033/ and by ERDF `A way of making Europe`. CEU-Santander Predoctoral Fellowship

References

1. Bajo-Fernández, et al. (2024). *Front Mol Biosci.* 10, 1295955.
2. Rey-Stolle, Fernanda et al. (2022). *Anal Chim Acta*, 1210, 339043.

P1-099

PFAS determination in water by SPE-UPLC-MS/MS: A ten-year study in the Duero river (Spain)

Juan Carlos García-Mesa^a, Pere Colomer-Vidal, Juan Muñoz-Arnanz^a and Begoña Jiménez^a

^aInstitute of Organic Chemistry (IQOG-CSIC), Madrid

Per- and polyfluoroalkyl substances (PFAS) are synthetic chemicals widely used due to their thermal and chemical stability, and resistance to degradation. Known as “forever chemicals”, their environmental persistence and global distribution have led to regulatory actions under the Stockholm Convention (SC), including PFOS (2009), PFOA (2019), and PFHxS (2022). This study assesses the presence of PFAS in the Duero river (Spain) between 2013 – 2024 to investigate spatial-temporal trends, sources of pollution, and the effectiveness of the SC regulations implementation.

Samples were filtered with pre-combusted glass fiber filters (0.7 µm) and spiked with ¹³C standards. The extraction and preconcentration of the sample by solid phase extraction (SPE) were performed using Strata X cartridges. The elution was carried out with 0.1 % ammonia in MeOH, and extracts evaporated and reconstituted to a final volume of 200 µL. A UPLC-MS/MS system using a Xevo TQS (Waters, Milford, USA) was used for instrumental determination. For chromatographic separation, an Acquity UPLC BEH C18 column was used. The UPLC system was also equipped with a VanGuard™ BEH C18 pre-column, as well as an isolator column. Ionization in the triple-quadrupole mass spectrometer was performed in negative mode (ESI-) and acquisition in multiple-reaction-monitoring (MRM) mode. Analytical performance showed good linearity ($R^2 > 0.99$), recoveries of 70 – 130 %, and LOQs in the low ng/L range. The proposed method can potentially analyze up to 27 linear and 3 branched PFAS.

Median concentrations of PFOS, PFOA, and PFHxS were 0.50, 0.30 and 0.16 ng/L, respectively, with PFOS predominating (PFOS > PFOA > PFHxS). Although PFOS levels remained below the maximum allowable concentration (MAC = 36 µg/L), several sites approached up to 50 % of the annual Environmental Quality Standard (AA-EQS) set (0.65 ng/L). PFAS concentrations showed spatial variability, with lower levels at headwaters and higher values near urban areas. These results highlight the global occurrence of PFAS in river water and support the need for further monitoring and regulatory actions.

Acknowledgments

This research has been funded by the Ministry for Ecological Transition and Demographic Challenge (MITECO) of the Spanish Government (Ref. 20218TE003.).

Determinación simultánea de compuestos perfluoroalquilados de diverso tamaño de cadena alifática (C1-C18) en muestras de orina mediante cromatografía líquida-espectrometría de masas en tándem

Rosa Montes, Sandra Méndez, Isabel Tonda, José Benito Quintana, Rosario Rodil.

^a Instituto de Investigación del Medio Acuático para Una Salud Global (iARCUS), Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología, Universidade de Santiago de Compostela (España)

En los últimos años, la preocupación por los efectos adversos de las sustancias per- y poli-fluoroalquiladas (PFAS) sobre la salud humana ha aumentado de forma notable [1]. Estos compuestos, caracterizados por su alta persistencia han sido objeto de creciente atención regulatoria, lo que ha llevado a la Comisión Europea a reforzar su control incluyendo nuevas Directivas que regulan su presencia en agua de bebida y también en ciertos alimentos (Directiva (UE) 2020/2184 y Reglamento (UE) 2023/915). Por ello, el desarrollo de métodos analíticos sensibles y robustos para su determinación en matrices biológicas humanas resulta esencial para la monitorización de la exposición.

El objetivo de esta investigación fue desarrollar una metodología analítica basada en cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas en tándem (LC/MSMS) para la determinación de 25 PFAS en orina humana. Se evaluaron diferentes fases estacionarias para la separación de los compuestos ya que los congéneres que presentan un menor número de átomos de carbono (C1-C4) suponen un desafío analítico adicional debido a su elevada polaridad, lo que dificulta su determinación mediante cromatografía líquida cuando se utilizan fases estacionarias convencionales, como las basadas en cadenas octadecilsilano. [2] Las muestras se prepararon mediante dilución de la orina tras precipitación con disolvente orgánico y filtración.

El método se validó en términos de linealidad, repetibilidad, exactitud y límites de cuantificación instrumentales y se aplicó de manera preliminar a 40 muestras reales de voluntarios estratificadas por sexo y entorno de residencia (rural y urbano).

Se identificaron un total de 10 congéneres en las muestras analizadas, siendo los compuestos determinados en mayor concentración en los cuatro grupos de muestras PFAS de cadena ultra-corta (C1- y C3-sulfonatos) y corta (C4-carboxilato). Los resultados obtenidos ponen de manifiesto un elevado nivel de exposición a estas sustancias y evidencian la necesidad de ampliar la biomonitorización a otras matrices biológicas con el fin de evaluar la posible bioacumulación y diferentes niveles de excreción de los distintos congéneres.

Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado por la Agencia Estatal de Investigación MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y por FEDER/UE (CNS2024-154426 y PID2024-156804OB-C32) y la Xunta de Galicia (ED481B-2025/042).

Referencias

1. Schrenk D. et al. (2020). *EFSA Journal* 2020;18(9):6223, 391.
2. Björnsdotter, M.K. et al. (2020). *Anal Bioanal Chem* 412, 4785–4796.

Hacia un bioanálisis no invasivo y rápido: determinación de biomarcadores en saliva mediante microextracción dispersiva

Andreu L. López-Juan, Luis Miguel Moreno-Calleja, Juan L. Benedé, Alberto Chisvert
GICAPC, Departamento de Química Analítica, Universitat de València (España)

El bioanálisis es de gran importancia para la sociedad y constituye una disciplina científica muy activa en la actualidad. La búsqueda de metodologías diagnósticas oportunas, precisas, viables y no invasivas es una tarea urgente tanto para médicos como para científicos. En este contexto la saliva ha emergido como una matriz altamente prometedora en bioanálisis debido a que su recogida es sencilla y no invasiva, así como a la correlación existente entre las concentraciones de determinados analitos en saliva y sangre. Sin embargo, su naturaleza como fluido biológico presenta una elevada complejidad, sumada a que los compuestos de interés se encuentran a muy bajas concentraciones, lo que convierte la etapa de preparación de muestra en un paso crítico del proceso analítico. Además, los métodos de alta productividad son muy necesarios en bioanálisis, ya que en este campo se procesan un gran número de muestras que requieren resultados rápidos. En este contexto, las técnicas de microextracción han adquirido un papel destacado al proporcionar estrategias rápidas, eficientes y sostenibles, y en especial las basadas en la dispersión de la fase aceptora en el seno de la muestra, ya que presentan cinéticas de extracción más rápidas que las no dispersivas. En esta comunicación se resumen las tendencias observadas hasta el momento en el uso de técnicas de microextracción dispersivas como estrategias eficientes en el análisis de saliva, y se presentan diferentes metodologías analíticas desarrolladas recientemente por nuestro grupo de investigación basadas en el uso de la microextracción dispersiva por sorción sobre barra agitadora miniaturizada (mSBSDME) [1] y la microextracción dispersiva en punta de pipeta (PT-DSPE) [2], ambas aplicadas a la determinación de diversos compuestos como biomarcadores de estrés oxidativo, hormonas y estupefacientes en saliva [3].

Agradecimientos

Esta comunicación es parte del proyecto de I+D+i PID2024-162539NB-I00 financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033/ y por FEDER/UE, por lo que agradecen al Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades (MICIU). A.L.L.-J. y L.M.M.-C. agradecen a la Generalitat Valenciana la financiación para su contrato predoctoral con referencia CIACIF/2024/388 y CIACIF/2023/395.

Referencias

1. Azorín et al. (2023). *Anal. Chim. Acta*, 1238, 340627.
2. Grau et al. (2022). *Anal. Chim. Acta*, 1221, 340117.
3. López-Juan et al. (2025). *J. Pharm. Biomed. Anal.*, 255, 11664.

Investigación del potencial uso ilícito de la ketamina a través de su dispensación hospitalaria y la integración del análisis de aguas residuales con fines epidemiológicos

Carlos Pernas-Fraguela^a, Unax Lertxundi^{b,c}, Gorka Orive^c, Ailette Prieto^d, Iñaki Aritzi^e, Rosario Rodil^a, Rosa Montes^a, José Benito Quintana^a, Andrea Estévez-Danta^{a,f}

^a Instituto de Investigación del Medio Acuático para Una Salud Global (iARCUS), Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología, Universidade de Santiago de Compostela (España). ^b Instituto de Investigación Sanitaria Bioaraba, Red de Salud Mental Araba, Osakidetza, Hospital Psiquiátrico Araba, Vitoria-Gasteiz (España). ^c Basque Sustainable Pharmacy & Biotherapy Group, Laboratorio de Farmacia, Facultad de Farmacia, Universidad del País Vasco/ Euskal Herriko Unibertsitatea (España). ^d Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencia y Tecnología, Universidad del País Vasco/ Euskal Herriko Unibertsitatea (España). ^e *AiLaket!* (España). ^f Centre of Excellence in Water-based Early Warning Systems for Health Protection, University of Bath (United Kingdom)

En la actualidad, existen en España dos fármacos que contienen ketamina como principio activo: anéstesico, racémico (ej. *Ketalar*[®]); y antidepresivo, solo enantiómero S (*Spravato*[®]) [1]. Por otro lado, está aumentando el uso ilícito de la ketamina, principalmente en su forma racémica. Por ello, en este trabajo se combina el análisis enantiomérico de aguas residuales con fines epidemiológicos (WBE) y se cruzan estos resultados con los datos obtenidos de dispensación hospitalaria para conocer si existe un uso ilícito de esta sustancia y, en caso de haberlo, cuál es su alcance [2]. Para realizar estos análisis se desarrolló una metodología analítica que permite detectar y cuantificar los enantiómeros de la ketamina y su principal metabolito de excreción, la norketamina, mediante inyección directa en cromatografía de líquidos con una columna quiral acoplada a espectrometría de masas en tándem. En paralelo, se analizaron muestras de ketamina suministradas por consumidores. El método fue validado de forma integral mostrando valores de LOQs de 0.9-10 ng/L, recuperaciones de 78-114% y RSD<16% y aplicado a localidades de Galicia y el País Vasco. En cuanto a los resultados, por un lado, se observa que las muestras proporcionadas por los consumidores contienen una mezcla racémica de ketamina, algo que encaja con los datos presentes en la bibliografía. Por su parte, el análisis de agua residual demostró que existen diferencias claras de consumo entre Galicia y el País Vasco, con valores de masas normalizadas por población diez veces superiores en esta última región. Observando el análisis enantiomérico, se puede ver que hay un pequeño enriquecimiento del enantiómero R tanto para ketamina como para norketamina. Por último, se comparó la ketamina encontrada en el agua residual con la esperada proveniente de la dispensación hospitalaria, observando diferencias importantes siendo siempre mayor la encontrada en el agua residual. Esto implica la existencia de un consumo ilícito de ketamina en las localidades estudiadas.

Agradecimientos: Este trabajo ha sido financiado por el Departamento de Salud Gobierno Vasco (2023111054), la Red de Salud Mental de Araba (Resolución nº 39/2025), Instituto de Salud Carlos III y fondos FEDER (RD24/0003/0020, red RIAPAd), la Agencia Estatal de Investigación MCIN/AEI/10.13039/501100011033 (RED2022-134363-T, PID2024-156804OB-C31 y PID2024-156804OB-C32, cofinanciados con fondos FEDER/UE), el Ministerio de Educación, Formación Profesional y Deportes (FPU23/01870) y la Xunta de Galicia (ED481B-2025/042).

Referencias: [1] Alberich et al. (2017). *Rev Psiquiatr Salud Ment*, 10(2), 104. [2] Pocurull et al. (2020). *Rev. Esp. Drogodependencias*, 45(2), 91.

P1-103

Detección de miARN intracelular en diferentes modelos tumorales mediante nanosondas de oro y el uso combinado de citometría de masas e ICP-MS de partícula única

Sara Gonzalez-Morales,^{a,b} Lena Schlautmann,^c Paula Diez,^{a,b} Jorg Bettmer,^{a,b} Mario Corte-Rodriguez,^{a,b} y Maria Montes-Bayon.^{a,b}

^aDepartamento de Química Física y Analítica, Facultad de Química, Universidad de Oviedo. C/ Julián Clavería 8, 33006, Oviedo, España.

^bInstituto de Investigación Sanitaria Del Principado de Asturias (ISPA), Av. Hospital Universitario s/n, 33011, Oviedo, España.

^cDepartamento de Química y Farmacia, Universidad de Münster, Schlossplatz 2, 48149, Munster, Alemania.

Los microARNs son pequeñas moléculas de ARN no codificante que regulan la expresión génica y desempeñan un papel clave en procesos patológicos como el cáncer, lo que los convierte en dianas terapéuticas prometedoras.¹ Sin embargo, su aplicación clínica se ve limitada debido a su baja estabilidad y concentración. En este contexto, las nanopartículas metálicas funcionalizadas con ADN han emergido como posibles vectores para el reconocimiento específico de miRNAs, aunque su evaluación requiere metodologías analíticas avanzadas capaces de estudiar estos procesos a nivel celular.

El objetivo de este trabajo es desarrollar una plataforma bioanalítica para detectar y cuantificar el miRNA intracelular miR-16-5p en diferentes modelos de cáncer. Para ello, AuNPs conjugadas con secuencias de ADN parcialmente complementarias al miRNA diana se incubaron con diferentes líneas celulares tumorales (A549, A375, HepG2 y A2780). El grado de internalización de la sonda se evaluó mediante citometría de masas (CyTOF), permitiendo diferenciar entre AuNPs libres y asociadas a células intactas. Tras la lisis celular, se aplicó una estrategia de captura con sondas magnéticas y se cuantificaron los niveles del miRNA mediante Single Particle ICP-MS.²

Se observaron diferencias en la captación de la sonda entre líneas celulares, así como su capacidad para reconocer específicamente el miR-16-5p y permitir su cuantificación sin necesidad de amplificación. En conjunto, la combinación de citometría de masas y SP-ICP-MS constituye una herramienta robusta para el estudio de la interacción célula-nanopartícula y el análisis cuantitativo de miRNAs intracelulares, con potencial aplicación en la evaluación de nanotransportadores para terapias basadas en miRNA.

Referencias

1. Loganathan et al. (2023). *Funct. Integr. Genomics*, 23, 33.
2. González-Morales et al. (2025). *Nano Lett.*, 25, 11492.

Determinación de nanopartículas metálicas de Cu, Sn y Sb en material particulado atmosférico mediante spICP-MS

Sheila González-Barcia, María Carmen Barciela-Alonso, Antonio Moreda-Piñeiro, Elena Peña-Vázquez

Grupo de Elementos Traza, Espectroscopía y Especiación (GETEE), Instituto de Materiales (iMATUS), Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología, Facultad de Química, Avenida de las Ciencias, s/n, Universidade de Santiago de Compostela, 15782, Santiago de Compostela, España.

La contaminación atmosférica constituye uno de los principales problemas ambientales y de salud pública a escala global, siendo el material particulado (PM) uno de sus componentes más perjudiciales. Estas partículas proceden tanto de fuentes naturales como antropogénicas y están asociadas a efectos adversos sobre la salud, especialmente a nivel respiratorio y cardiovascular. Las partículas finas ($PM_{2,5}$), presentan mayor riesgo debido a su capacidad de penetrar en el sistema respiratorio y alcanzar el torrente sanguíneo. En áreas urbanas, el tráfico rodado representa una de las principales fuentes de $PM_{2,5}$. Además de las emisiones de escape de los vehículos, el PM es generado como resultado del desgaste de los frenos, neumáticos y pavimento. Estas emisiones son una fuente relevante de nanopartículas metálicas, actuando el PM como una matriz que los transporta y acumula, pudiendo aumentar su reactividad e impacto sobre la salud.

Por todo ello, el objetivo de este trabajo fue el desarrollo de un método analítico para la determinación de nanopartículas metálicas de Cu, Sn y Sb en muestras de $PM_{2,5}$ recogidas en filtros de aire atmosférico. En primer lugar, se determinó la concentración total de Cu, Sn y Sb mediante espectrometría de masas con plasma de acoplamiento inductivo (ICP-MS) tras realizar una digestión ácida asistida por microondas (HNO_3/H_2O_2). Las medidas se realizaron en modo KED utilizando He como gas de colisión y la calibración se llevó a cabo mediante el método de adición estándar ($5-150 \mu g L^{-1}$), empleando Rh como patrón interno.

Posteriormente, se llevó a cabo la extracción de nanopartículas de Cu, Sn y Sb mediante sonicación en presencia de hidróxido de tetrametilamonio (TMAH) como agente extractante. Se optimizaron parámetros como la concentración y volumen de TMAH, así como el tiempo de sonicación, con la finalidad de maximizar la recuperación de NPs. La determinación de las nanopartículas se realizó mediante espectrometría de masas con plasma de acoplamiento inductivo en modo de partículas individuales (spICP-MS), tras la filtración de los extractos con filtros de celulosa de $5,0 \mu m$. Los resultados mostraron que las condiciones de extracción influyen en el número de NPs metálicas detectadas, observándose un incremento a concentraciones de TMAH y tiempo de ultrasonidos más bajos, lo que sugiere una mayor eficiencia de extracción en condiciones alcalinas más suaves.

Agradecimientos

Los autores desean agradecer la financiación de la Xunta de Galicia (Grupo de Referencia Competitiva, ED431C_2022/29)

Enhancing the integration of metal-organic frameworks onto metallic supports for on fiber solid-phase microextraction

Adrián Illada-Acosta^a, Isaac Negrín-Santamaría^a, Jorge Pasán^a, Verónica Pino,^{a, b}

^aLaboratorio de Materiales para Análisis Químico (MAT4LL), Departamento de Química, Facultad de Ciencias, Universidad de La Laguna (ULL) (Spain)

^bUnidad de Investigación de Bioanalítica y Medio Ambiente, Instituto Universitario de Enfermedades Tropicales y Salud Pública de Canarias (IUETSPC), ULL (Spain)

Despite the success of solid-phase microextraction (SPME) in the field of sample preparation, the use of traditional commercial polymer-based coatings presents notable drawbacks, particularly regarding chemical degradation, thermal instability, and low selectivity. Thus, research has shifted toward integrating novel materials as sorbent phases. In this sense, metal-organic frameworks (MOFs) are excellent candidates due to their inherent porosity, impressive surface areas, and customizable chemical functionalities. However, the integration of MOFs into SPME fibers is complex. Standard methods often rely on polymeric binders or adhesives, which can introduce unwanted background noise. This study moves away from traditional binder-based composites by exploring advanced surface strategies designed to create a direct, robust anchoring of the MOF to the fiber support (1). This approach ensures highly uniform and robust coatings. To validate the performance of these MOF fibers, they were applied for the extraction of a diverse set of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) as a proof-of-concept performance, utilizing gas GC-MS for their determination. The results demonstrate that this direct-growth approach provides superior performance when compared to standard methods.

Acknowledgments

This work was developed within the scope of the project ref. PID2023-147246OB-I00 funded by the Spanish Ministry of Science, Innovation, and Universities (MICIU/AEI/10.13039/501100011033) and the European Regional Development Fund (ERDF, EU). I.N.-S. thanks his FPI predoctoral contract, co-financed by the ACIISI, Ministry of Universities, Science, Innovation, and Culture of the Government of the Canary Islands and the ESF+, integrated operation program Canary Islands 2021-2027, Axis 3 topic priority 74 (85%). The authors would like to acknowledge the use of the Research Support General Service (SEGAI) of the ULL.

References

1. Negrín-Santamaría et al. (2026). *Microchem J.*, 222, 117207.

P1-106

Dispersive Pipette Extraction Cleanup for the Analysis of Emerging Contaminants in European Eel Brain Tissue

Abril Lan Frias^a, Marc Roca Aracil^a, Marc Ordeix Rigo^b, Sandra Perez^a, Nicola Montemurro^a

Name Surname^a, Name Surname^b

^a IDAEA-CSIC, c/Jordi Girona 18-26, 08034 Barcelona, Catalonia, Spain

^b Centre d'Estudis dels Rius Mediterranis, Universitat de Vic – Universitat Central de Catalunya, Plaça de les dones, 1, 08560 Manlleu, Spain

Since the mid-20th century, European eel populations have declined dramatically, with recruitment decreasing by more than 95% over the last five decades. This critically endangered species is affected by multiple stressors, including overfishing, habitat fragmentation, loss of ecological connectivity, and infections by bacteria, viruses, and macroparasites. Climate-related changes linked to industrialization and globalization have further contributed to the decline of Mediterranean eel populations.

Chemical contamination of aquatic environments, including heavy metals, pharmaceuticals, drugs of abuse, and pesticides, has also been implicated in the decline of European eel stocks. Many of these contaminants may interfere with nervous system function, induce tissue lesions, and cause behavioural alterations that impair migration and reproduction. However, data on potentially neurotoxic pollutants in eel brain tissue remain scarce.

This study investigated the bioaccumulation of neurotoxic contaminants, including pharmaceuticals, pesticides, and drugs of abuse, in European eel brain samples from the Pyrénées-Orientales and selected sites in Catalonia. Brain tissue samples (20–200 mg) were homogenized by bead beating with 0.5 mL of cold acidified acetonitrile/methanol, followed by 15 min of ultrasonic extraction and centrifugation. Extract purification was performed using dispersive pipette extraction cleanup with HybridSPE DPX tips. The procedure was automated on a Hamilton Robotics platform to increase throughput, reduce manual handling and errors, and minimize sample and solvent consumption.

The method was applied to eel samples from the lower Têt, Tech, Verdoube, Llança, Tordera, Besòs, and Llobregat Delta river ponds, as well as the Canet-Saint-Nazaire, Salses-Leucate, Els Aiguamolls de l'Alt Empordà, and Aiguamolls del Baix Ter lagoons/wetlands.

Compound identification and quantification were carried out by liquid chromatography coupled to a Thermo Orbitrap Eclipse Tribrid high-resolution mass spectrometry system, using wide-scope target screening workflows. The automated DPX-tip cleanup was rapid, enabling simultaneous preparation of multiple samples within minutes. Preliminary results revealed several emerging contaminants in eel brain tissue, with pesticides among the most frequently detected compounds.

Acknowledgments

The study was supported by the AnguillaMed (EFA78/1) project funded by FEDER – Programme Interreg POCTEFA V-A Espagne-France-Andorre

Study of the behaviour and environmental fate of post-emergent herbicides and its transformation products in soils of maize crops

Thierry Dagnac^a, Sergio Sónora^{a,b}, Juan Valladares^a, Maria Llompart^b

^a Agronomic and Agrarian Research Centre (AGACAL-CIAM), Unit of Organic Contaminants, Apartado 10, A Coruña, E-15080, Spain.

^b CRETUS, Department of Analytical Chemistry, Nutrition and Food Science, Universidade de Santiago de Compostela, Santiago de Compostela, E-15782, Spain.

The increasing global population makes pesticides often necessary to control pests, improve crop yields, and achieve greater quantities of food to sustain the population, while ensuring environmental sustainability and low risks for human health. The present study is included in a coordinated project that aims at evaluating the behaviour and environmental fate of pesticides in soils dedicated to maize crops, with and without amendment with biochar as mitigation agent. As a final goal, all this knowledge should allow national and regional authorities to use the risk assessment based on realistic conditions as a decision scheme tool for the recommendation of those pesticides with lower environmental impact in the specific maize crops scenarios. The study of the effect that biochar exerts on the degradation and the metabolites generated is a topic very little studied. Once applied to soils, pesticides can undergo biotic, abiotic, or physicochemical transformation processes (photolysis, (bio)degradation, leaching, adsorption-desorption). Therefore, it is essential to study all these processes and to identify and quantify the parent pesticides and their potential transformation products that can be transferred to food and environmental matrices. Four compound families are covered: two sulfonylureas (nicosulfuron/rimsulfuron), a biopesticide (spinosad), a triketone (mesotrione) and a pyridine (florpyrauxifen-benzyl). A field study was conducted over maize plots (300 m²), with and without biochar, to evaluate the fate and degradation of the post-emergent pesticides applied. Five sampling campaigns were scheduled, between 2 days and 30 days after the herbicide application, collecting two soils cores for each subplot (3x5 m), corresponding to two different soil profiles, 0-10 cm and 10-30 cm. The soil samples were extracted using an optimized QuEChERS method and the analyses were performed by ultra-high performance liquid chromatography coupled to high resolution mass spectrometry (UHPLC-QTOF-HRMS). The first results show that nicosulfuron/rimsulfuron were quickly degraded, with DT₅₀ lower than 10-15 days for many of them. On the other hand, mesotrione was more stable than the two sulfonylureas while florpyrauxifen-benzyl was still quantified at quite high levels even after 30 days. Transformation products of rimsulfuron were detected from the first week after application until fourth week, but at low concentrations. The assessment of the biochar effect on the pesticide behaviour and fate is in progress.

Acknowledgements

This research is part of the project PID2022-139874OR-C22, funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and FEDER-EU. S.S. would like to acknowledge the Ministry of Science, Innovation and Universities (Spain) for his predoctoral contract (PREP2022-000520).

Caracterización del contenido elemental en aguas de turberas calcáreas gallegas

Elena Peña-Vázquez^a, Rocío Valenciano-Sanesteban^a, María del Carmen Barciela-Alonso^a, Xabier Pontevedra-Pombal^b, Eduardo García-Rodeja^b

^aGrupo de Elementos Traza, Espectroscopía y Especiación (GETEE)-Instituto de Materiais (iMATUS), Facultad de Químicas, Universidade de Santiago de Compostela.

^bGEMAP-CISPAC research group, Departamento de Edafología y Química Agrícola, Facultad de Biología, Universidade de Santiago de Compostela.

Las turberas son ecosistemas de gran valor para la conservación de la biodiversidad y esenciales en la lucha contra el cambio climático. Esto ha llevado a su inclusión en la Directiva Europea Hábitats para la conservación de hábitats naturales y fauna y flora silvestre.

En Galicia se desarrolla la mayor diversidad tipológica de todo el sur europeo, sin embargo, la caracterización de aquellas incluidas en el subtipo de turberas calcáreas ha sido prácticamente nula. Ya que la caracterización de estos ecosistemas es fundamental, el objetivo de esta investigación ha sido estudiar el contenido elemental en las aguas de tres turberas calcáreas de Galicia, una de ellas con influencia marítima.

Para ello se realizó la determinación de metales (Al, As, Ba, Ca, Cd, Cr, Cs, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, Rb, S, Sc, Se, Sr, Th, Ti, U, V, W, Zn y Zr) mediante plasma de acoplamiento inductivo-espectrometría de masas (ICP-MS) y plasma de acoplamiento inductivo con espectrometría de emisión óptica (ICP-OES). Se estudiaron las características analíticas de los métodos desarrollados, los cuales mostraron una buena repetibilidad, límites de detección adecuados, y buenas recuperaciones y exactitud (material de referencia certificado T-23.3 de agua de lago, National Water Research Institute, Canada).

Los resultados obtenidos revelaron que las concentraciones de Ca, K, Mg y Na eran mayores para aquellas zonas con un mayor pH. El Zr no fue detectado en ninguna de las muestras; mientras que Al, Sc, Se, Th, Ti y W no se detectaron en función de la zona de muestreo. La comparación realizada de las concentraciones en las distintas áreas reveló diferencias significativas en los elementos propios de las turberas calcáreas, lo que puede relacionarse con una diferencia entre hábitats.

Agradecimientos

Los autores desean agradecer la financiación de la Xunta de Galicia (Grupo de Referencia Competitiva, ED431C_2022/29)

P1-109

Espectrometría de masas con ionización por electrospray secundario (SESI-MS) para el análisis de compuestos volátiles: desafíos y soluciones emergentes

Diego García-Gómez^a, Ana Ballester-Caudet^a, **María Esther Fernández Laespada^a**

^aDepartamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad de Salamanca (España)

La espectrometría de masas con ionización por electrospray secundario (SESI-MS) se ha revelado desde sus inicios en 1999 como una técnica potente para el análisis en tiempo real y no invasivo de compuestos orgánicos volátiles (VOCs) en matrices complejas, como el aliento exhalado o el espacio de cabeza de muestras de microorganismos, alimentos o explosivos. No obstante, a pesar de su elevada sensibilidad y de requerir una preparación mínima de muestra, su aplicación rutinaria se ve aún limitada por importantes desafíos metodológicos.

El objetivo de esta comunicación es evaluar críticamente las principales limitaciones de la técnica SESI-MS y discutir las estrategias recientemente propuestas para superarlas, centrándose en la cuantificación, la identificación de compuestos y la estandarización.

La cuantificación sigue siendo compleja debido a efectos de matriz, incluyendo la supresión iónica y la competencia entre iones, que afectan significativamente a la estabilidad de la señal y a la reproducibilidad. Estrategias como el *spectral stitching*, la adición estándar y los sistemas avanzados de generación de patrones en fase gas han demostrado ser prometedoras para mejorar la robustez analítica.

La identificación de compuestos se ve dificultada por la ausencia de separación cromatográfica, lo que da lugar a espectros complejos con señales solapadas e interferencias isobáricas. Entre las soluciones emergentes destacan técnicas avanzadas de fragmentación, como IQAROS (incremental quadrupole acquisition to resolve overlapping spectra), el uso de bases de datos espectrales específicas y la validación complementaria mediante GC-MS o LC-MS. Además, la falta de protocolos armonizados contribuye a una elevada variabilidad entre estudios. En este sentido, recientes avances subrayan la importancia de establecer procedimientos estandarizados, sistemas de control de calidad y estrategias de validación multicéntrica que garanticen la reproducibilidad.

En conjunto, la resolución de estas limitaciones analíticas y metodológicas resulta esencial para la implementación fiable de la técnica SESI-MS en aplicaciones clínicas, ambientales e industriales.

Referencias

1. Wu et al. (1999). *Anal. Chem.*, 72, 396.
2. García-Gómez et al. (2026). *Analytica*, 7, 27

La citometría de masas cuantitativa en el estudio de la tipología del cáncer de mama empleando tejidos disgregados: medida multiparamétrica en células individuales.

Ángela de la Rosa-Díaz^{a,b}, Mario Corte-Rodríguez^{a,b}, María Montes Bayón^{a,b}

^aUniversidad de Oviedo, Departamento de Química Física y Analítica, Oviedo (España)

^bInstituto de Investigación Sanitaria del Principado de Asturias (ISPA), Oviedo (España)

La determinación simultánea de biomarcadores a nivel celular constituye un reto analítico relevante en el estudio del cáncer de mama, especialmente en el contexto de la heterogeneidad tumoral. Los principales marcadores de cáncer de mama en tejido se analizan mediante inmunohistoquímica (IHC) en biopsias para determinar el subtipo, pronóstico y tratamiento. Los fundamentales son los receptores de estrógeno (RE), progesterona (RP), HER2 y Ki-67.

En este trabajo se presenta una estrategia multiparamétrica basada en CyTOF (citometría de masas) para la cuantificación simultánea en células individuales de la expresión de biomarcadores clave en cáncer de mama [1]. Se diseñó un panel de anticuerpos dirigidos frente a los receptores de estrógeno (ER), progesterona (PR) y el receptor 2 del factor de crecimiento epidérmico humano (HER2), conjugados con diferentes metales, lo que permite su detección simultánea sin solapamiento espectral. Además, se añadió un marcador del receptor de transferrina (TfR1) como posible estrategia de seguimiento adicional de tipo celular, un intercalador de iridio y un medidor de viabilidad celular de rodio. Mediante la aplicación de una estrategia de cuantificación novedosa, se establecieron los niveles cuantitativos de expresión de cada uno de los marcadores. El método se aplicó a distintas líneas celulares representativas de subtipos de cáncer de mama.

La metodología desarrollada permitió obtener perfiles diferenciales de expresión cuantitativa de los biomarcadores estudiados entre las distintas líneas celulares, evidenciando la capacidad de la técnica para discriminar fenotipos celulares de forma cuantitativa [2]. Asimismo, con el objetivo de aplicar el método a muestras más complejas, se realizó una disgregación de tejido mamario en células individuales, seguido de su marcaje con el mismo panel de anticuerpos, para evaluar la aplicabilidad del procedimiento en muestras de tejidos.

Los resultados ponen de manifiesto el potencial de la citometría de masas cuantitativa como herramienta analítica para la determinación simultánea de biomarcadores en cáncer de mama, destacando su utilidad para el estudio de la heterogeneidad celular y su posible implementación en el análisis de muestras biológicas complejas.

Referencias

1. Bandura, D. R. et al. (2009). *Anal. Chem.*, **81**, 6813.
2. de la Rosa Díaz, A. et al. (2025). *Anal. Chem.*

P1-111

Magnetic ionic liquids as extraction solvents of organic biomarkers and endocrine disrupting chemicals from human urine

Gabriel Marrero-Santana^a, Alejandro Rodríguez-González^{a,b}, María J. Trujillo-Rodríguez^{a,b}, Verónica Pino^{a,b,c}

^aLaboratorio de Materiales para Análisis Químico (MAT4LL), Departamento de Química, Facultad de Ciencias, Universidad de La Laguna (ULL), (Spain)

^bUnidad de Investigación de Bioanálítica y Medio Ambiente, Instituto Universitario de Enfermedades Tropicales y Salud Pública de Canarias (IUETSPC), ULL, (Spain)

^cCentro de Investigación Biomédica en Red de Enfermedades Infecciosas (Ciberinfec), Instituto de Salud Carlos III, (Spain)

Magnetic ionic liquids (MILs) are a class of ionic liquids (ILs) and, therefore, solvents that exhibit negligible vapor pressure at room temperature, high thermal and chemical stability, and a great ease of structural modification. MILs are characterized by the presence of a paramagnetic component, either in the cation or in the anion (a feature absent in conventional ILs), generally of a metallic nature, which is responsible for enabling these solvents to respond to an external magnetic field.

Among the applications of MILs in analytical chemistry, their use as extraction solvents in dispersive liquid–liquid microextraction (DLLME) is particularly noteworthy. DLLME is a rapid and miniaturized technique that uses very low volumes of an extraction solvent (a few microliters) and sample (a few milliliters) to extract and preconcentrate analytes from samples of different nature. The limiting step in DLLME is centrifugation, which is required to separate the solvent containing the extracted analytes from the remaining sample components. The use of MILs in DLLME eliminates the need for the centrifugation step, requiring only a simple and rapid magnet-assisted separation.

The aim of this work is to employ a MIL based on a paramagnetic cation and to use it in DLLME for the analysis of human urine (a complex matrix), monitoring biomarkers and endocrine disruptors. The MIL-DLLME method will be used together with high-resolution chromatography and fluorescence and ultraviolet detection.

Acknowledgments

Project PID2023-147246OB-I00 funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033/ERDF, EU. M.J.T.-R. thanks her contract RYC2021-032502-I, funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and «NextGenerationEU»/PRTR. A.G.-X. thanks his FPU predoctoral contract, funded by Spanish Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades.

References

1. González-Martín et al. (2024), *Anal. Chim. Acta*, 1301, 342448.
2. González-Martín et al. (2022), *J. Chromatogr. A*, 1685, 463577.

P1-112

Técnicas de microextracción y biomarcadores moleculares: un tándem poderoso en el diagnóstico de enfermedades

Luis Miguel Moreno-Calleja, Juan L. Benedé, Alberto Chisvert
GICAPC, Departamento de Química Analítica, Universitat de València (España)

Uno de los pasos fundamentales en el diagnóstico de muchas enfermedades consiste en la determinación de una serie de biomarcadores en fluidos biológicos del paciente. Cuando se contrae una enfermedad, las rutas metabólicas del organismo se ven afectadas y, con ello, las concentraciones de metabolitos presentes en el citosol celular se modifican. Esto provoca cambios en los niveles de los fluidos biológicos, por lo que su determinación puede emplearse para el monitoreo de enfermedades, convirtiéndose en excelentes biomarcadores moleculares [1]. La complejidad de las matrices biológicas y los bajos niveles en los que la mayoría de los metabolitos están presentes, sumado a la necesidad de consumir el menor volumen de muestra posible, convierten a las técnicas de microextracción en una excelente alternativa para la preparación de muestra en el marco del análisis clínico. En esta comunicación se ponen de manifiesto metodologías analíticas desarrolladas recientemente por nuestro grupo de investigación en las que se involucra el uso de la microextracción en la determinación de diferentes biomarcadores moleculares relacionados con distintas enfermedades o cánceres en fluidos biológicos, como sangre, orina o saliva. Esta última ha cobrado importancia en el ámbito del bioanálisis con motivo de la poca invasividad del muestreo y la alta correlación de niveles con sangre [2]. Como hoja de ruta se propone que los esfuerzos se centren en tomar las metodologías ya descritas como punto de partida y adaptarlas al análisis de rutina.

Agradecimientos

Esta comunicación es parte del proyecto de I+D+i PID2024-162539NB-I00 financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033/ y por FEDER/UE, por lo que agradecen al Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades (MICIU). L.M.M-C agradece a la Generalitat Valenciana la financiación para su contrato predoctoral con referencia CIACIF/2023/395.

Referencias

1. Atkinson et al. (2001). *Clin. Pharmacol. Ther.*, 69, 89.
2. López-Juan et al. (2025). *J. Pharm. Biomed. Anal.*, 255, 116644

P1-113

Análisis de nutrientes en hojas y suelos de cultivo

Claudia Eunis Blanco-Sánchez^a, M. Luisa Cervera^a, Raphael Henrique Pereira^a, Pepe Llopis-Devesa^a, **Ángel Morales Rubio^a**

^a Departamento de Química Analítica, Edificio Jeroni Muñoz, Universitat de València. Av. Vicent Andrés Estellés, 19. 46100 Burjassot, España.

El objetivo principal de este estudio fue evaluar la viabilidad del uso de la fluorescencia de rayos X portátil (pXRF) para la determinación de nutrientes en hojas y suelos agrícolas, así como optimizar las estrategias de medición asociadas.

Se han establecido las mejores condiciones de medida mediante pXRF en hojas frescas, y se ha evaluado el efecto de la superficie foliar expuesta al haz de rayos X, la posición de medida y la repetibilidad de la señal. Se ha comparado la composición elemental foliar entre los diferentes cultivos estudiados (hojas de naranjo y de caqui), tanto en hojas frescas como secas, y se ha evaluado la influencia de la orientación cardinal en el árbol sobre la distribución de los nutrientes. Para validar los resultados obtenidos con pXRF se han comparado con los determinados mediante técnicas como ICP-OES, previa digestión en tubo abierto.

Se ha estudiado también la variabilidad de los nutrientes contenidos en los suelos agrícolas mediante pXRF, considerando la distancia del muestreo respecto del tronco del árbol.

Los resultados han mostrado que la orientación y el apilamiento de las hojas influyen significativamente en las mediciones de pXRF, mientras que la posición de la medida en la hoja no lo hace. Se han observado diferencias en la composición de nutrientes entre especies de cultivo y zonas de cultivo, lo que refleja efectos fisiológicos. En los suelos, no se observó una influencia significativa de la posición del muestreo, orientación y distancia, respecto al árbol en las condiciones estudiadas.

La comparación de los métodos de digestión demostró que la digestión en tubo abierto proporciona resultados comparables a la digestión por microondas, ofreciendo una alternativa más sencilla y rentable. Por último, se han obtenido buenas correlaciones entre pXRF e ICP-OES para algunos elementos, especialmente a concentraciones más altas, lo que confirma el potencial de pXRF como técnica alternativa.

Agradecimientos

Los autores agradecen la financiación al proyecto PROMETEO de la Generalitat Valenciana CIPROM-2023-037.

P1-114

Evaluación de las relaciones entre Factores Demográficos y Consumo de Drogas y Psicofármacos mediante Epidemiología Basada en Aguas Residuales

Patricia García-Atienza^a, Alejandro García-Juan^a, Ángel Morales-Rubio^a, Sergio Armenta^a

^a Departamento de Química Analítica, Edificio Jeroni Muñoz, Universitat de València. Av. Vicent Andrés Estellés, 19. 46100 Burjassot, España.

El consumo de drogas y el uso indebido de productos farmacéuticos representan un grave desafío de salud pública y socioeconómico. A nivel mundial, la UNODC estimó 316 millones de consumidores en 2023, un aumento del 28% respecto a la década anterior [1]. En España, destaca el incremento del 250% en el uso de antidepresivos desde el año 2000, registrando 150 dosis diarias por cada 1000 habitantes, con mayor prevalencia en edades avanzadas [2]. Para abordar esta problemática, la Epidemiología Basada en Aguas Residuales (WBE, por sus siglas en inglés) se consolida como una herramienta objetiva y en tiempo real [3]. Mediante la cuantificación de biomarcadores químicos en aguas residuales brutas, la WBE estima el consumo per cápita, superando las limitaciones éticas y los sesgos de autodeclaración de las encuestas tradicionales, ofreciendo así una visión precisa del exposoma comunitario.

Este estudio evalúa la correlación entre los datos obtenidos mediante WBE y diversos determinantes socioeconómicos (renta, desempleo, nivel educativo y envejecimiento poblacional) en municipios rurales de baja densidad de la provincia de Valencia, comparándolos con núcleos urbanos de mayor tamaño. Los datos se normalizaron en función del caudal de entrada de las depuradoras y la población servida, obteniendo la carga diaria normalizada por cada 1000 habitantes. El análisis revela correlaciones significativas en los patrones de consumo. Se identificó una correlación directa entre el consumo de estimulantes (anfetamina, metanfetamina, MDMA) y ketamina con el tamaño de la población. Asimismo, el uso de ketamina mostró una correlación directa con la renta per cápita municipal. Por el contrario, el consumo de cocaína no evidenció relación con la dimensión del municipio, consumiéndose equitativamente en poblaciones grandes y pequeñas. Se observaron correlaciones inversas entre el consumo de THC y ketamina con los indicadores de envejecimiento, asociándose a poblaciones más jóvenes (en consonancia con la literatura previa). Finalmente, el consumo de tabaco mostró una relación indirecta con la tasa de desempleo.

Estos hallazgos demuestran cómo la estructura demográfica y socioeconómica modula los patrones de consumo, proporcionando evidencia clave para diseñar intervenciones de salud pública y estrategias de apoyo social más precisas, adaptadas a los desafíos específicos de los entornos rurales.

Referencias:

- [1]. UNODC, World drug report 2025.
- [2]. Ministerio de Sanidad, Informe anual del Sistema Nacional de Salud 2025.
- [3]. E. Zuccato et al., Clin. Practice Epidemiol. Mental Health, 4 (14) (2005), pp. 1-7

P1-115

From Invasion to Innovation: HPLC–HRMS-Driven Characterization of Bioactive Metabolites in *Rugulopteryx okamurae*

María de la Luz Cádiz Gurrea^a, Diana Pinto^a, Antonio Segura Carretero^a and Francisca Rodrigues^{b,c}

^aDepartment of Analytical Chemistry, Faculty of Sciences, University of Granada, 18071, Granada, Spain

^bAssociate Laboratory i4HB - Institute for Health and Bioeconomy, Faculty of Pharmacy, University of Porto, Porto, 4050-313, Portugal

^cUCIBIO – Applied Molecular Biosciences Unit, MedTech-Laboratory of Pharmaceutical Technology, Faculty of Pharmacy, University of Porto, Porto, 4050-313, Portugal

The invasive brown macroalga *Rugulopteryx okamurae* (RO), native to the northwest Pacific, has rapidly spread across the Mediterranean and northeastern Atlantic coasts over the last decade, particularly since its introduction in the Strait of Gibraltar. Its proliferation has caused severe ecological disruption, including the displacement of native species, alteration of benthic ecosystems, and significant economic losses¹. In this context, its valorization has emerged as a promising mitigation strategy, with the identification of bioactive compounds representing a key step. However, most studies addressing bioactive constituents, such as phenolics, rely on total content assays, lacking detailed molecular-level characterization.

In this work, a comprehensive phytochemical profiling of RO was performed using a non-targeted high performance liquid chromatography–high-resolution mass spectrometry (HPLC–HRMS) approach. A microwave-assisted extract was analyzed using an Agilent 1290 HPLC system coupled to an Agilent 6545 quadrupole time-of-flight (QTOF) mass spectrometer. Chromatographic analysis was carried out following the conditions outlined by previously studies with minor changes². Raw data were converted using MSConvertGUI and processed in MZmine 4.9.14, including mass detection, chromatographic deconvolution, alignment, and isotopic grouping. Feature annotation and molecular formula prediction were performed using Sirius 6.3.4, supported by literature-based dereplication strategies.

A total of 89 features were annotated, predominantly diterpenoids, along with phenolic compounds, fatty acids, and alkaloids, revealing a chemically diverse metabolome. The applied workflow enabled level 2–3 annotations according to the Metabolomics Standards Initiative, based on accurate mass measurements, isotopic pattern fidelity, and MS/MS fragmentation matching. Several diterpenoid-like structures were consistently observed, suggesting this class as a major contributor to the bioactive potential of RO. These results significantly expand previous studies limited to bulk assays and highlight the importance of high-resolution analytical techniques for detailed metabolite characterization.

Overall, this study demonstrates the robustness of HPLC–HRMS-based metabolomics workflows for the comprehensive chemical profiling and dereplication of marine invasive species. The identification of structurally diverse bioactive compounds supports the potential valorization of RO as a sustainable source of high-value metabolites, contributing to both environmental mitigation and natural product discovery.

Acknowledgments

Authors are grateful to Antonio Vegara Jiménez and “Sección de Educación Permanente Tarifa Algas del Estrecho”, especially to Luz Pelayo López, for the sample’s traceability assurance and for its compromise with the research group and the environment. Francisca Rodrigues was supported by FCT - Fundação para a Ciência e a Tecnologia, I.P under the TENURE program [2023.14718.TENURE.016].

References

1. Laamraoui et al. et al. (2024). *Mar. Pollut. Bull.*, 209, 117194.
2. García-Villegas et al. (2023). *Antioxidants*, 12(10), 1892.

Reliable determination of superoxide anion half-life in distinct aqueous media using an automatic millifluidic system with chemiluminescence detection

Miquel Galián-Salas^a, Lluçia García-Moll^a, Miquel Oliver^a, Enrique Javier Carrasco-Correa^b, Francisco Antonio Casado-Carmona^a, Manuel Miró^a

^a FI-TRACE group, Department of Chemistry, University of the Balearic Islands, Carretera de Valldemossa km 7.5, E-07122, Palma de Mallorca Spain

^b CLECEM group, Department of Analytical Chemistry, University of Valencia, Avd. Vicent Andrés Estellés 19, 46100-Burjassot, València, Spain

An automatic multisyringe flow injection analysis (MSFIA) system coupled to chemiluminescence (CL) detection was developed for the determination of the superoxide anion half-life in diverse aqueous matrices. Due to the inherently short lifetime of superoxide in water, an accurate quantification in real aqueous samples remains challenging.

The proposed method utilized the *Cypridina* luciferin analog MCLA as a highly sensitive and selective CL probe for superoxide detection. Superoxide standards in dimethyl sulfoxide (DMSO) were used for flow system calibration, exploiting the enhanced radical stability in this solvent and its disproportionation kinetics to generate a full calibration curve from a single standard injected at controlled time intervals. Half-life values in aqueous media were determined by studying the generation/decay kinetics of the radical obtained via the xanthine/xanthine oxidase enzymatic system. The analytical manifold was enhanced using a 3D-printed flow cell holder and PFA tubing to maximize the elicited light collection.

Experimental results showed that while superoxide in DMSO follows first-order decay kinetics with a half-life of 29.6 ± 1.5 minutes, half-life values in aqueous matrices ranged from 2.2 s in seawater to 8.3 s in marine culture medium. The flow method achieved an experimental LOQ of 126 fmol L^{-1} and a linearity up to 6.3 nmol L^{-1} with relative recoveries ranging from 88 to 108%. These results highlight the potential of the system for environmental and biomedical reactive oxygen species monitoring with on-site implementation as a natural next step toward real-world application.

Acknowledgments

The authors acknowledge financial support by the Spanish Ministry of Science, Innovation and Universities (MICIU), and the Spanish State Research Agency (AEI/10.13039/501100011033) through the project PID2024-156804OB-C33 (MICIU/AEI/10.13039/501100011033/FEDER, EU). M. Galián-Salas is grateful to the Government of the Balearic Islands for allocation of an FPI CAIB PhD grant (FPI2024_24), co-funded by the European Social Fund Plus (FSE+). L. García-Moll also thanks MICIU for funding an FPI-PhD scholarship (PRE2021-100217).

P1-117

Assessment of Emerging Contaminants in Tourism Resorts: A Sustainable Approach Using Metal-Organic Framework-Based Microextraction

Priscilla Rocío-Bautista^{1,2}, Eduardo Lodoso-Ruiz¹, María J. Trujillo-Rodríguez^{1,3}, Jorge Pasán¹, Juan H. Ayala¹, Verónica Pino^{1,3,4}

¹Laboratorio de Materiales para Análisis Químico (MAT4LL), Departamento de Química, Universidad de La Laguna (ULL) San Cristóbal de La Laguna, 38206, Spain

²Instituto Universitario de la Empresa (IUDE), ULL, San Cristóbal de La Laguna, 38206, Spain

³Unidad de Investigación de Bioanalítica y Medioambiente, Instituto Universitario de Enfermedades Tropicales y Salud Pública de Canarias, ULL, Spain

⁴Centro de Investigación en Red de Enfermedades Infecciosas (Ciberinfec), Instituto de Salud Carlos III, Spain

The shift toward sustainable tourism demands innovative approaches to environmental challenges, identifying efficient water management and the mitigation of emerging contaminants as top priorities for responsible tourism industry development. In this context, the precise monitoring of chemical residues linked to tourism activities is essential for understanding and reducing their environmental footprint. Typically, the analysis of these contaminants in recreational waters relies on solid-phase extraction (SPE) followed by chromatographic methods. While effective, these traditional methods are often complex and require a significant investment of time and chemical reagents in the laboratory.

As an alternative, this study proposes a strategy of "in-vial" microextraction utilizing metal-organic framework (MOF)-based glass devices. This methodology is applied to the analysis of swimming pool water samples collected from various hotel chains on the island of Tenerife. The performance of this novel approach is compared to conventional SPE, with both methods utilizing high-performance liquid chromatography with diode array detection (HPLC–DAD). The comparison focuses not only on analytical performance but also on the sustainability of the process, seeking a more efficient and environmentally friendly methodology in terms of analytical performance but also regarding their sustainability.

Acknowledgments

This work was developed within the scope of the projects: Ref. PID2023-147246OB-I00 funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033/ERDF, EU; and project CETIH, funded in the framework of the agreement of Cabildo de Tenerife and the Universidad de La Laguna in the "Talentum Investigación Aplicada Antonio González" program. P.R.-B. also acknowledges Cabildo Insular de Tenerife and University of La Laguna for her contract through "Talentum program".

References

1. Taima-Maicena et al. (2024). *Adv. Funct. Mater.* 34 (36), 2470204

P1-118

Standardizing Adsorbents Evaluation: A Novel Automated Methodology for Industrial and Academic Research

Adrián Gutiérrez-Serpa^{a,b}, Irena Senkovska^c, Stefan Kaskel^c

^aLaboratorio de Materiales para Análisis Químico (MAT4LL), Departamento de Química, Facultad de Ciencias, Universidad de La Laguna (ULL) (Spain)

^bUnidad de Investigación de Bioanalítica y Medio Ambiente, Instituto Universitario de Enfermedades Tropicales y Salud Pública de Canarias (IUETSPC), ULL (Spain)

^cInorganic Chemistry I Departmente, TU Dresden, Dresden, Germany

Liquid-phase adsorption (LPA) serves as a fundamental pillar for separation and purification technologies across the petrochemical, pharmaceutical, and water remediation industries. Despite its industrial importance, the development of advanced adsorbents is currently hindered by a reliance on manual characterization protocols that are inherently labor-intensive and prone to experimental variability. This work presents a transformative, high-throughput analytical equipment engineered to fully automate the acquisition and quantification of LPA data. By replacing legacy manual on bench methodologies with a standardized, instrument-driven workflow, this approach significantly improves both the reproducibility and the efficiency of material evaluation in high-stakes research environments. This work demonstrates the efficacy and robustness of this system by characterizing a diverse library of porous architectures (specifically NoritRox0.8, the Metal-Organic Framework HKUST-1, and the composite BasoliteA100) across various target analytes, including naphthalene, toluene, and bisphenol A. The resulting adsorption isotherms confirm the method's precision and utility, offering a streamlined pathway for the rapid screening and optimization of high-performance materials for future industrial applications.

Acknowledgments

The authors acknowledge the funding received from the European Research Council (ERC) under the European Research Council Proof of Concept 2023 Programme (ERC-2023-POC) (grant agreement no. 101157280).

References

1. Gutiérrez-Serpa et al. (2026). *Small Meth.*, submitted.

P1-119

Virgin olive oil authenticity assessment by LC-HRMS based on the free/esterified sterol ratio

Irene Caño-Carrillo, Francisco J. Díaz-Galiano, Bienvenida Gilbert López y Juan F. García-Reyes

^aAnalytical Chemistry Research Group, Department of Physical and Analytical Chemistry, University of Jaén, Campus Las Lagunillas, Edif. B3, Jaén, 23071, Spain

Virgin olive oil is highly valued for its nutritional quality, beneficial health effects, and distinctive sensory characteristics. At the same time, its high price and strong market demand make it especially susceptible to adulteration, highlighting the need for reliable authenticity assessment tools. Regulatory frameworks identify sterols and triterpenic alcohols as important compositional markers.¹ However, routine analytical approaches are generally limited to measuring total sterol content, without differentiating between their free and esterified forms. In this work, a methodology based on liquid chromatography coupled with high-resolution mass spectrometry (LC-HRMS) is explored for the characterization of sterols in their native forms. Due to the low polarity of these compounds, atmospheric pressure chemical ionization (APCI) was selected. A solid-phase extraction (SPE) procedure enabled the direct isolation of both sterol fractions from oil matrices, avoiding chemical modification steps. The method was used to analyze a range of commercial oils, including extra virgin olive oil, virgin olive oil, refined olive oil, pomace olive oil, and sunflower oil. Preliminary results revealed clear differences in the distribution of sterol fractions among the samples: virgin olive oils showed a higher proportion of free sterols, whereas esterified sterols were more abundant in refined oils. These findings demonstrate that, beyond total sterol content, the distribution between free and esterified sterols provides valuable information for authenticity assessment. Therefore, the ratio between the two fractions is a promising complementary marker for detecting adulteration in olive oil.

Acknowledgements

The authors acknowledge funding from Project PID2021-123307OB-I00 supported by MICIU/AEI/10.13039/501100011033

I.C.C. and F.J.D.G acknowledge funding support from the State Investigation Agency (AEI) of Spain and the Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades through the FPU program (ref FPU20/02933) and Juan de la Cierva program

References

1. International Olive Council (2020). COI/T.20/Doc. No 26/Rev.5

P1-120

3D-printed microextraction device with immobilized thymol–vanillin NADES for bisphenol extraction in carbonated beverages

Carlos Pagan-Galbarro^a, Enrique Javier Carrasco-Correa^b, Francisco Antonio Casado-Carmona^a, Manuel Miró^a

^a FI-TRACE Group, Department of Chemistry, University of the Balearic Islands, Carretera de Valldemossa km 7.5, E-07122 Palma de Mallorca, Illes Balears, Spain

^b Department of Analytical Chemistry, University of Valencia, Av. Vicent Andrés Estellés, 19, 46100 Burjassot, Valencia, Spain

Natural Deep Eutectic Solvents (NADES) are mixtures of naturally occurring compounds that form hydrogen-bond networks. These features have promoted their application in analytical chemistry, especially in extraction and microextraction of complex matrices [1,2].

3D printing has become a powerful, cost-effective tool for fabricating customized analytical devices, allowing surface (bio)functionalization to enhance selectivity. [3]. However, the combination of NADES with 3D printed structures has not been reported as of yet.

In this work, a thymol–vanillin NADES supported on a 3D-printed microextraction device is presented for the extraction of bisphenol congeners from carbonated beverages in polymeric containers. The 3D-printed substrate is first functionalized to covalently anchor vanillin, leaving its aldehyde group available for interaction with thymol. Thymol is then deposited onto the modified surface, generating a thin NADES mixture film on the device. This approach combines the extraction performance of NADES with the versatility of 3D printing, providing a selective and sustainable alternative for the determination of bisphenol congeners in complex matrices.

The method showed absolute recoveries of approximately 40% for BPF and 70% for BPA using a sample volume of 5 mL. Linear ranges were established between 5–50 $\mu\text{g L}^{-1}$ for BPF and 1–20 $\mu\text{g L}^{-1}$ for BPA. Repeatability was satisfactory, with relative standard deviations of 14% for BPF and 10% for BPA ($n = 3$, at 10 and 5 $\mu\text{g L}^{-1}$, respectively). Limits of detection (LOD) were 3.51 $\mu\text{g L}^{-1}$ for BPF and 1.28 $\mu\text{g L}^{-1}$ for BPA.

Acknowledgments

The authors acknowledge financial support by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 through project PID2024-156804OB-C33 (MICIU/AEI/FEDER,EU).

References

1. Dai et al. (2013) *Anal Chim Acta.*, 766:61.
2. Satrycja Makoś-Chełstowska et al. (2024) *TrAC Trends Anal Chem.*, 172:117577.
3. Ochoa-Esteso et al. (2026) *Talanta.*, 305:129681.

When Chirality Matters: Enantiomeric Analysis of D- and L-Carnitine in Dietary Supplements

Almir Custodio Batista Junior¹, Maria Paz Lorenzo², Alessia Tizza², Andrea Rodrigues Chaves¹, Antonia Fernández García²

¹ Center of Excellency in Molecular Science, Energy and Petroleum (CEMEP), Universidade Federal de Goiás, Goiânia, Brazil. ² Centro de Metabolómica y Bioanálisis (CEMBIO), Facultad de Farmacia, Universidad San Pablo-CEU, CEU Universities, Urbanización Montepríncipe, Boadilla del Monte, Spain

L-Carnitine is widely used as a dietary supplement due to its role in fatty acid transport, muscle recovery, and potential benefits for muscle mass gain and visceral fat reduction. However, industrial synthesis of L-carnitine could not be inherently enantioselective and may result in the presence of the counter-enantiomer, D-carnitine, which has been associated with potential adverse effects. Consequently, accurate determination of enantiomeric purity is essential to ensure the safety and quality of commercial products.

Several analytical approaches have been reported for the quantification of trace amounts of D-carnitine in L-carnitine, including high-performance liquid chromatography coupled to fluorometric detection (HPLC-FD). Effective chiral separation requires the highly sensitive and selective methods, which can be achieved through chiral stationary phases, mobile phase additives, or derivatization strategies. For D/L-carnitine, derivatization with chiral, chromophoric reagents such as (+)-[1-(9-fluorenyl)-ethyl]-chloroformate ((+)-FLEC) is particularly advantageous, as it enables both diastereomer formation and sensitive detection using widely available UV-visible detectors.

In this work, we present a robust and reliable method for the determination of D- and L-carnitine in commercial dietary supplements based on (+)-FLEC derivatization followed by reversed-phase HPLC with diode array detection (HPLC-DAD). Derivatization was performed according to the protocol described by Freilüller and Autorfer (2002), with minor modifications. Chromatographic separation was achieved on a C18 column (250 × 4.5 mm, 5 µm) using a phosphate buffer–acetonitrile gradient at 50 °C and a flow rate of 2.0 mL min⁻¹.

While previous studies have employed triethylamine (TEA)-based buffers at acidic pH for enantiomeric separation, such systems present drawbacks related to toxicity, odor, and system contamination. Here, phosphate buffers at different concentrations were evaluated as an alternative, avoiding the use of TEA while achieving baseline enantiomeric separation with resolution values exceeding 2.3. The method demonstrated excellent linearity ($R^2 > 0.999$), as well as satisfactory intra- and inter-day precision and accuracy, allowing reliable quantification of D-carnitine at levels as low as 0.1% (w/w) in L-carnitine.

The method was successfully applied to the analysis of five commercially available supplements with varying L-carnitine contents and excipient profiles. Overall, the results confirm the suitability, robustness, and high analytical performance of the proposed approach for routine assessment of enantiomeric purity, supporting quality control and consumer safety in dietary supplement products.

Acknowledgments: Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Programa de Doutorado Sanduíche no Exterior - 88881.220220/2025-01; Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Goiás - BOLSA DE EXCELÊNCIA NA PÓS GRADUAÇÃO - 202510267001074; Ministry of Science, Innovation and Universities of Spain PID2024-162248NB-I00 MICIU/AEI /10.13039/501100011033/ and by ERDF 'A way of making Europe'.

References: [1] Sawicka et al, 2020, J Int Soc Sports Nutr, 17, 1; [2] Furosho et al, 2026, J. Pharm. Biomed. Anal, 7, 100111; [3] Freimuller, et al, 2002, J. of Chromatography A, 30, 209.

High-Throughput Effect-Directed Analysis of Wastewater Treatment Plant Effluents for the Identification of Estrogenic Compounds

Maddi Salvoch^{a,b}, Iker Alvarez-Mora^{a,b}, Naroa Lopez-Herguedas^{a,b}, Belén González-Gaya^{a,b,c}, Mireia Irazola^{a,b}, Nestor Etxebarria^{a,b}

^aResearch Centre for Experimental Marine Biology and Biotechnology, University of the Basque Country (PIE-UPV/EHU), Plentzia, Basque Country, Spain. ^bDepartment of Analytical Chemistry, University of the Basque Country (UPV/EHU), Leioa, Basque Country, Spain. ^cIKERBASQUE, Basque Foundation for Science, Spain

The increasing release of chemical compounds into the environment in recent years has highlighted the need for new strategies that can efficiently identify and assess biologically active contaminants in environmental samples. In this context, high-throughput effect-directed analysis (HT-EDA) has emerged as an effective approach for identifying these compounds in such complex matrices¹. Wastewater effluents are particularly challenging due to the coexistence of natural and synthetic chemicals, many of which may contribute to adverse endocrine disrupting effects.

In this work, the effluents from the Plentzia and Gorliz wastewater treatment plants (WWTPs) were analysed using analytical and bioanalytical methods to evaluate their estrogenic potential and to identify the compounds driving these effects. Samples were filtered, extracted using Oasis HLB cartridges, and evaluated for estrogenic activity using the *Arxula adenivorans* Yeast Estrogen Screen (A-YES), which revealed notable estrogenic responses, particularly in two samples. In parallel, the extracts were analysed using a Dionex UltiMate 3000 UHPLC system coupled to a Q Exactive™ Focus quadrupole-Orbitrap mass spectrometer (Thermo Scientific™) equipped with a heated ESI source². The data processing workflow integrates Compound Discoverer for feature deconvolution and structural elucidation, with the prioritization of potentially estrogenic features combining SIRIUS and the toxicity prediction tool MLin vitrotox³. Although this combined workflow enabled the prioritisation of several potentially estrogenic candidates (e.g., 2-Hydroxyestradiol, 4-Hydroxybenzophenone, O-Desmethylvenlafaxine), these were insufficient to explain the estrogenic activity of the samples. To overcome these limitations, HT-EDA was applied to the samples with the highest estrogenic responses. Fractionation allowed the isolation of two clearly estrogenic fractions, significantly reducing matrix complexity and enhancing the detectability of active compounds. These fractions were analysed under the same conditions, but none of the previously prioritised compounds were detected. For this reason, the same non-target workflow was applied to the fractionated samples to assess whether fractionation revealed features that had remained undetectable in the raw extracts. In addition, to further expand the chemical space and improve the detection of compounds with poor HESI ionisation efficiency, the active fractions were also analysed under APCI ionisation. The overall aim of this final step is to assess whether the analysis of the active fractions under both HESI and APCI can clarify the chemical drivers of the estrogenic activity observed in the fractions and, ultimately, in the raw samples.

Acknowledgments

This work was financially supported by the State Research Agency of the Ministry of Science and Innovation (Government of Spain) through project PID2024-1568040B-C31. MS acknowledges the University of the Basque Country (UPV/EHU) for her predoctoral fellowship. IAM and NLH gratefully acknowledge the Basque Government for their postdoctoral fellowships. BGG acknowledges IkerBasque Foundation for her tenure track position.

References

1. Alvarez-Mora et al. (2025). Anal. Bioanal. Chem., 417, 451
2. Lopez-Herguedas et al. (2022). Sci. Total Environ., 850, 157985
3. Alvarez-Mora et al. (2025). Environ. Sci. Technol., 59, 24513

P1-123

Untargeted Hepatic Metabolomics of DEHAL1 deficiency in a Parkinson's Disease Mouse model

Isabel Navas Rodríguez^a, José Carlos Moreno^b, Francisco Javier Rupérez^a, Coral Barbas^a

^aCentro de Metabolómica y Bioanálisis (CEMBIO), Facultad de Farmacia, Universidad San Pablo-CEU, CEU Universities, Urbanización Montepríncipe, 28660, Boadilla del Monte, (Spain)

^bThyroid Molecular Laboratory, Institute for Medical and Molecular Genetics (INGEMM), La Paz University Hospital Research Institute (IdiPAZ), Autonomous University of Madrid, Madrid, (Spain)

Parkinson's disease (PD) is a progressive neurodegenerative disorder of the central nervous system, characterized by the aggregation of α -synuclein into Lewy bodies, resulting in the loss of dopaminergic neurons in the substantia nigra pars compacta (SNpc). Beyond neural degradation, PD has been associated with systemic metabolic disturbances, yet the specific contributions of lipid and thyroid metabolic pathways to PD pathogenesis remain unclear. Iodotyrosine dehalogenase 1 (DEHAL1), a key enzyme involved in iodine recycling and thyroid hormone metabolism, is tightly linked to mitochondrial activity and metabolic regulation. However, the metabolic impact of DEHAL1 deficiency in the context of PD remains largely unexplored. This study aims to characterize the effect of DEHAL 1 deficiency on hepatic metabolism in a PD mouse model using an untargeted metabolomics approach. Liver tissue from wild-type (WT, n=6) and DEHAL1 knockout (KO, n=6) PD mice were analyzed using complementary mass spectrometry platforms to maximize metabolome coverage. Lipidomics-focused liquid chromatography-mass spectrometry (LC-MS) and hydrophilic interaction liquid chromatography (HILIC-MS) were performed on a quadrupole time-of-flight (QTOF) instrument with MS/MS acquisition in both positive and negative ionization modes. Following data acquisition, metabolites were annotated by accurate mass, MS/MS fragmentation, and retention time, using in-house libraries containing over 700 lipids from 18 lipid classes and over 300 polar metabolites covering 98 out of 99 SMPDB and 59 out of 80 KEGG metabolite sets, achieving a comprehensive landscape of liver metabolism. No dominant lipid subclass or strong lipid signature was observed, suggesting that DEHAL1 deficiency induces distributed alterations in amino acids and related metabolites, one-carbon and folate connected metabolites, redox and sulfur metabolites, TCA cycle and urea cycle intermediates, rather than a pronounced hepatic lipid remodeling. Overall, these findings provide a metabolomic framework for how DEHAL1 deficiency contributes to hepatic metabolic regulation in a Parkinson's disease mouse model.

Acknowledgements

Reference project PID2024-162248NB-I00 funded by MICIU/AEI /10.13039/501100011033/ and FEDER A way of making Europe

P1-124

Desarrollo y validación de un dispositivo fotométrico de bajo coste para la determinación de Cu (II) en aguas naturales basado en Arduino UNO

Pepe Llopis-Devesa^a, Sergio Armenta^a, Ángel Morales-Rubio^a, M. Luisa Cervera^a

^aDepartamento de Química Analítica de la Universitat de València, (España)

Se ha desarrollado un dispositivo fotométrico portátil validado y de bajo coste para la determinación de cobre en muestras de agua. Este sistema busca ofrecer una alternativa accesible a los métodos espectroscópicos convencionales, facilitando el monitoreo ambiental *in situ*.

El dispositivo integra un microcontrolador basado en Arduino UNO, un emisor LED de 519 nm y un sensor LDR alojados en un chasis modular optimizado mediante impresión 3D en PLA negro para garantizar el aislamiento óptico. Se desarrollaron dos modos operativos, uno autónomo mediante almacenamiento en EEPROM y otro de telemetría en tiempo real a través de una interfaz gráfica (GUI) personalizada en MATLAB. La detección química se basa en la reducción de Cu^{2+} con ácido ascórbico y la formación de un complejo coloreado con ácido bicinconínico¹.

Se optimizaron las concentraciones de los reactivos y se evaluó la estabilidad en el tiempo de los calibrados, así como el efecto matriz en aguas de acequia, obteniendo resultados robustos sin interferencias significativas. El sistema demostró una autonomía de hasta 9 horas en medición continua.

La precisión del dispositivo y la viabilidad del método se validaron mediante comparación directa con técnicas de referencia, espectroscopia UV-Visible y Espectroscopía de Absorción Atómica en Llama (FAAS). Los resultados indican que el sensor desarrollado es una herramienta eficaz y de alta fiabilidad para la cuantificación de cobre en los rangos establecidos combinando portabilidad, bajo coste y robustez analítica.

Agradecimientos

Los autores agradecen a la Generalitat Valenciana por el proyecto Prometeo CIPROM-2023-037, que ha financiado la investigación y el contrato predoctoral de Pepe Llopis-Devesa

Referencias

1. Brenner et al. (1995). A Quantitative Test for Copper Using Bicinchoninic Acid (Anal. Biochem.), 226, 80

***In Vivo* Metabolomic Tracking of Grape Marc and Microalgae Diets in Rainbow Trout (*Oncorhynchus mykiss*) by UHPLC-QTOF**

Aly Castillo^{a,b}, Isabel del Carmen Ruiz-Rodríguez^c, Alba Galafat^c, Delio Lombardero Pérez^d, Francisco Javier Alarcón-López^{c,e}, Marta Iores^b

^aI-Grape Laboratory, Rúa de Murcia 3, E-15707 Santiago de Compostela, Spain.

^bLIDSA, University of Santiago de Compostela, E-15782 Santiago de Compostela, Spain.

^cUniversity of Almería, 04120 Almería, Spain.

^dTruchas de Sierra Nevada, Quéntar, 18192-Granada, Spain.

^eLifeBioencapsulation, 04131, El Alquíán, Almería, Spain.

Greater integration of aquaculture into the circular bioeconomy can be achieved by repurposing agro-industrial by-products in fish feed. The inclusion of functional ingredients rich in bioactive compounds, such as polyphenols from grape marc and carotenoids from microalgae cultivation, is emerging as a strategy to improve nutritional profile and physiological functionality. Accordingly, this study evaluated the effects of functional ingredients derived from grape marc and microalgae in feed on growth, digestive physiology and metabolomic responses in rainbow trout (*Oncorhynchus mykiss*). A 90-day feeding trial was conducted with three treatments: a control diet (CD) and two diets supplemented with grape marc extracts in liquid (LD) and solid (SD) forms, the latter combined with a mixture of hydrolysed microalgae. Biomarkers were monitored throughout the digestive system (stomach, liver and intestine) and in muscle tissue. Metabolite extraction was performed using solid-phase matrix dispersion (MSPD), followed by ultra-high-performance liquid chromatography coupled to quadrupole time-of-flight mass spectrometry (UHPLC-QTOF). Metabolomic analysis enabled the identification of biomarkers with significant differences ($p < 0.05$) between treatments. The results showed a bioamplifying effect of the phenolic compounds in the LD diet on bile acids, associated with a reduction in oxidative stress and greater liver protection. In the intestine, the SD diet increased metabolites related to purine metabolism, amino acids and energy pathways, suggesting a modulation of energy metabolism and amino acid turnover. Fish fed the LD diet had a higher final weight compared to the other groups, with no differences in body length. Overall, the results demonstrate that these functional diets modulate metabolic and digestive responses, improving nutritional efficiency and supporting the development of more sustainable aquaculture systems.

Acknowledgments

This research has received funding from the EU's Horizon 2020 research and innovation programme under grant agreement No 101036768 (NeoGiANT). Castillo A. acknowledges the support of Spain's Ministry of Science and Innovation (MCIN) for his contract, under grant DIN2021-011976 funded by MCIN/AEI/10.13039/501100011033.

Extraction and platform-dependent bias reshape the observed liver glycolipidome: implications for lipidomics harmonization. A case study.

Constanza Fernández-Hernández^a, Helena Beatriz Ferreira^{b,c}, Elena Carceller-López^{d,e}, Patricia Rada^{d,e}, Francisco J. Rupérez^a, Ángela M. Valverde^{d,e}, M. Rosário Domingues^{b,c} and Antonia García^a

^aCentro de Metabolómica y Bioanálisis (CEMBIO), Facultad de Farmacia, Universidad San Pablo-CEU, CEU Universities, Urbanización Montepríncipe, 28660, Boadilla del Monte, (Spain). ^bDepartment of Chemistry, Mass Spectrometry Center, LAQV-REQUIMTE, University of Aveiro, Campus Universitário de Santiago, 3810-193 Aveiro, (Portugal). ^cDepartment of Chemistry, CESAM – Centre for Environmental and Marine Studies, University of Aveiro, Campus Universitário de Santiago 3810-193 Aveiro, (Portugal). ^dInstituto de Investigaciones Biomédicas Sols-Morreale (IIBM), Consejo Superior de Investigaciones Científicas-Universidad Autónoma de Madrid, Madrid, (Spain). ^eCentro de Investigación Biomédica en Red de Diabetes y Enfermedades Metabólicas Asociadas (CIBERDEM), Madrid, (Spain)

Glycolipidomics is the emerging field dedicated to the study of glycolipids, including cerebrosides, gangliosides, sulfatides and glycosyl diacylglycerols. Among them, glycosphingolipids (GSLs) represent the major subclass in animals. Located primarily in the outer leaflet of cell membranes, GSLs have garnered intense interest due to their associations with lysosomal storage disorders, neurodegenerative conditions, cardiovascular complications, and metabolic syndromes. Despite their importance, comprehensive analysis of GSLs remains analytically challenging, from the sample treatment (no single extraction method currently enables complete recovery of all glycosphingolipid classes [1]) to the MS analysis, due to low abundance, poor ionization, reduced hydrophobicity and volatility, and high structural diversity. Moreover, although LC-HRMS is the technique of choice, the performance of different mass analyzers can provide alternative results.

Recent studies have demonstrated that the transmembrane protein Polycystin 2 (PKD2) contributes to metabolic dysregulation, including hepatic insulin resistance [2]. In this research, we investigated the GSL profile of liver tissue from a PKD2 depleted mouse model fed with high-fat-diet. Homogenized liver samples were extracted using Bligh and Dyer and MTBE lipid extraction protocols and analyzed using an untargeted LC-HRMS workflow. Data were acquired in both positive and negative electrospray ionization modes using QTOF and Orbitrap analyzers, with data acquisition in MS1 and MS/MS. To enhance GSL detection and spectral quality, targeted MS/MS acquisition and post lipid isolation solid-phase extraction (SPE) were also evaluated. Data processing and annotation were performed using Lipostar2, supported by spectral libraries and fragmentation rules.

Overall, 61 GSL species were annotated, including 10 confirmed at the MS/MS level, spanning hexosylceramides, lactosylceramides, gangliosides, and sulfatides. Although the Orbitrap showed poorer sensitivity, it enabled substantially broader GSL detection and structural characterization compared with the QTOF analyzer. Among Orbitrap results, 20 lipid species showed differences with the extraction method, highlighting the strong influence of sample preparation on glycolipid detection. Regarding biological comparisons, MTBE extraction revealed 17 statistically significant GSL lipid species between PKD2 knockout and wild type mice, whereas no reliable differences were observed with Bligh and Dyer extraction, suggesting that MTBE extraction better reveals biologically relevant differences.

In conclusion, the Orbitrap was superior to QTOF for structural characterization of GSLs because of its higher mass resolution and increased fragmentation cycles. Broader MS/MS-level coverage additionally required complementary SPE to reduce ion suppression, step included in this protocol. Together, these advances improve liver lipidome characterization, detection of low-abundance glycolipids, and support biomarker discovery in metabolic disease research.

Acknowledgments: Ministry of Science, Innovation and Universities of Spain PID2024-162248NB-I00 MICIU/AEI /10.13039/501100011033/ and by ERDF 'A way of making Europe'; 2022/BMD-7227 MOIR-ACTOME. Avanzando en el conocimiento de nuevos mediadores, mecanismos e interactoma tisular en situaciones de resistencia a la insulina. MOIR-ACTOME CM. FPI contract funded by Ministerio de Ciencia e Innovación (PRE2022-105081).

References: [1] Barrientos et al. (2020). Anal. Chim. Acta, 1132, 134. [2] Rada et al. (2024). Mol. Metab., 90, 102045.

Integrating porous materials into analytical workflows: pore-networked membranes for sample preparation

Idaira Pacheco-Fernández^{a,b,c}, Zaoming Wang^{a,d}, Daria Poloneeva^e, Gaopeng Li^a, Michelle Lu^a, Jorge Gascón^e, Shuhei Furukawa^a

^aInstitute for Integrated Cell-Material Sciences (WPI-iCeMS), Kyoto University (Japan)

^bLaboratorio de Materiales para Análisis Químico (MAT4LL), Departamento de Química, Facultad de Ciencias, Universidad de La Laguna (Spain)

^c Unidad de Investigación de Bioanalítica y Medio Ambiente, Instituto de Enfermedades Tropicales y Salud Pública de Canarias (IUETSPC), Universidad de La Laguna (Spain)

^dState Key Laboratory of Advanced Polymer Materials, Sichuan University (China)

^eAdvanced Catalytic Materials, Catalysis Center, King Abdullah University of Science and Technology (Saudi Arabia)

The analysis of trace-level contaminants in complex matrices strongly relies on efficient sample preparation, which is often based on multi-step extraction procedures that are time-consuming and solvent-intensive. In this context, advanced sorbent materials that integrate extraction and preconcentration is highly desirable. Here, we present pore-networked membranes (PNMs) as a novel class of sorbent phases that overcome the limitations of conventional polymeric membranes and mixed-matrix systems. These materials are fabricated through the *in situ* gelation of metal-organic polyhedra (MOPs) or metal-organic frameworks (MOFs) within polymer matrices, generating an interconnected porous network that acts as a continuous extraction phase. This configuration avoids filler aggregation and reduces mass-transfer limitations, while maintaining processability. PNMs exhibit enhanced performance for the extraction of pharmaceuticals and personal care products from environmental water samples. The accessible porous network facilitates analyte diffusion and provides more adsorption sites compared to conventional systems. Moreover, the intrinsic structural versatility of MOF/MOP porous fillers enables tuning of pore architecture and surface chemistry, offering a powerful route to tailor membrane selectivity and extraction efficiency. Overall, PNMs represent a promising strategy to enable the practical and efficient use of porous materials in sample preparation workflows.

Acknowledgments

I.P.-F. thanks the JSPS Postdoctoral Fellowship Program, the Spanish Ministry of Universities for her Margarita Salas postdoctoral fellowship, and her Ramón y Cajal contract (ref. RYC2024-048814-I), funded by the Spanish Ministry of Science, Innovation, and Universities (MICIU/AEI/10.13039/501100011033) and the European Social Fund Plus (FSE+). Z.W. and S.F. acknowledge MEXT Program (Project Grant Number JPMXP1122714694).

P1-128

Automatic analyser for mycotoxins in food based on sensor microchips using optofluidics and bioluminescence detection

Andrea Sánchez-Elvira^a, Marta García-Cortés^b, Giorgio A.M. Sala^b, Bettina Glahn-Martínez^a, Elena Benito-Peña^a, Guillermo Orellana^b

^a Department of Analytical Chemistry, Faculty of Chemistry, Complutense University of Madrid, 28040 Madrid (Spain).

^b Department of Organic Chemistry, Faculty of Chemistry, Complutense University of Madrid, 28040 Madrid (Spain).

A portable, compact optoelectronic prototype has been developed using microfluidic chips, bioluminescence, specific antibodies, mimetic peptides of targeted mycotoxins (conjugated to luciferase), magnetic microparticles, and specialized software. It can automatically, directly, and simultaneously measure the concentration of up to three mycotoxins—such as fumonisin B1 (FB1), alternariol (AOH), and cyclopiazonic acid (CPA)—in food samples. It detects mycotoxins directly in liquids and in solids after manual extraction, with detection limits as low as 100 ng/mL.

The device, unique in its nature and capabilities, has so far been successfully tested for the determination of FB1 in apple juice, although procedures have also been developed for the determination of alternariol and cyclopiazonic acid (Figure 1). Thanks to the device developed, a system is now available capable of detecting contamination by the selected mycotoxins (those mentioned or others for which specific antibodies are available) on-site, without the need to send samples to a laboratory for analysis using costly, time-consuming methods that require specialised personnel.



Figure 1. Photograph of the automatic prototype and a screenshot of the dedicated signal control and analysis software developed to simultaneously determine up to 3 mycotoxins in liquid foods.

Acknowledgments

This study was supported by the Spanish Ministry of Science, Innovation and Universities (MICIU, PID2024-158561OB-100 and PDC2023-145935-C22).

3D-Printed Phosphatidylcholine-Based Biomimetic Device for the Evaluation of Oral Bioavailability of Plastic Additives

Llucia Garcia-Moll^a, Maria Pau Garcia-Moll^b, Miquel Oliver^a, Francisco Antonio Casado-Carmona^a, Enrique Javier Carrasco-Correa^c, Manuel Miró^a

^a FI-TRACE Group, Department of Chemistry, University of the Balearic Islands, Palma (Spain)

^b Catalan Institute for Water Research (ICRA), Emili Grahit 101, Girona (Spain)

^c CLECEM Group, Department of Analytical Chemistry, University of Valencia, Valencia (Spain)

Plastic additives, such as plasticizers, UV stabilizers, and flame retardants, are released from plastic materials into environmental matrices and have become target species in human exposomics studies [1]. Assessing their oral bioavailability is critical for accurate environmental risk assessment, yet in vivo data are scarce and existing in vitro models remain poorly validated. The integration of 3D printing with biomolecules [2,3] has recently opened new avenues in streamlining in-vitro testing.

This work presents a novel 3D-printed biomimetic extraction device functionalized with phosphatidylcholine (PC), the main lipid of the intestinal membrane. The device enables in vitro evaluation of the gastrointestinal absorption of plastic additives for human risk assessment. The device consists of a modular impeller system fabricated by stereolithography. Interchangeable microperforated blades were covalently functionalized with PC. The number of blades per sample volume was adjusted to the physiologically relevant PC-to-volume ratio of the rat small intestine (0.22 mg PC mL⁻¹). Surface chemistry was monitored by FTIR-ATR and PC loading was quantified by Stewart's colorimetric method, confirming a predominantly monolayer organization.

The extraction efficiency (E, %) of the device for a set of ten plastic additives of environmental relevance was determined by LC-MS/MS in selected reaction monitoring mode. E was concentration-independent across the tested range, consistent with a microextraction equilibrium. Multiple linear regression (MLR) models were constructed combining E with physicochemical and molecular descriptors, viz., solubility (S), log P, topological polar surface area (TP_SA), aromaticity (AR), H-bonding capacity (HA) for predicting bioavailability. The best-performing model, incorporating the interaction descriptors S:AR, E:AR and TP_SA/HA, achieved a cross-validated RMSE of 8.4%, R²_{CV} = 0.929, and R² = 0.962, representing a 77% reduction in prediction error compared to a baseline mean predictor.

The proposed 3D-printed biomimetic device constitutes a versatile and low-cost analytical platform that bridges instrumental analytical chemistry and environmental toxicology. Its modular design allows straightforward adaptation to different biological membrane compositions and physiological scenarios, positioning it as a promising screening tool for the in vitro assessment of the bioavailability of emerging organic contaminants within environmental risk evaluation frameworks.

Acknowledgments: The authors acknowledge the financial support provided by the Spanish Ministry of Science, Innovation and Universities (MICIU), and the Spanish State Research Agency (AEI/10.13039/501100011033) through the project PID2024-156804OB-C33 (MICIU/AEI/FEDER,EU). Llucia García-Moll also thanks MICIU for funding an FPI-PhD scholarship (PRE2021-100217).

References

- [1] Da Costa et al. (2023). TrAC Trends Anal. Chem., 158, 116898.
- [2] Khan et al. (2025). Crit. Rev. Anal. Chem., 55, 702.
- [3] Carrasco-Correa et al. (2022). Microchim. Acta, 189, 178.

Desarrollo y validación de una plataforma analítica portátil basada en imagen digital e inteligencia artificial para la determinación *in situ* de contaminantes en agua

Sabrina Clavijo Roa^a, Natalia Galerón Rodríguez^a, Gabriel Nicolau Bestard^b, Andreu Figuerola^c, Edwin Palacio^c

^aInstitut d'Educació Secundària Josep Maria Llompart, (España)

^bInstitut d'Educació Secundària Politècnic, (España)

^cGrupo de Química Analítica Ambiental. Universitat de les Illes Balears, (España)

La vigilancia de la calidad del agua requiere métodos de análisis rápidos, fiables y económicos, tanto para organismos reguladores como para comunidades en zonas vulnerables. Sin embargo, los procedimientos analíticos convencionales, aunque precisos, presentan limitaciones importantes en tiempo, coste y portabilidad, lo que restringe su aplicabilidad en entornos de campo o regiones con recursos limitados. En este contexto, el desarrollo de sensores de bajo coste integrados con tecnologías IoT se ha identificado como una estrategia para ampliar las capacidades de monitorización remota y descentralizada [1,2]. En el presente trabajo se describe el desarrollo de una plataforma analítica portátil para la cuantificación colorimétrica de contaminantes en agua. El sistema se basa en un microordenador de placa única, como Raspberry Pi, que permite controlar una cámara, procesar las imágenes adquiridas y enviar los resultados analíticos a una base de datos remota en la nube. Este dispositivo se integra con un módulo de iluminación controlada y un soporte fijo para muestras, optimizados para garantizar condiciones ópticas reproducibles, donde un algoritmo de procesamiento de imagen extrae información cromática de reacciones colorimétricas específicas, cuya señal se transforma en concentración del analito mediante modelos de calibración convencionales y herramientas de inteligencia artificial ligera, entrenadas con imágenes de patrones y muestras reales. Los resultados se transmiten automáticamente a un servidor, donde se almacenan junto con las imágenes, los datos experimentales y la fecha de análisis. Esto permite asegurar la trazabilidad de los datos, su visualización remota y el seguimiento temporal de las medidas. La plataforma ha sido validada con analitos de respuesta colorimétrica conocida, como fosfato, nitrito y Cr(VI), comparando los resultados obtenidos con métodos de referencia de laboratorio. Esta validación ha permitido evaluar su precisión, exactitud y robustez en condiciones reales de uso.

Agradecimientos

El proyecto está financiado por el Ministerio de Educación, Formación Profesional y Deportes, a través del programa de Innovación y Transferencia de Conocimiento a la FP (2025-2026) y cofinanciado por el Fondo Social Europeo Plus (FSE+) en el marco del programa EFESO 2021-2027

Referencias

1. de Camargo, E. T., Spanhol, F. A., Slongo, J. S., et al. (2023). Low-cost water quality sensors for IoT: A systematic review. *Sensors*, 23(9), 4424.
2. Navarro-Moratalla et al. (2025). Artificial intelligence and machine learning for colorimetric detections: Techniques, applications, and future prospects. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 48, e00280.

Development of a HS-SPME GC-MS for authentication of rooibos (*Aspalathus linearis*) herbal tea

C. González, S. Rivas, C. Balderas, A.I. Ruiz-Matute, A.C. Soria

Institute of General Organic Chemistry (IQOG-CSIC), Juan de la Cierva, 3 Madrid (Spain)

The consumption of herbal teas has remarkably increased due to the growing consumer interest in natural products with beneficial health properties. Among them, rooibos (*Aspalathus linearis*) tea has gained worldwide popularity due to its unique aroma and flavor, as well as multiple bioactivities [1]. However, its protected geographical indication status and limited production have made rooibos a frequent target of adulteration with lower value species such as honeybush (*Cyclopia* sp.) [2]. Analytical methodologies for assessment of rooibos authenticity are very limited, particularly those based on evaluation of rooibos volatilome [3]. In this study, a new headspace solid-phase microextraction followed by gas chromatography–mass spectrometry (HS-SPME GC–MS) method has been developed and its feasibility for discrimination of authentic/adulterated rooibos has been determined.

After a preliminary evaluation of different sample preparation procedures and analysis conditions, 600 mg of dry ground sample placed in a 4-mL vial and a 2 cm DVB/CAR/PDMS fiber were used for SPME sampling, whereas a Zebron ZB 5ms GC column and injection at 270°C (2 min splitless) were selected for GC analysis. Then, a 3-level factorial experimental design was used for further optimization of SPME extraction conditions ($T = 60^{\circ}\text{C}$, $t_{eq} = 15$ min, $t_{ext} = 60$ min). The optimized HS-SPME GC-MS method was applied to the multicomponent characterization of commercial rooibos and honeybush samples, as well as laboratory-made blends containing 30-90% weight of honeybush. Quantitative data were analyzed by Principal Component Analysis to explore sample grouping. Pure rooibos and honeybush samples were clearly discriminated mainly due to their distinctive content of linalyl acetate, α -pinene, linalool and α -terpineol, whereas blended samples were distributed among the groups of authentic samples according to their adulteration levels. This method also proved to be highly sensitive as it allowed the detection of rooibos adulterated with less than 30% of honeybush. As a conclusion, the developed methodology meets the demand of consumers and regulatory authorities regarding the availability of a fast, easy to implement and green analytical tool to ensure the genuineness of commercial rooibos.

Acknowledgments

This work is part of the I+D+I projects CPP2023-010451 and PID2023-149799OB-C21 funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and by ERDF/EU. CBB - Staff hired under the Generation D initiative, promoted by Red.es, an organization attached to the Ministry for Digital Transformation and the Civil Service, for the attraction and retention of talent through grants and training contracts, financed by the Recovery, Transformation and Resilience Plan through the European Union's Next Generation funds.

References

1. van Wyk, B.-E. & Gorelik, B. (2017). *S. Afr. J. Bot.* 110, 18.
2. Małyjurek, Z. et al. (2024). *J. Food Compos. Anal.*, 131, 106208.
3. Malongane, F. et al. (2020). *Foods*, 9(4), 496.

Target and Non-target LC-MS Methodologies for the Evaluation of Quality and Authenticity of Green Tea Supplements

I. Luque-Jurado, M.L. Sanz, A.C. Soria, C. Balderas

Institute of General Organic Chemistry (IQOG-CSIC), Juan de la Cierva 3, Madrid (Spain)

The growing consumption of weight-loss dietary products, such as green tea (*Camellia sinensis*) supplements (GTS), has promoted their market expansion (1,2) and contributed to an increased incidence of fraudulent practices. There is therefore a need for approaches which allow the reliable assessment of the quality and authenticity of these products. Although instrumental methodologies based on liquid chromatography coupled to mass spectrometry (LC-MS), in combination with advanced data analysis, might play a crucial role to this aim, they have so far been scarcely explored (3).

In this study, LC-MS-based target and non-target strategies were developed and applied to evaluate the quality and authenticity of 15 GTS consisting of either crushed leaves or extracts. Additionally, six fresh plants separated into leaves, stems and roots were analysed and used as reference samples.

In the target approach, eleven GT characteristic compounds (L-theanine, theobromine, gallicocatechin, theophylline, epigallocatechin, catechin, caffeine, epicatechin, EGCG, GCG and ECG) were quantified against calibration curves of corresponding standards. For the non-target data analysis, Principal Component Analysis (PCA) and Partial Least Squares-Discriminant Analysis (PLS-DA) were applied as unsupervised and supervised multivariate approaches, respectively, to explore sample distribution and to identify group discriminant compounds. Selected features, based on VIP scores and Volcano plot analysis, were structurally characterized by LC-tandem mass spectrometry (LC-QToF MS/MS).

The non-target approach correctly classified all samples as leaf-derived products, while also revealed chemical differences between reference leaf extracts and supplements, partly attributable to dissimilarities in processing and formulation. In contrast, the target approach enabled the accurate quantitation of key catechins and methylxanthines, supporting label compliance evaluation and detection of atypical concentration patterns, including samples with unusually low or imbalanced catechin profiles. The combination of both LC-MS strategies provided a comprehensive framework for evaluating the authenticity and overall quality of GTS.

Acknowledgements

Grant PID2023-149799OB-C21 funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and by ERDF/EU. CB - Staff hired under the Generation D initiative, promoted by Red.es, an organization attached to the Ministry for Digital Transformation and the Civil Service, for the attraction and retention of talent through grants and training contracts, financed by the Recovery, Transformation and Resilience Plan through the European Union's Next Generation funds.

Referencias

1. Choudhury et al. (2025). www.futuremarketinsights.com/reports/green-tea-extracts-market.
2. Baladia et al. (2014). *Nutr. Hosp.*, 29, 479.
3. Sun et al. (2011). *J. AOAC Int.*, 94, 487.

P1-133

Pyrolysis-GC/MS fingerprinting of PE pellets from the Toconao spill: additives, nanoplastics and new weathering markers

Verónica Fernández-González^a, Carmen M^a Moscoso-Pérez^a, Purificación López-Mahía^a, Soledad Muniategui-Lorenzo^a

^aGroup of Applied Analytical Chemistry (QANAP), Instituto Universitario de Medio Ambiente (IUMA), Centro de Innovación Tecnológica en Edificación e Enxeñería Civil (CITEEC), Universidade da Coruña, 15071 A Coruña, Spain

The Toconao maritime accident (December 2023) released large quantities of industrial polyethylene (PE) masterbatch pellets along the Northwestern Iberian coastline. Since these primary microplastics contain a high additive load, analytically defensible interpretation requires simultaneous information on both the polymer matrix and its associated additives. In this study, double-shot thermodesorption/pyrolysis gas chromatography–mass spectrometry (TD/Py-GC/MS) was employed to characterize the chemical composition of pellets, confirm polymer identity, and diagnose structural PE backbone changes during weathering [1].

Reference pellets from unopened cargo bags and laboratory-aged materials were analysed by TD followed by pyrolysis at 600 °C. TD-GC/MS yielded a robust additive fingerprint dominated by the HALS photostabilizer Tinuvin 622, along with minor antioxidants. This provided an unambiguous chemical signature for the Toconao formulation, enabling persistence tracking during aging. The subsequent Py-GC/MS step confirmed PE as the carrier resin. Under simulated marine weathering conditions, pellets fragmented extensively, generating secondary small-micro- and nanoplastics. TD/Py-GC/MS showed that these nano-PE fragments retained Tinuvin 622 at levels comparable to pristine pellets, demonstrating that additive-containing nanoplastics can form directly from industrial precursors. Furthermore, pyrolysis revealed a systematic weathering effect on the PE marker pattern: in aged pellets and nano-PE powder the alkadiene signal exceeded the corresponding alkane signal within the marker triplets, whereas pristine pellets showed the opposite relationship. This shift in the alkadiene-to-alkane ratio is proposed as a practical Py-GC/MS indicator of weathered PE to support interpretation of environmentally aged polyolefin pyrograms.

Acknowledgments

Xunta de Galicia, Programa de Consolidación y Estructuración de Unidades de Investigación Competitiva, is acknowledged for a Grant supporting partially this work (ED431C 2025/57) partially financed with FEDER/ERDF funds; Consellería de Medio Ambiente, Territorio e Vivenda, and Laboratorio de Medio Ambiente de Galicia are also acknowledged.

References

1. Ferreiro et al. (2026). *Mar. Pollut. Bull*, 226, 119335.

P1-134

Estudio de la fotodegradación en agua de herbicidas empleados en cultivos de maíz e identificación de sus principales productos de transformación

Ana Castiñeira-Landeira^a, Sergio Sónora^{a,b}, Thierry Dagnac^b, Maria Llompart^a

^aCRETUS, Department of Analytical Chemistry, Nutrition and Food Science, Universidade de Santiago de Compostela, Santiago de Compostela, E-15782 (Spain).

^bAgronomic and Agrarian Research Centre (AGACAL-CIAM), Unit of Organic Contaminants, Apartado 10, A Coruña, E-15080 (Spain).

Aunque las normativas ambientales son cada vez más estrictas, el uso de pesticidas sigue siendo necesario para garantizar un suministro suficiente de alimentos para la creciente población mundial. En este contexto, surge la necesidad de desarrollar métodos agrícolas sostenibles que empleen pesticidas más seguros, con un menor impacto en la salud humana y minimizando los riesgos ambientales. La aplicación de estas sustancias activas en cultivos de maíz y suelos —se añade o no biochar a la parcela— puede sufrir cambios mediante procesos naturales como la fotólisis o el lixiviado, llegando finalmente a las masas de agua superficial. El objetivo de este estudio fue investigar el comportamiento fotoquímico de diferentes herbicidas en aguas, tales como rimsulfuron, nicosulfuron, florpyrauxifen-benzyl, spinosad (bioinsecticida), mesotrione e imazamox. Mediante un simulador solar, se realizaron experimentos de fotodegradación en aguas sintética y de río entre 2 y 36 horas para seguir la cinética de degradación e identificar los principales productos de transformación resultantes. Estos productos se seleccionaron basándose en datos de la EFSA y en la base de datos de propiedades de pesticidas (PPDB). Se empleó un sistema Triple TOF-HRMS con un flujo de trabajo de adquisición de datos independiente (SWATH), lo que permitió el monitoreo simultáneo de los pesticidas padres y una búsqueda no-dirigida de los productos de transformación formados durante la exposición UV. Imazamox y mesotrione fueron rápidamente degradados al 90% tras 10 h de fotólisis. Así mismo, rimsulfuron se degradó al 90 % tras 10 h de fotólisis, pero solamente en agua sintética (pH 5,5). En cambio, en agua de río (pH 8), después de 32 h de fotólisis, la proporción de rimsulfuron degradado sólo alcanzó un 60 %. Tres productos de transformación de rimsulfuron fueron detectados desde las primeras horas, manteniéndose estables a lo largo del experimento. Florpyrauxifen-benzyl sólo se degradó un 20 % después de 10 h de fotólisis y luego su concentración se mantuvo estable. Spinosad apareció degradado casi en su totalidad tras 10 h de fotólisis.

Agradecimientos: Esta investigación forma parte del proyecto PID2022-139874OR-C22, financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033 y el FEDER-UE. Este estudio se basa asimismo en la División de Química Analítica de la Sociedad Química Europea (European Chemical Society). S.S. agradece al Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades (España) por su contrato predoctoral (PREP2022-000520). A.C.L. agradece a la Xunta de Galicia por su contrato predoctoral (ED481A 2022/216).

A GC-MS profiling approach for authentication of lavender (*Lavandula angustifolia*) essential oils

C. González^a, A. Ruiz^b, N. Ortega^b, A.I. Ruiz-Matute^a, A.C. Soria^a, C. Balderas^a

^aInstitute of General Organic Chemistry (IQOG-CSIC), Juan de la Cierva 3, Madrid (Spain)

^bCHROMESSENCE, S.L., Carrer Pompeu Fabra 25, La Garriga, Barcelona (Spain)

The authentication and quality control of essential oils pose a challenge for the food, cosmetic, and pharmaceutical sectors due to their complex chemical composition and increasingly sophisticated adulteration practices [1]. Traditional approaches based on target markers are often insufficient to capture the whole variability of these matrices, particularly in cases of low-level or multi-component adulteration. In this context, Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) profiling combined with advanced data analysis has emerged as a powerful strategy, although its application to essential oils remains limited and scarcely explored [2].

The aim of this study was to develop and evaluate an analytical workflow based on GC-MS profiling and machine learning (ML) algorithms for the sensitive classification of lavender (*Lavandula angustifolia*) essential oils. A total of 128 samples, including pure and adulterated oils at different concentration levels, were analyzed by GC-MS to obtain their chemical fingerprints. Chromatographic data were processed using proprietary software within the Agilent Technologies ecosystem. The dataset was preprocessed using normalization and scaling, followed by exploratory data analysis and dimensionality reduction using Principal Component Analysis (PCA). Supervised models, including Partial Least Squares-Discriminant Analysis (PLS-DA) and Support Vector Machines (SVM), were developed and evaluated using cross-validation and independent validation. Among the models compared, SVM achieved the best classification performance, reaching an overall accuracy of 81%, higher than that of PLS-DA (75%). The highest SVM prediction accuracy was observed for pure samples (88%), with high and intermediate adulteration levels also showing good performance (84-80%). A good enough ability for the challenging discrimination of lower adulteration levels was also found (71%) by SVM. In conclusion, the results demonstrate the potential of combining GC-MS profiling with ML classification algorithms as a reliable approach for the detection of adulterated lavender essential oils within the widely variable levels found in commercial samples.

Acknowledgments

This work is part of the I+D+I project CPP2023-010451 funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and by ERDF/EU. CB - Staff hired under the Generation D initiative, promoted by Red.es, an organization attached to the Ministry for Digital Transformation and the Civil Service, for the attraction and retention of talent through grants and training contracts, financed by the Recovery, Transformation and Resilience Plan through the European Union's Next Generation funds.

References

1. Quintanilla-Casas, B. et al. (2025). *Curr. Opin. Food Sci.*, 61, 101235.
2. Yang, H. et al. (2024). *Food Chem.*, 451, 139340.

P1-136

Retirado



P1-137

Desarrollo y aplicación de una estrategia analítica para la especiación avanzada de mercurio mediante extracción alcalina y técnicas de detección complementarias

Marta Hernández-Postigo^a, Armando Sánchez-Cachero^a, María Jiménez-Moreno^a, Ángel Ríos^a y Rosa Carmen Rodríguez Martín-Doimeadios^a

^aDepartamento de Química Analítica y Tecnología de los Alimentos, Universidad de Castilla-La Mancha (España).

La incorporación de especies particuladas en los esquemas de especiación del mercurio representa uno de los retos actuales en el análisis químico avanzado, especialmente en matrices biológicas complejas. En este contexto, resulta fundamental el desarrollo de metodologías que integren la preparación de muestra con técnicas de detección complementarias, con el fin de garantizar una caracterización fiable de las distintas especies químicas del mercurio, incluidas las nanoparticuladas.

En este trabajo se presenta el desarrollo de una estrategia analítica basada en extracción alcalina combinada con diferentes técnicas de detección, como la espectrometría de masas con plasma de acoplamiento inductivo (ICP-MS), en modalidad convencional para la determinación de mercurio y selenio totales (Hg y Se) y en modo de detección individual de partículas (spICP-MS) para determinar nanopartículas de seleniuro de mercurio (HgSeNPs), y la cromatografía de gases acoplada a detección por fluorescencia atómica vía pirólisis térmica (GC-pirólisis-AFS) para la determinación de metilmercurio (MeHg), realizando todas las determinaciones a partir de un único extracto. Con el objetivo de optimizar la preparación de muestra en función del analito de interés y del tipo de información analítica requerida, se evaluaron de forma sistemática dos procedimientos de extracción alcalina basados en hidróxido de tetrametilamonio (TMAH), asistidos por ultrasonidos y por microondas.

Los estudios realizados con un material comercial de HgSe demostraron que la extracción asistida por ultrasonidos permite una recuperación cuantitativa de las nanopartículas, preservando su distribución de tamaños, lo que la hace especialmente adecuada para su caracterización mediante spICP-MS. Por su parte, la extracción asistida por microondas presentó un mejor rendimiento cuando el objetivo analítico incluye la determinación de MeHg y del contenido elemental total, permitiendo un enfoque integral de la especiación del mercurio. Asimismo, el uso de materiales de referencia certificados (DORM-2 y DOLT-3) permitió comprobar la fiabilidad de la metodología propuesta y puso de manifiesto su potencial para la caracterización de especies nanoparticuladas, incluso en ausencia de valores certificados específicos.

En conjunto, el trabajo pone de relieve la importancia del desarrollo metodológico y de la integración de técnicas analíticas en la especiación avanzada del mercurio.

Agradecimientos

Los autores agradecen a las diferentes instituciones por la financiación: PID2022-138761NB-I00, SBPLY/23/180225/000153, 2025-GRIN-38466, 2025-UNIVERS-13255 y a la red temática sobre nanociencia y nanotecnología (RED2024-153970-T).

Divergent Non-Structural Carbohydrate Dynamics in *Hass* Avocado under Cold Storage and On-Tree Maturation

María Gemma Beiro-Valenzuela^a, Irene Serrano-García^a, Sara Rodríguez-Rodríguez^a, María Virginia Moreno-Tovar^a, Antonio Martín-Reyes^a, Carmen M. Sánchez-Arévalo^a, Elena Hurtado-Fernández^b, Romina Pedreschi^c, Lucía Olmo-García^a, Alegría Carrasco-Pancorbo^a ^aUniversity of Granada, (Spain)

^bUniversidad Loyola Andalucía, (Spain)

^cPontificia Universidad Católica de Valparaíso, (Chile)

Avocado (*Persea americana* Mill.) is a climacteric fruit whose postharvest ripening is tightly linked to the metabolism of non-structural carbohydrates. In the context of increasing global demand, often met through imports, fruit is frequently subjected to prolonged refrigeration during transport, potentially modifying its biochemical composition compared to locally sourced avocados. However, the extent to which cold storage and harvest timing affect sugar profiles at edible ripeness is not yet fully elucidated.

This study compared the impact of postharvest cold storage and extended on-tree maturation on the carbohydrate composition of *Hass* avocado mesocarp. Around 125 fruits were used to simulate two supply scenarios: long-term cold storage under controlled temperature and humidity conditions, and sequential harvesting from the tree over time. At 10-day intervals, stored fruit batches were transferred to room temperature to ripen. In parallel, avocados were harvested from the tree at the same time points and ripened under identical conditions. Five time points were evaluated with five biological replicates (five fruits each). Freeze-dried mesocarp samples were extracted by ultrasound-assisted solid-liquid extraction using ethanol:water (60:40, v/v), and analysed by HILIC-MS.

Clear differences in carbohydrate composition were observed between treatments, as confirmed by multivariate analysis (PCA), which showed a distinct separation between the two groups. Refrigerated samples showed a marked increase in seven-carbon sugars, mainly perseitol and *D*-mannoheptulose. Conversely, fruit maintained longer on the tree accumulated higher levels of common hexoses, such as glucose, fructose, and sucrose. Notably, perseitol remained relatively stable during on-tree maturation but increased under cold storage, whereas *D*-mannoheptulose displayed a transient rise followed by a decline in fruit that remained longer on the tree.

These findings underline the strong influence of postharvest handling on avocado sugar metabolism, providing useful insights for optimizing supply chain strategies to preserve fruit quality.

P1-139

Natural deep eutectic solvents as green extractants for the determination of metals in environmental samples

Beatriz Gómez-Nieto^a, Lucía Abad-Gil^a, María Jesús Gismera^a, María Teresa Sevilla^a, Jesús R. Procopio^a.

^aDepartamento de Química Analítica y Análisis Instrumental, Facultad de Ciencias, Universidad Autónoma de Madrid (España)

Natural deep eutectic solvents (NADES), formed by combining natural compounds such as fatty acids, carbohydrates, and alcohols at specific molar ratios, have emerged as a new generation of green solvents in analytical chemistry due to their low toxicity, biodegradability, and tunable physicochemical properties. These solvents can be easily and cost-effectively prepared, and their main advantage lies in the wide range of possible hydrogen bond donor–acceptor combinations, which enables fine tuning of properties such as polarity and extraction capability.

In this communication, we present the application of NADES-based extraction strategies for the determination of different inorganic analytes in environmental samples, including both aqueous samples (e.g. river, sea, and tap water) and solid samples (e.g. soils and plant tissues). Different hydrophobic and hydrophilic NADES were evaluated as extraction media, considering their composition and interaction mechanisms with the target metal species. For liquid samples, hydrophobic NADES-based dispersive liquid–liquid microextraction (DLLME) or NADES-based magnetic nanofluid (MNF) microextraction methods were developed and applied for the rapid and efficient extraction and preconcentration of the analytes prior to instrumental measurement. For solid samples, hydrophilic NADES were used as alternative solvents extraction media, enabling effective metal recovery while reducing the consumption of hazardous acidic reagents. All NADES extracts were analyzed using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). The developed methodologies showed good extraction efficiencies and a significantly reduced environmental impact compared to conventional approaches, highlighting the potential of NADES as sustainable alternatives for metal determination in complex matrices.

Determinación cromatográfica del púrpura de Tiro en muestras arqueológicas y biológicas mediante HPLC-DAD

Ana Sayago^{a,b}, Jose Miguel Moreno^{a,b}, Juan Urbano ^{a,b}, Mercedes Becerra ^{a,b}, Ángeles Fernández-Recamales^{a,b}.

^aGrupo de Investigación “Análisis Agroalimentario, Salud y Economía Circular”, Facultad de Ciencias Experimentales, Universidad de Huelva. 21007 Huelva, España.

^bCampus de Excelencia Internacional Agroalimentario (CeIA3).

El púrpura de Tiro es uno de los colorantes naturales más relevantes desde el punto de vista histórico, arqueológico y químico, caracterizado por su compleja composición basada en compuestos indigoides bromados y su asociación con objetos de alto estatus en la Antigüedad¹. En este trabajo se desarrolla y valida un método analítico basado en cromatografía líquida de alta eficacia acoplada a detector de diodos (HPLC-DAD) para la determinación cualitativa y cuantitativa de estos pigmentos en matrices complejas, incluyendo muestras arqueológicas, biológicas y matrices modelo.

Se han optimizado las condiciones cromatográficas logrando una adecuada separación de compuestos indigoides estructuralmente similares. Se emplearon índigo e indirubina como patrones de referencia, obteniéndose rectas de calibrado con buena linealidad en el rango de concentración estudiado, así como límites de detección y cuantificación adecuados para el análisis de trazas. La validación del método incluyó estudios de precisión, repetibilidad interdiaria y recuperación mediante ensayos de fortificación en matrices carbonatadas. Se evaluó el efecto matriz mediante ensayos de adición estándar, evidenciando posibles fenómenos de supresión de señal, especialmente en la determinación de indirubina. Se desarrolló un procedimiento de extracción optimizado basado en dimetilsulfóxido y tratamiento por ultrasonidos, que resultó más eficaz que métodos alternativos basados en digestión ácida que pueden comprometer la estabilidad de los indigoides².

Se ha estudiado la obtención experimental de pigmentos a partir de glándulas hipobranquiales de las especies *Hexaplex trunculus* y *Bolinus brandaris*, evaluando la influencia de la luz en la formación de compuestos indigoides. Los resultados mostraron una mayor formación de índigo e indirubina bajo condiciones de iluminación, especialmente en *Hexaplex trunculus*, en concordancia con los mecanismos foto-oxidativos descritos en la bibliografía¹.

El método desarrollado presenta un elevado potencial para su aplicación en muestras arqueológicas reales, permitiendo la identificación de restos de púrpura de Tiro. Este estudio destaca la importancia de las técnicas cromatográficas en el análisis del patrimonio cultural y su contribución al avance de la química analítica aplicada a sistemas complejos.

Agradecimientos

El presente estudio se enmarca en los trabajos desarrollados en el proyecto “El arco atlántico del sudoeste hispano desde la protohistoria hasta la Tardoantigüedad: Evolución geomorfológica, ocupación litoral y sistemas portuarios” (Ref. PID2022-142778NB-I00). Proyectos Generación del conocimiento, 2022

Referencias

1. Cooksey et al. (2001). *Sci. Prog.*, 84, 171.
2. Benkendorff et al. (2015). *Mar. Drugs*, 13, 542.

P1-141

Plataformas portátiles de detección química para la monitorización descentralizada de la calidad del agua

Edwin Palacio^{a*}, Alejandra Vargas^a, Andreu Figuerola^a, Laura Ferrer^a

^aGrupo de Química Analítica Ambiental. Universitat de les Illes Balears, (España)

*edwin.palacio@uib.es

Está ampliamente reconocido que las fuentes de agua pueden contener una gran variedad de contaminantes, generalmente clasificados como contaminantes prioritarios y contaminantes emergentes. La evaluación de su presencia y de su eliminación resulta esencial para una gestión sostenible del recurso hídrico. Esta preocupación creciente pone de manifiesto la necesidad urgente de avanzar hacia una monitorización descentralizada de la calidad del agua mediante sistemas eficientes, rápidos y capaces de operar en tiempo real. Estos sistemas no solo deben garantizar un rendimiento analítico fiable, sino también alinearse con los principios de la Química Analítica Verde, mediante la minimización del uso de reactivos, la reducción de residuos y la realización de análisis *in situ* [1].

En este contexto, el presente trabajo aborda el diseño y desarrollo de plataformas portátiles de detección química para la determinación *in situ* de contaminantes ambientales específicos, con especial énfasis en el uso de materiales avanzados, materiales de origen natural y alternativas respetuosas con el medio ambiente, así como en metodologías de bajo impacto. Estas plataformas integran elementos sensores de elevada sensibilidad y selectividad, junto con químicas de superficie adaptadas, minimizando al mismo tiempo el consumo de reactivos y la generación de residuos peligrosos. Además, pueden incorporar etapas simplificadas e integradas de pretratamiento de muestra, orientadas a mejorar la accesibilidad del analito y reducir las interferencias de matriz sin recurrir a procedimientos complejos o contaminantes. Los sistemas portátiles resultantes permiten realizar el análisis directamente en el punto de muestreo, reduciendo significativamente el transporte de muestras y la demanda energética, y favoreciendo así una vigilancia ambiental más ágil, distribuida y sostenible. Asimismo, la integración de capacidades de detección basadas en la captura de imágenes y el procesamiento de datos contribuye a la democratización de las tecnologías analíticas, al ampliar el acceso a datos ambientales fiables incluso en entornos con recursos limitados. En conjunto, estas características posicionan a las plataformas analíticas de detección química presentadas en este trabajo como una solución prometedora para la monitorización continua y descentralizada de la calidad del agua, combinando robustez analítica con sostenibilidad medioambiental.

Agradecimientos

Los autores agradecen el apoyo financiero del proyecto PID2024-159827OB-I00, financiado por el Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades, a través de la Agencia Estatal de Investigación MICIU/AEI/10.13039/501100011033/FEDER, UE.

Referencias

1. Gałuszka, A, et al. (2013). The 12 principles of green analytical chemistry and the SIGNIFICANCE mnemonic of green analytical practices, *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, Volume 50, 78-84

Pre-analytical evaluation of the Colli-Pee® urine collection device and preservatives for untargeted GC-HRMS metabolomics

Rocío López-Rubio^{a,b}, Gorka Nebot-Recatalà^c, Maria Llambrich^d, Raquel Cumeras^{a,b,e}

^a Oncology Department, Institut de Recerca Biomèdica Catalunya Sud (IRBCatSud), Reus (Spain).

^b Institute of Oncology of Southern Catalonia (IOCS), Sant Joan University Hospital of Reus (HUSJR), Reus (Spain). ^c Department of Biochemistry and Molecular Biology, Universitat Rovira i Virgili (URV), Tarragona (Spain). ^d Bioinformatics and Statistics Platform, IRB Catalunya Sud (IRBCatSud), CERCA Reus (Spain). ^e Department of Electronics, Electrical and Automatic Control Engineering, Universitat Rovira i Virgili (URV), Tarragona (Spain)

Urine is a highly valuable biofluid for metabolomics due to its non-invasive collection, chemical richness and potential applicability in large-scale clinical studies. However, pre-analytical variables such as collection device, urine fraction and preservative composition may introduce analytical bias and compromise metabolomic reproducibility. In this study, we evaluated the suitability of the Colli-Pee® urine collection device and two preservatives for untargeted metabolomic analysis using gas chromatography–high-resolution mass spectrometry.

Urine samples were obtained from five healthy young adults and analyzed under five conditions: first-void urine collected using the Colli-Pee® FV-5004 device, discarded midstream urine from the same device, standard collection without preservative, and standard collection supplemented with UCM or UAS preservatives. Samples were evaluated using urine test strips, optical density at 600 nm as an indicator of microbial growth, protein-to-creatinine ratio, and untargeted GC-HRMS metabolomics. Polar metabolites were extracted using ACN:IPA:H₂O, derivatized with methoxamine and MSTFA, and analyzed on an Exactive Orbitrap GC-MS platform. Data were processed using MS-DIAL and curated in R, followed by multivariate and univariate statistical analyses.

A total of 314 metabolites were retained after blank filtering and duplicate curation. Quality control samples clustered tightly in PCA, supporting analytical reproducibility. UCM showed minimal impact on the urinary metabolome, with only 8 metabolites showing significant differences compared with non-preserved urine. In contrast, UAS caused a marked metabolomic disruption, affecting 59 metabolites, corresponding to approximately 18% of the detected profile. UAS also interfered with colorimetric protein/creatinine assessment, whereas UCM did not. Comparison between Colli-Pee® first-void urine and discarded midstream urine showed only 4 significantly altered metabolites, suggesting that the device and urine fraction had limited impact on the metabolomic profile. Colli-Pee® samples also showed optical density values comparable to discarded urine, with no evidence of infection-related interference.

Overall, these preliminary results support the use of Colli-Pee® for urine metabolomics and identify UCM as a compatible preservative for untargeted GC-HRMS analysis. Conversely, UAS is not recommended for metabolomic applications due to its substantial impact on the detected metabolome. Larger validation studies are warranted to confirm these findings and support standardized urine collection protocols for clinical metabolomics.

Acknowledgments

This study has been funded by Instituto de Salud Carlos III (ISCIII) through the project PI24/00794 and co-funded by the European Union. The *Miguel Servet* Program from ISCIII supported R.C. (CP25/00036). The technical program staff from Spanish State Research Agency (AEI) supported M.L. (PTA2023-023401).

P1-143

Vertical Distribution of Emerging Contaminants in the Spanish Mediterranean Sea via LC-HRMS Suspect Screening

David Alcaide-Benavides^{a,b}, Marta Llorca^a and Marinella Farré^a

^a Institute of Environmental Assessment and Water Research, C/ Jordi Girona, 18-26, 08034, Barcelona, Spain

^b Doctoral Program in Analytical Chemistry and Environmental Science, Dep. Of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, University of Barcelona, 08028 Barcelona, Spain

Emerging contaminants are increasingly recognized as pervasive chemical stressors in marine environments due to their continuous release from urban, industrial, and consumer-related sources¹. Understanding how these compounds vary with depth is essential to assess their transport, persistence, and potential ecological impact. The Mediterranean Sea, a semi-enclosed basin subjected to intense anthropogenic pressure, is particularly vulnerable to the accumulation, transport, and persistence of these compounds. In this study, a suspect screening approach based on liquid chromatography–high-resolution mass spectrometry (LC-HRMS) was employed to investigate the occurrence and spatial distribution of emerging contaminants in coastal and offshore waters of the Spanish Mediterranean Sea. Water samples (2 L, n = 3 per site) were extracted using solid-phase extraction (SPE) and analyzed on an Orbitrap Eclipse Tribrid mass spectrometer. Compound annotation and data processing were performed with Compound Discoverer 4.0, enabling the detection of a broad range of contaminants and the identification of depth- and region-specific chemical signatures^{1,2}.

In total, 771 features were tentatively identified as chemical contaminants at level 2 of confidence, including natural products and degradation by-products, which were confirmed through exact-mass accuracy and MS² fragmentation patterns using online databases and in-house spectral libraries. Four distinct depths were investigated—surface waters, the Deep Chlorophyll Maximum (DCM), the 1000-meter layer, and bottom waters—to characterize how contaminant occurrence varies throughout the water column. Surface waters contained the highest number of detected compounds, reflecting their direct exposure to anthropogenic inputs. The DCM and bottom layers showed comparable levels of chemical diversity, indicating similar degrees of contaminant transfer from the upper ocean. In contrast, the 1000-meter layer exhibited substantially fewer compounds, consistent with the limited efficiency of vertical transport mechanisms linking the surface to the deep Mediterranean Sea. Target analysis of plastic additives supports what appears to be the dominant vertical pattern across most stations. At Station 1DCMhyl phthalate exemplifies this trend, with concentrations highest at the surface (0.23 µg/L) and decreasing markedly at the DCM (0.04 µg/L) and 1000 m (0.03 µg/L), followed by a moderate increase in bottom waters (0.11 µg/L). Overall, this work reveals clear depth-dependent patterns in the occurrence of emerging contaminants across the Mediterranean Sea, emphasizing the need for continued monitoring to better understand their sources and environmental behavior.

Acknowledgments

This work was supported by ONE-BLUE project (HORIZON-CL6-2023-ZEROPOLLUTION-01 Ref No. 101134929). All scientific contributions made in this project are owned and approved solely by the authors.

References

1. Vega-Herrera A., Llorca M, Savva K, León VM, Abad E and Farré M (2021). Mar. Sci. 8:697424
2. Savva K., Borrell X., Moreno T., Pérez-pomeda I., Barata C., Llorca M and Farré M. (2023). Chemosphere, 313, Article 137494.

Evaluation of the structural stability of therapeutic proteins using FTIR-ATR against stress conditions

Pilar Baena^a, Antonio Salmerón García^b, José Cabeza Barrera^b, Natalia Navas Iglesias^a

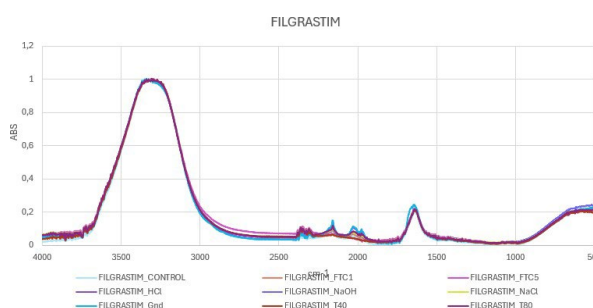
^aDepartamento de Química Analítica e Instituto Biosanitario de Granada ibs.Granada, Facultad de Ciencias, Universidad de Granada, Granada, España

^bFarmacia Hospitalaria e Instituto Biosanitario de Granada ibs.Granada, Hospital Universitario Clínico San Cecilio, Granada, España

Therapeutic proteins represent a key group of biotechnological medicines, whose structural behavior directly influences their stability, efficacy, and safety. From an analytical perspective, the structural/conformational characterization of these biopharmaceuticals constitutes a challenge, especially given the need for rapid, non-destructive techniques with minimal sample preparation. During formulation, storage, and handling processes, these biopharmaceuticals may be subjected to different types of physicochemical stress that induce conformational changes, aggregation, or denaturation. In this context, Attenuated Total Reflectance-Fourier Transform Infrared (FTIR-ATR) spectroscopy has established itself as a rapid and non-destructive analytical technique for studying the secondary structure of proteins through the analysis of amide bands.

The objective of this work is to evaluate the utility of FTIR-ATR as an analytical technique to assess the structural stability of different therapeutic proteins subjected to environmental stress factors. A monoclonal antibody (infliximab) and a recombinant protein (filgrastim) are presented here. FTIR-ATR spectra were recorded in the range of 400 to 4000 cm^{-1} , which includes the Amide I and Amide II bands, directly related to the secondary structure of proteins. Control samples and samples exposed to (i) thermal stress (40 and 80°C), (ii) mechanical agitation, (iii) pH variations (HCl and NaOH), (iv) freeze-thaw cycles, and (v) the denaturing agents (guanidine) were analyzed.

The analysis of the results (filgrastim spectra in the Figure) indicated that the tested stress conditions had no significant impact on either the position or the shape of the spectra, suggesting high stability in accordance with previous studies¹. The presence of guanidine (positive degradation



control) resulted in the broadening and shifting of the Amide I band toward lower wavenumbers, compatible with denaturation processes of the tertiary and secondary structure and structural reorganization².

These preliminary results highlight the utility of FTIR-ATR as an analytical tool for evaluating the conformational stability of therapeutic proteins, as it demonstrates relevant differences in the structural response to stress between biopharmaceuticals of different nature and complexity. These results underscore the potential of FTIR-ATR as a complementary tool in analytical control and biopharmaceutical development.

[1] Hermosilla et al. (2019). *BioDrugs*, 33, 193.

[2] Tiernan et al. (2020). *Spectrochim. Acta A Mol. Biomol. Spectrosc.*, 241, 118636.

Empleo de sorbentes mixtos en microextracción dispersiva por sorción sobre barra agitadora miniaturizada para la determinación de metabolitos del microbioma intestinal en muestras de plasma

Cristian Azorín^{a,b}, Sara R. Fernandes^{b,c}, Luisa Barreiros^{b,c}, **Juan L. Benedé^a**, Alberto Chisvert^a, Marcela A. Segundo^b

^aGICAPC, Departamento de Química Analítica, Universidad de Valencia (España)

^bLAQV, REQUIMTE, Departamento de Ciencias Químicas, Facultad de Farmacia, Universidad de Oporto (Portugal)

^cESS, Politécnico de Oporto (Portugal)

Los metabolitos de la microbiota intestinal han ganado interés bioanalítico debido a su implicación en numerosos procesos fisiológicos y patológicos [1]. Sin embargo, muchos de estos compuestos son altamente polares y se encuentran en bajas concentraciones en matrices biológicas complejas, lo que dificulta su determinación. En esta comunicación se presenta un método analítico para la determinación simultánea de tres metabolitos del microbioma intestinal relacionados con el eje intestino-cerebro (trimetilamina N-óxido (TMAO), fenilacetilglutamina (PAG) y 4-etilfenil sulfato (EPS)) en plasma humano. El método se basa en la microextracción dispersiva por sorción sobre barra agitadora miniaturizada (mSBSDME) seguida de cromatografía de líquidos acoplada a espectrometría de masas en tándem (LC-MS/MS) [2]. Se empleó un material sorbente magnético formado por nanopartículas magnéticas de ferrita de cobalto incrustadas en una mezcla de sorbentes comerciales (intercambio catiónico de modo mixto y equilibrio hidrofílico-lipofílico, CoFe₂O₄-MCX+HLB), dada su afinidad con los analitos. Bajo las condiciones optimizadas, el método fue validado y mostró buenas características analíticas: linealidad (al menos hasta 1000 ng mL⁻¹), límites de detección (22, 2 y 9 ng mL⁻¹ para TMAO, PAG y EPS, respectivamente), repetibilidad (RSD ≤10 %) y precisión (91-101 %). Además, se obtuvieron recuperaciones relativas entre el 84 y el 104 %, mostrando un efecto matriz insignificante usando patrones deuterados como patrón interno. Esta metodología se aplicó a muestras clínicas, permitiendo por primera vez determinar rápidamente estos metabolitos en un solo análisis.

Agradecimientos

Este trabajo fue financiado a través de FCT/MECI (UID/50006/2025). C.A. agradece al Ministerio de Universidades de España por la ayuda predoctoral y de movilidad (FPU19/04239 y EST23/00601). S.R.F. agradece a FCT y ESF (Norte 2020) las ayudas predoctorales (SFRH/BD/130948/2017 y COVID/BD/152406/2022). L.B. agradece la financiación FCT bajo DL 57/2016. Los autores agradecen a B. Sampaio-Maia (proyecto Microbi-A) la provisión de muestras de plasma.

Referencias

1. Cryan et al. (2019). *Physiol. Rev.*, 99, 1877.
2. Azorín et al. (2026). *Anal. Bioanal. Chem.*, 418, 2641.

Evaluación de la eliminación de microcontaminantes en estaciones depuradoras de aguas residuales mediante cromatografía líquida-espectrometría de masas en tándem

Iago Riveiro^a, Javier López-Vázquez, José Benito Quintana ^a, Rosa Montes ^a, Rosario Rodil ^a

^a iARCUS, Instituto de Investigación del Medio Acuático para Una Salud Global, Universidade de Santiago de Compostela, España

La nueva Directiva Europea relativa al tratamiento de aguas residuales urbanas (DARU)¹ ha introducido nuevos requisitos para el control de microcontaminantes en los efluentes de estaciones depuradoras de aguas residuales (EDAR). Esto ha puesto de manifiesto la necesidad de contar con métodos analíticos simples capaces de determinar estos compuestos de forma fiable, a bajas concentraciones y en matrices complejas. En este trabajo se aborda el desarrollo de un método de cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas en tándem (LC-MS/MS) para la determinación simultánea de los 12 compuestos indicadores incluidos en la lista de la Directiva, así como de otros 44 compuestos presentes en normativas relacionadas con la calidad del agua y listas de vigilancia y su aplicación para la evaluación de la eliminación de estos compuestos en 4 EDARs que no cuentan con tratamientos cuaternarios.

La metodología desarrollada se basa en la inyección directa de las muestras, tras un paso de filtración, en un sistema LC-MS/MS con analizador de triple cuadrupolo. La validación del método mostró un buen desempeño analítico, con valores de exactitud entre el 80 y el 120%, valores de RSD inferiores al 15% y límites de cuantificación, en la mayoría de los casos, por debajo de 20 ng/L. Una vez validada, esta metodología se aplicó a muestras compuestas de 48 h, recogidas en distintos puntos de las EDARs, con el objetivo de evaluar la eficiencia de eliminación de los compuestos seleccionados. Los resultados obtenidos muestran que para los 12 compuestos indicadores de la DARU no se alcanzan las tasas de eliminación establecidas. En general, las eliminaciones están en el rango 5-30%, siendo los tratamientos primario y secundario los que presentan mayor tasa de eliminación. Además, para algunos compuestos se observó un aumento de concentración, principalmente durante el tratamiento secundario. Mediante la realización de estudios de desconjugación enzimática se apreció que este hecho parece estar relacionado con la degradación de metabolitos de fase II durante el tratamiento de las aguas para dar lugar al compuesto original.

En conjunto, los resultados apuntan a que los tratamientos convencionales actualmente aplicados en EDAR no son eficaces para eliminar estos contaminantes, lo que refuerza la necesidad de incorporar tratamientos cuaternarios, tal y como propone la Directiva.

Agradecimientos: Esta investigación está cofinanciada por la Unión Europea a través del Programa Interreg VI-A España-Portugal (POCTEP) 2021-2027.

Referencias

1. European Commission et al. (2024). Off. J. Eur. Union, L3019

Carbonate Esters as Greener Alternatives to Acetonitrile in Reversed-Phase Liquid Chromatography

Xavier Subirats, Paula Garcia-Yagüez, Jhoselin D. Ortuño-Acuña, Martí Rosés

Department of Analytical Chemistry and Institute of Biomedicine (IBUB), University of Barcelona (Spain)

The widespread use of acetonitrile as an organic modifier in reversed-phase liquid chromatography (RPLC) raises increasing concerns related to toxicity and environmental impact. These issues have motivated the search for greener alternatives that maintain chromatographic performance while reducing health and environmental risks. In this context, carbonate esters, characterized by low toxicity, biodegradability, and favorable environmental credentials, have emerged as promising candidates¹. Their application in RPLC, however, is challenged by their relatively high viscosity and by the need for an alcohol cosolvent to ensure monophasic mobile phases when mixed with water.

This work proposes a general procedure for evaluating sustainable alternatives to acetonitrile in RPLC employing C18 stationary phases. The approach is based on the chemometric analysis of Kamlet–Abboud–Taft (KAT) solvatochromic parameters and the Hildebrand solubility parameter (δ_H), combined with a simplified experimental strategy for applying the Abraham solvation parameter model through the rapid estimation of system coefficients without requiring a large and diverse solute set².

On the one hand, KAT parameters provide a physically meaningful framework for rationalizing solvent effects on solute behavior, accounting for solvent dipolarity/polarizability (π^*), hydrogen-bond donating ability (acidity, α), and hydrogen-bond accepting ability (basicity, b). This description is conveniently complemented by δ_H , which reflects the cohesive energy density of the solvent and the strength of solvent–solvent interactions. On the other hand, the Abraham model provides a mechanistically meaningful interpretation of retention and selectivity differences arising from changes in mobile phase composition, accounting for dispersion interactions, dipolarity/polarizability, hydrogen-bond acidity and basicity, and solute size effects.

Replacing acetonitrile with carbonate esters in hydro-organic and alcohol-based mobile phases resulted in retention behavior generally comparable to that observed in conventional acetonitrile–water systems. Although most retention characteristics and solvation parameters remained consistent between both solvent families, differences in selectivity were observed at high organic modifier contents and in the absence of water. In this context, analysis of solute–solvent interactions in carbonate ester and acetonitrile mobile phases indicates that differences in polarity and hydrogen-bonding capacity play a key role in modulating chromatographic retention.

From a green-chemistry perspective, these results support the potential of carbonate esters as viable alternatives to acetonitrile. Their use in mobile phases, particularly in combination with low-toxicity alcohols such as ethanol, may contribute to safer and more environmentally responsible chromatographic practices.

Acknowledgments

This work was supported by Grant PID2023-150245 NB-I00 funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033/ and by FEDER A way to make Europe.

References

1. Berthod et al. (2025). *Anal. Chim. Acta*, 1373, 344471.
2. Redón et al. (2023). *Anal. Chim. Acta*, 1277, 341672.

Integrative multi-omics profiling identifies distinct metabolic phenotypes in colorectal cancer.

Silvia Marin^{a,b,c}, David López-Blanco^{a,b,c}, Sergi Pujol-Rigol^{a,b,c}, Carles Foguet^{a,d}, Miriam Tarrado-Castellarnau^{a,b,c}, Josep J. Centelles^{a,b,c}, Pedro de Atauri^{a,b,c}, Sergio Madurga^{e,f}, Marta Cascante^{a,b,c}

^a Department of Biochemistry and Molecular Biomedicine, Faculty of Biology, University of Barcelona (UB), (Spain). ^b Institute of Biomedicine of University of Barcelona (IBUB), (Spain). ^c Network Center for Hepatic and Digestive Diseases (CIBEREHD), National Spanish Health Institute Carlos III (ISCIII), (Spain). ^d Cambridge Baker Systems Genomics Initiative, Department of Public Health and Primary Care, University of Cambridge, (United Kingdom). ^e Department of Material Science and Physical Chemistry, Faculty of Chemistry, University of Barcelona (UB), (Spain). ^f Research Institute of Theoretical and Computational Chemistry of University of Barcelona (IQTUB), (Spain)

Colorectal cancer (CRC) is among the most frequent cancers worldwide and the second leading cause of cancer-related deaths in Western countries. In the last few decades, significant progress in survival has been achieved with the use of chemotherapy and targeted agents. However, despite high initial response rates, many CRC patients eventually succumb due to disease progression and metastatic CRC (mCRC). Metabolic reprogramming has emerged as a promising target for cancer therapy; however, the wide heterogeneity of metabolic phenotypes among CRC patients requires a more precise understanding of tumor-specific metabolic reprogramming to predict the most effective metabolic targets for combination therapies.

In this study, we integrated experimental metabolic measurements (including exchange fluxes, intracellular metabolomics) and transcriptomic profiles from eight CRC cell lines, together with transcriptomic and large-scale CRC patient cohort data. For the cell lines, the experimental data were incorporated into central carbon metabolism models to estimate core metabolic flux distributions. For the patient samples, genome-scale metabolic models (GSMMs) were generated from transcriptomic data. Through an integrative computational and statistical framework, we identified two distinct metabolic subgroups within CRC, characterized by distinct metabolic features divergent bioenergetic capabilities. We further validated these subgroup-specific vulnerabilities using targeted metabolic inhibitors which demonstrated differential efficacy correlated with the predicted metabolic profile of each cell line.

Altogether, our results demonstrate the existence of distinct metabolic phenotypes in CRC that predict differential sensitivity to metabolic drugs, thus opening new avenues for CRC treatments tailored to patient-specific metabolic subtypes.

Acknowledgments

This work has been supported by: Ministerio de Ciencia e Innovación, Agencia Estatal de Investigación 10.13039/501100011033 (PID2020-115051RB-I00 and PID2023-150539OB-I00); Centro de Investigación Biomédica en Red en Enfermedades hepáticas y digestivas (CB17/04/00023) from the Instituto de Salud Carlos III (co-financed by the European Development Regional Fund “A Way to Achieve Europe”); and ICREA foundation (ICREA-Academia-2021 to MC) of Generalitat de Catalunya.

P1-149

Accelerating Drug Stability Studies: Comparison using HPLC Between Conventional and Mechanochemical Stress

Ana Lobo-González^{a,c}, Marta Agúndez^a, Helmut Buschmann^b, Norbert Handler^b, Elena González-Peñas^c, Elena Lizarraga^c,

^a Ardena Pamplona S.A. Analytical Services Department. (Navarra) (Spain)

^b RD&C Research, Development and Consulting, (Vienna)(Austria)

^c Universidad de Navarra. Faculty of Pharmacy and Nutrition. Pharmaceutical Sciences Department (Navarra) (Spain)

Stability testing is a cornerstone of regulatory submissions, used to establish shelf-life, packaging strategies, and formulation robustness. As regulatory agencies demand ever more robust stability data, drug developers face mounting pressure to generate degradation profiles earlier in development, using less material and within shorter timeframes. Stress testing offers a fast route to identifying degradation products and validating analytical methods. APIs and DPs are typically exposed to: thermal stress (e.g., 40–70 °C), humidity (e.g., 40 °C/75% RH), acidic and basic hydrolysis, oxidative conditions (e.g., 3–6% H₂O₂) and photolysis. Testing durations commonly exceed 14 days. Moreover, traditional stress testing often involves solution-based conditions, which can generate degradation pathways that do not reflect solid-state product behavior. For instance, in the case of ibuprofen, these conventional methods produce minimal degradation (<5%), limiting their value for impurity profiling and stability prediction.

We have evaluated a solid-state degradation platform driven by mechanochemistry as an alternative for stress testing. This technology can simulate stress environments (acidic, basic, oxidative, neutral) by ball milling drug substances or formulations with dry-phase catalysts—completely solvent-free. This evaluation, using ibuprofen as a model compound, compared conventional ICH-recommended stress testing with mechanochemistry-enabled solid-state degradation, applied to both the active pharmaceutical ingredient (API) and the drug product (DP) formulation.

Literature shows that ibuprofen requires harsh conditions or long reaction times to achieve relevant degradation and it is prone to oxidative degradation in the solid state. In the conventional setup, ibuprofen samples (API and DP) were subjected to oxidative stress with 3% and 6% hydrogen peroxide for 14 days. Conversely, using the solid-state platform, ibuprofen, (API and DP) was subjected to Oxone[®] and potassium permanganate (50:50), for 10 and 30 min of milling and under solvent-free conditions. Following treatment, all samples were analyzed by HPLC-UV to quantify degradation levels and identify impurity profiles.

This study demonstrates that this new approach achieves ICH-recommended degradation in minutes and reveals impurity pathways not observed with conventional testing. Therefore, it provides an innovative tool to enhance agility and informed decision-making across drug development, especially in validating stability-indicating analytical HPLC methods. Moreover, this approach, based on mechanochemistry, offers a powerful and efficient alternative for solid-state stress simulation, providing rapid insight into degradation pathways under realistic, solvent-free conditions.

Acknowledgements:

Government of Navarra, grants for industrial PhD students 2026.

Development and validation of an isotope-dilution LC-(ESI)MS/MS method for the determination of DNA methylation levels in *Chlamydomonas reinhardtii*

Adriana González Gago^a, Gustavo Moreno^b, Silvia Queipo^a, Juan Manuel Marchante^a, Jesús Pascual^c, Luis Valledor^c, José Ignacio García Alonso^a

^aUniversidad de Oviedo, Departamento de Química Física y Analítica. Avda. Julián Clavería 8, 33006, Oviedo (España).

^bUniversidad Complutense de Madrid (ROR 0290gd045). Facultad de Ciencias Químicas. Ciudad Universitaria, 28040, Madrid (España)

^cUniversidad de Oviedo, Departamento de Biología de Organismos y Sistemas. Calle Catedrático Rodrigo Uría, 33006 Oviedo, España.

The determination of DNA methylation is a key tool in epigenetics and is gaining increasing importance due to its role in human pathologies as well as in gene regulation, development, and environmental responses in plants. In this work, an analytical methodology based on isotope dilution mass spectrometry (IDMS) was developed for the quantification of methylated and non-methylated cytidine and adenosine in *Chlamydomonas reinhardtii*, a photosynthetic green microalga. Genomic DNA was isolated from *Chlamydomonas reinhardtii* cells. The extracts were then hydrolyzed and spiked with ¹³C-labelled nucleosides as tracers for IDMS quantification. Methylated and non-methylated nucleosides were separated using a reversed-phase UPLC column and detected by tandem MS in the MRM mode to improve selectivity and sensitivity. The developed methodology was validated for DNA sample sizes of 100 ng and 1 µg. Precision, expressed as RSD (%) was below 4 % for all analytes except methylated adenosine at the 100 ng sample size. Satisfactory recoveries were obtained for all the sample sizes evaluated. Overall, the developed IDMS-based quantification method provides a reliable, sensitive, and selective approach for the accurate quantification of DNA methylation in *Chlamydomonas reinhardtii*. The method ensures traceability and robustness even for very low DNA amounts, making it a valuable tool for epigenetic studies in photosynthetic organisms.

Acknowledgments

Project PID2024-159562NB-I00 financed by MCIU / AEI / 10.13039/501100011033 / FEDER, UE is acknowledged.

P1-151

Enhanced spectral accuracy of GC-TOF-MS measurements in ^{13}C -metabolic flux analysis of cancer cell line cultures

Daniela Pineda-Cevallos^{ac}, Pablo Rodríguez-González^{ac}, David Hevia Sánchez^{bc}, Sergio Alcón-Rodríguez^{bc}, Juan C. Mayo^{bc}, J. Ignacio García Alonso^{ac}.

^aDepartment of Physical and Analytical Chemistry. Faculty of Chemistry. University of Oviedo. (Spain).

^bUniversity Institute of Oncology (IUOPA). University of Oviedo (Spain).

^c Instituto de Investigación Sanitaria del Principado de Asturias (ISPA) (Spain).

The use of ^{13}C -labelled substrates combined with ^{13}C -metabolic flux analysis (^{13}C -MFA) enables quantitative reconstruction of metabolic networks through measurement of mass isotopologue distributions (MIDs) [1]. The accuracy of this approach depends on the MID measurement of natural or partially labelled metabolites by mass spectrometry. Gas chromatography coupled to high-resolution time-of-flight mass spectrometry (GC-TOF-MS) offers enhanced chromatographic resolution and broad metabolic coverage, however, it can produce biased MIDs, particularly for silicon-containing derivatives commonly used in GC-based metabolomics. In this work, we demonstrate that MIDs deviations from theoretical values originate from the partial resolution of the isotopic fine structure of silicon containing derivatives.

This work presents an analytical strategy based on the extraction of chromatographic signals from the area of the m/z peak profiles using a defined mass window to effectively captures the full isotopic fine structure. Validation experiments using gravimetrically prepared mixtures of natural and labelled metabolite standards were performed to demonstrate the robustness of our approach across a wide range of isotopic enrichments. We finally applied this methodology to the analysis of intracellular metabolites from prostate cancer cell cultures incubated in the presence of $^{13}\text{C}_6$ -glucose. All measurements were compared with the procedure developed previously in our laboratory based on GC-Q-MS [2].

Acknowledgments

Daniela Pineda-Cevallos acknowledges the Principality of Asturias, Spain, for their financial support through the Severo Ochoa scholarship ref. BP22-061 and the financial support offered by ISPA and FINBA through the ISPA 2022 intramural scholarship. Project PID2024-159562NB-I00 financed by MCIU / AEI / 10.13039/501100011033 / FEDER, UE.

References

1. Jang et al. (2018). *Cell*, 173, 822.
2. Fernández-Fernández et al. (2017). *Anal. Chim. Acta*, 969, 35.

P1-152

Aplicación de un innovador ferrofluido compuesto por tóner magnético y una mezcla eutéctica natural para análisis multielemental en muestras de agua

Natalia Castillo-Adrover, Sergio J. Abellán-Martín, Miguel Ángel Aguirre, Lorena Vidal, Antonio Canals

Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología e Instituto Universitario de Materiales, Universidad de Alicante, P.O. Box 99, 03080 Alicante (España)

La contaminación de aguas por metales pesados constituye un desafío ambiental debido a la elevada peligrosidad y persistencia en el medioambiente de estos analitos. Por ello, es fundamental su monitorización y el desarrollo de técnicas analíticas sensibles que permitan cuantificar estos analitos, así como metodologías de preparación de muestra que permitan minimizar los efectos de matriz y preconcentrar los analitos. En este contexto, el uso de ferrofluidos representa una ventaja significativa, ya que permite la separación de fases mediante un campo magnético, eliminando la necesidad de una etapa de centrifugación [1]. Además, si se encuentra compuesto por una mezcla eutéctica natural (NEM), el ferrofluido funciona como un agente extractante, optimizando la recuperación de los analitos [2].

En este trabajo, se ha desarrollado un método analítico basado en microextracción líquido-líquido dispersiva asistida por vórtex (VA-DLLME), empleando un ferrofluido compuesto por una mezcla eutéctica natural (NEM) (timol: cumarina) y partículas magnéticas de tóner, con posterior determinación mediante ICP OES. Asimismo, ha sido necesario incluir una etapa de retroextracción con HCl para garantizar la compatibilidad con el sistema de introducción de muestra del ICP OES.

Bajo las condiciones optimizadas, el método presenta límites de detección entre 0,12-3 $\mu\text{g kg}^{-1}$ y límites de cuantificación entre 0,4-10 $\mu\text{g kg}^{-1}$. La repetibilidad, estudiada a dos niveles (200 y 400 $\mu\text{g kg}^{-1}$), es inferior al 10 %, mientras que la veracidad, evaluada mediante material de referencia, muestra valores de recuperación entre el 91 y el 109 %, evidenciando la ausencia de efectos de matriz significativos. Finalmente, el método se ha aplicado a diferentes tipos de matrices acuosas, incluyendo muestras de aguas residual, agua regenerada y agua no potable para uso doméstico. El análisis de este tipo de muestras junto con estudios de fortificación, confirman la aplicabilidad del método.

Agradecimientos

Los autores desean agradecer el apoyo económico recibido por la Generalitat Valenciana (CIPROM/2021/062, INVEST/2022/70) y por el Ministerio de Ciencia e Innovación de España (PID2021-126155OB-I00).

Referencias

1. González-Martín et al. (2022). *Sep*, 8 (4), 47.
2. Shishov et al. (2017). *Microchem. J.*, 135, 33.

P1-153

“DAP5 Depletion Disrupts Metabolic Pathways Associated with Metastatic Cancer”

Columba de la Parra ^{a, b}

^a Department of Chemistry, Herbert H. Lehman College, City University of New York, New York, New York, USA

Affiliation, (Country)

^b Ph.D. Programs in Chemistry, Biochemistry, and Biology, City University of New York, New York, New York, USA

The protein Death-Associated Protein 5 (DAP5), also known as eIF4G2, NAT1, or p97, is a ubiquitously expressed non-canonical translation initiation factor (1). DAP5 has been implicated in cancer progression, but its role in metabolic regulation remains unclear. Together with its binding partner, eukaryotic initiation factor (eIF) 3d, DAP5 enables an alternative form of cap-dependent mRNA translation that is independent of mechanistic target of rapamycin complex 1 (mTORC1) and eIF4E (2). DAP5 is highly resistant to degradation under oxidative stress and mediates the selective translation of approximately 20% of mRNAs, including those involved in cell migration, survival, differentiation, and metabolism (3). This study aimed to further investigate the metabolic consequences of DAP5 depletion in cancer cells. Targeted metabolomic profiling was performed using tandem liquid chromatography coupled with mass spectrometry (LC-MS), focusing on 178 named metabolites associated with cancer cell metabolism. Among these, 121 metabolites were consistently detected across all six samples, including three biological replicates each of shNsi and shDAP5 cells. Principal component analysis demonstrated distinct clustering between the control and DAP5-silenced groups, indicating clear metabolic differences. Of the 121 detected metabolites, 24 were significantly altered following DAP5 silencing ($p < 0.05$). Notably, DAP5 depletion reduced levels of several nucleotide cofactors essential for energy metabolism, including ADP, ATP, CTP, GTP, UTP, and NAD. Pathway analysis of the significantly altered metabolites further revealed disruption of amino acid synthesis, nucleotide synthesis, and sugar metabolism, which are pathways commonly enriched in metastatic and advanced-stage cancers. These findings suggest that DAP5 plays an important role in regulating metabolic programs linked to cancer progression. Ongoing studies are validating key DAP5-associated metabolic targets by immunohistochemistry in metastatic triple-negative breast cancer tumor biopsies.

References

1. de la Parra C, Walters BA, Geter P, Schneider RJ. Translation initiation factors and their relevance in cancer. *Curr Opin Genet Dev.* 2018;48:82–8.
2. de la Parra C, Ernlund A, Alard A, Ruggles K, Ueberheide B, Schneider RJ. A widespread alternate form of cap-dependent mRNA translation initiation. *Nat Commun.* 2018;9(1):3068.
3. Volta V, Pérez-Baos S, de la Parra C, Katsara O, Ernlund A, Dornbaum S, et al. A DAP5/eIF3d alternate mRNA translation mechanism promotes differentiation and immune suppression by human regulatory T cells. *Nat Commun.* 2021;12(1):6979.

Analytical Challenges in the Determination of Bis-Conjugated Steroids in Biological Fluids

Montserrat Montané-García^{a*}, Malcolm D. MacLeod^b, Óscar J. Pozo^a, Olha Khymenets^{a,c}

^aApplied Metabolomics Research Group, Hospital del Mar Research Institute, Barcelona.

^bResearch School of Chemistry, Australian National University, Canberra, (Australia).

^cCIBER on Physiopathology of Obesity and Nutrition, Instituto de Salud Carlos III, Madrid.

Introduction: Bis-conjugated steroids are phase II metabolites formed by two sequential conjugation reactions. Unlike mono-conjugated steroids, which can re-enter the biotransformation circuit, bis-conjugates may reflect the cumulative production of steroid hormones, offering a new perspective for biomarker discovery. Despite this potential, they remain largely understudied due to substantial analytical challenges such as (i) the need of separation of several stereoisomers, (ii) their poor chromatographic behavior in common reverse phase chromatography, (iii) the presence of two ionizable conjugated moieties (sulfate and/or glucuronide) or (iv) the unavailability of analytical standards. These challenges defined the analytical framework addressed in this work.

Objectives: First, to optimize the LC-MS/MS detection of bis-sulfated (SS) and mixed sulfate-glucuronidated (SG) steroids, the main bis-conjugated steroid metabolites in biological fluids. Second, to develop a method for bis-conjugated steroid profiling and to evaluate its performance in samples from studies focused on steroid metabolism.

Methodology: A set of synthesized bis-conjugated steroid standards was used to optimize the LC-MS/MS conditions for the determination of these metabolites. Key physicochemical factors affecting chromatographic separation were evaluated and optimized to improve the resolution of highly polar isomers. MS/MS behavior for doubly charged precursor ions was studied to create a constant ion loss (CIL) approach for the untargeted detection of both SS and SG. A LC-MS/MS method was developed and used for the detection and relative quantification of major urinary bis-conjugated steroids.

Results: Optimization of mobile phase composition (25 mM ammonium formate, pH 6.2), column temperature (30 °C), and acetonitrile content enabled efficient chromatographic separation of SS and SG isomers within a 20-minute run. Based on common MS/MS fragmentation behavior (CIL of m/z 97 and m/z 175 for SS and SG, respectively), a CIL method was created. A targeted LC-MS/MS method capable of determining more than 20 SS and 10 SG in urine was developed and applied to urine samples from steroid metabolism studies provided novel insights into the research potential of these steroid metabolites.

Conclusions: The developed methodological approach provides a valuable tool for comprehensive study of advanced phase II steroid metabolism and highlights the informative potential of bis-conjugated steroids in physiological and clinical context.

Funding: The European Research Council (ERC) under the European Union's Horizon 2020 Research and Innovation Programme (No.883069) and InterALMA project (20D09OP, WADA).

P1-155

Sorption of pharmaceuticals onto polyethylene terephthalate and medium-density polyethylene. Influence of the type of plastic polymer and the water medium on the process

Alberto Zafra-Gómez^{a,b,c}, Marta Cabrera-Sola^a, Beatriz Suárez-González^{a,c}, Delia Castilla-Fernández^a, Úrsula Gallardo-Gómez^a

^a Department of Analytical Chemistry, University of Granada, 18071, Granada, Spain.

^b Institute of Nutrition and Food Technology “Jose Mataix Verdú”, CIBM, University of Granada, 18016, Granada, Spain.

^c Instituto de Investigación Biosanitaria Ibs.GRANADA, 18012, Granada, Spain.

Since the start of large-scale production in the 1950s, plastics have become essential materials for the global economy (1). Due to their versatility, low cost, and wide range of applications, their production has increased exponentially over the years. The rapid growth in plastic production has created a significant challenge in managing plastic waste (2). The accumulation of microplastics in marine ecosystems, coupled with the presence of emerging contaminants such as pharmaceuticals, represents an important environmental problem (3). The present study evaluates the potential of microplastics to act as transport vectors for pharmaceuticals through their adsorption onto two plastic polymers widely used today: polyethylene terephthalate (PET) and medium-density polyethylene (MDPE) in seawater. As a control, the same experiments were conducted in ultrapure water (milli-Q). Both plastics were exposed to a mixture of 29 drugs belonging to different therapeutic classes over a 28-day period, with sampling conducted at various time intervals. The identification and quantification of the compounds was performed using UHPLC-MS detection. Statistical analysis was performed using R-studio software. The results showed that the type of polymer significantly influences adsorption, with MDPE being more efficient than PET. In contrast, the type of water and the therapeutic class of the drugs were not identified as determining factors. Furthermore, a positive, albeit moderate, correlation was observed between the hydrophobicity of the pharmaceutical and its adsorption efficiency on MDPE. These findings suggest that hydrophobic interactions play a key role in the adsorption of drugs onto microplastics, providing a solid foundation for future research, such as predictive models or mitigation strategies in aquatic ecosystems.

Acknowledgments

This publication is part of the R&D&I project C-EXP-047-UGR23, funded by the Regional Ministry of Universities, Research, and Innovation and the ERDF Andalusia Program 2021-2027. The authors are grateful to the Spanish Ministry of Education, Culture and Sports for the collaboration fellowship 25CO1/006653 grant to MCS, and JDC2024-053772-I grant to DCF funded by MCIU/AEI/10.13039/501100011033 and ESF+.

References

1. Barnes, et al., (2009). *Philos T R Soc B: Biol. Sci.* 364, 1985.
2. Balabantaray et al. (2023). *Environ. Sci. Poll. Res.* 30(59) 123039.
3. European Commission (2025). *O.J.E.U.* L,3.3.2025, 1-6.

Integrated UV-based advanced reduction and oxidation treatment trains for PFAS and emerging contaminant removal in concentrated wastewater streams minimizing TP formation

Iván Sciscenko^a, Agustín París-Reche^{b,c}, Ana Agüera, Patricia Plaza-Bolaños, Claudio Minero^a and Marco Minella^a

^a Department of Chemistry, University of Turin, Turin 10125 (Italy)

^b Department of Chemistry and Physics, University of Almería, Almería 04120 (Spain)

^c Solar Energy Research Centre (CIESOL), Joint Centre of the University of Almería-CIEMAT, Almería 04120 (Spain)

Per- and polyfluoroalkyl substances (PFAS) are highly persistent contaminants. Membrane-based treatments are effective in PFAS removal concentrated PFAS waste streams needing further handling are generated. Advanced reduction processes (ARPs) have shown high efficiency for PFAS degradation, whereas advanced oxidation processes (AOPs) are more suitable for conventional organic microcontaminant (OMCs) removal. In this work, ARPs using UV-C/SO₃²⁻ and UV-C/SO₃²⁻/I⁻ were evaluated individually and combined with UV-C/H₂O₂, a reference AOP with the aim of removing both PFAS and OMCs. PFOA, ibuprofen and benzoic acid were selected as model contaminants. UV-C/SO₃²⁻/I⁻ achieved nearly complete PFOA degradation (85% defluorination, 24 h), outperforming UV-C/SO₃²⁻ alone. In contrast, UV-C/H₂O₂ efficiently removed and mineralized ibuprofen and benzoic acid (>99% within 2 h) but showed negligible activity toward PFOA. High-resolution mass spectrometry (HRMS) enabled the identification of multiple PFOA transformation products (TPs), including shorter-chain perfluorocarboxylic acids, perfluorosulfonates and partially defluorinated intermediates, providing insight into the degradation pathways occurring during ARP treatments. The ARP → AOP configuration promoted extensive mineralization of PFAS-derived intermediates, reaching 91% mineralization. Application to simulated retentate wastewater confirmed the suitability of this combination and demonstrated that coupling UV-driven ARPs/AOPs offers a promising solution for the treatment of PFAS-containing concentrates.

Acknowledgments

The ANDROMEDA project (PID2022-140875OB-C31/C32, funded by MCIN/AEI/10.13039/501100011033/FEDER) and the HERO4PFAS project (Marie Skłodowska-Curie Actions, Grant Agreement No. 101146398) are gratefully acknowledged. APR acknowledges PPIT-UAL for his contract (CPRE2023-052).



Comunicaciones póster: sesión 2

P2-001

Peak tracking in liquid chromatography of complex samples supported by diode-array detection and retention modelling

María Celia García-Alvarez-Coque, Pau Peiró-Vila, José Ramón Torres-Lapasió
University of Valencia, Department of Analytical Chemistry, Faculty of Chemistry,
Av. Vicent Andrés Estellés 19, 46100, Burjassot, Valencia, Spain

The reliable identification and tracking of HPLC chromatographic peaks under varying experimental conditions is of considerable practical and methodological importance. In applications such as method transfer, robustness assessment, multi-condition screening, and method development, chromatographic parameters are often intentionally modified, leading to retention shifts, peak shape variations, and partial coelution. Under these circumstances, manual peak tracking becomes time-consuming and subjective, particularly when analysing complex samples with limited compound identification. A major challenge in retention modelling for complex samples is the reliable assignment of reference peaks across different experimental conditions, which is essential for constructing accurate retention models capable of predicting chromatographic behaviour. This study proposes a fully automated strategy for modelling spectrochromatograms directly from raw experimental data, supporting efficient method development while minimising analyst intervention following initial system training. Two complementary workflows were designed and evaluated using herbal medicine extracts: a manual-assisted workflow and a fully automated workflow. Both approaches integrate chromatographic and spectral information to ensure reliable peak assignment. The process begins with peak detection in a reference chromatogram, followed by extraction of peak characteristics including retention time, peak area and height, together with acquisition of baseline-corrected, normalised UV spectra. The same procedure was applied to chromatograms acquired under different gradient conditions. In the manual-assisted workflow, peak matching was guided by spectral similarity assessed through Pearson correlation coefficients combined with peak height differences. The automated workflow ranks candidate peak matches between reference and target chromatograms based on spectral similarity, with assignments iteratively refined through retention modelling. This approach improves peak tracking reliability, particularly for low-intensity signals and partially coeluting peaks. Using confidently assigned peaks (13 from the manual-assisted workflow and 34 from the automated approach), a global retention model was constructed and subsequently extended to all detected components. The model successfully predicted complex chromatographic profiles across the gradient design, giving rise to a framework supporting robust and systematic chromatographic method development for complex samples.

Acknowledgments: Research funded by Grant CIAICO/2023/010 funded by Generalitat Valenciana (Conselleria de Educación, Cultura, Universidades y Empleo). The collaboration of José Antonio Navarro from the Novartis Development Laboratory (Basel, Switzerland) in the development of methods for samples with high peak complexity is also gratefully acknowledged.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Identifying new metabolic targets in FOLFOX-resistant colorectal cancer via comprehensive multi-omics systems biology workflows

Marta Cascante^{a,b,c}, David López Blanco^{a,b,c}, Sergi Pujol Rigol^{a,b,d}, Pablo Añon^{a,b}, Miriam Tarrado Castellarnau^{a,b,c}, Francesc Mas^{d,e}, Pedro de Atauri^{a,b,c}, Sergio Madurga^{d,e}, Silvia Marin^{1,2,3}

^a Dept. of Biochemistry and Mol. Biomedicine, Fac. of Biology, Univ. of Barcelona (UB), Spain

^b Institute of Biomedicine of University of Barcelona (IBUB), 08028 Barcelona, Spain

^c CIBEREHD, National Spanish Health Institute Carlos III (ISCIII), Madrid, Spain

^d Dept. of Material Science and Physical Chemistry, Fac. of Chemistry, UB, Barcelona, Spain

^e Institute of Theoretical and Computational Chemistry of UB (IQTCUB), Barcelona, Spain

Background and Aims: Colorectal cancer (CRC), the second leading cause of cancer-related mortality worldwide, continues to pose major clinical challenges despite advances in targeted therapies and chemotherapy. FOLFOX remains a frontline regimen, yet its long-term efficacy is undermined by chemoresistance and metastatic progression. Growing evidence highlights tumor metabolism as a key driver of treatment response, although subtype-specific metabolic vulnerabilities remain underexplored. This study aimed to identify metabolic targets to enhance FOLFOX efficacy in CRC using an integrative multi-omics systems biology workflow.

Methods: We analyzed transcriptomics (RNA-seq), targeted metabolomics (AbsoluteIDQ p180 kit, Biocrates), and nutrient/amine exchange fluxes (glucose, lactate, amino acids, biogenic amines, oxygen, and proton fluxes) in eight CRC cell lines treated and untreated with FOLFOX. These datasets were integrated into contextualized Genome-Scale Metabolic Models (GEMs). Subtype-specific metabolic networks were reconstructed using the CORDA (Cost Optimization Reaction Dependency Assessment) algorithm, and flux balance analysis was applied to characterize functionally relevant metabolic changes associated with FOLFOX response.

Results: Our systems-level analysis revealed distinct metabolic rewiring patterns across CRC subtypes exposed to FOLFOX. Key alterations were observed in central carbon and amino acid metabolism, indicating metabolic strategies that support survival under chemotherapeutic pressure. For each subtype, we identified specific synthetic-lethal metabolic targets whose inhibition could sensitize CRC cells to FOLFOX.

Conclusions: This integrative multi-omics framework effectively translates complex molecular data into actionable metabolic targets. By moving beyond static biomarker discovery and adopting dynamic, model-driven analyses, it offers a promising strategy to overcome chemoresistance and to guide the development of metabolism-informed combination therapies in CRC. The approach also highlights the potential of CORDA-based contextualization to support personalized therapeutic design in other solid tumors.

Acknowledgements: The authors acknowledge the support of MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and European Commission FEDER funds (PID2023-150539OB-I00); CIBER-EHD (EHD20PI03 and CB17/04/00023); AGAUR (2021-SGR-00350); and the ICREA Foundation (ICREA Academia award).

Determination of Betaines and Related Compounds in Honey by Means of a Simple, Novel and Rapid Sample Treatment

Álvaro Castillo-García^a, Ana M. Ares^a, Jesús Alberto Tapia^a, Silvia Valverde^a, José Bernal^a

^aAnalytical Chemistry Group (TESEA), I. U. CINQUIMA, Faculty of Sciences, University of Valladolid, 47011, Valladolid, Spain

Growing consumers' interest in product origin and authenticity has driven the search for specific markers to detect possible adulterations in bee products, like bee pollen. Among potential markers of bee pollen are betaines, quaternary ammonium compounds present in plant species, which are formed through biosynthetic pathways catalyzed by enzymes. Betaines have attracted the interest of the scientific community due to their relevance in essential metabolic and physiological processes in both animals and plants. Briefly: maintaining the homeostasis of organisms or contributing to the regulation of key functions for cellular stability and adaptation to different environmental conditions among others. Betaines are naturally occurring substances in bee pollen that reflect the intricate relationship between bees, plants, and their environment. These compounds originate from the nectar of flowers and are influenced by various factors such as flowering patterns, climate conditions, and the accessibility of nectar sources for bees. In plants, betaines—such as glycine betaine—function as osmolytes, helping to maintain osmotic balance and protect cellular structures under environmental stress. Consequently, betaine concentrations in bee pollen could serve as biochemical indicators of the environmental conditions affecting both plants and bees. Therefore, the aim of this study is to propose a novel method to determine residues in bee pollen of nine betaines and related compounds, by means of ultra-high performance liquid chromatography coupled with tandem mass spectrometry (UHPLC-MS/MS).

A quick and efficient sample treatment, involving solvent extraction with an acetonitrile and water mixture (1:1, v/v), centrifugation, freezing with dry ice followed by dilution, was proposed. Chromatographic analysis (10 min) was performed by means of a core-shell hydrophilic interaction liquid chromatography (HILIC) column, and a mobile phase applied in gradient elution mode. The method was fully validated in terms of selectivity, detection and quantification limits, matrix effect, linearity, precision and accuracy. Results showed that not only was it selective, but it also displayed a wide linearity range and good precision. Several bee pollen samples from different botanical origins were analyzed with the proposed methodology, and residues of some of the studied compounds were detected in all of them in a wide range of concentrations.

Acknowledgments: This research is part of the action "PID2022-141679OR-C33", funded by MICIU/AEI /10.13039/501100011033 and by FEDER, EU. Álvaro Castillo-García thanks to the University of Valladolid for his PhD contract.

P2-004

Passive Sampling Towards Green Analytical Chemistry Approach in the Analysis of Environmental Samples

Núria Fontanals^{*a}, Abril Trullàs^a, Alba Anglada^a, Sílvia Lacorte^b, Enrique Carrasco^c, José Manuel Herrero^c, Rosa M Marcé^a

^a Universitat Rovira i Virgili, Departament of Analytical and Organic Chemistry, Sescelades Campus, Tarragona (Spain) [*nuria.fontanals@urv.cat](mailto:nuria.fontanals@urv.cat)

^b Departament of Environmental Chemistry, IDAEA-CSIC, Barcelona (Spain)

^c Universitat de València, Department of Analytical Chemistry, Burjassot (Spain)

Passive samplers have undergone significant development in recent years for time-integrated analysis of water contaminants and are emerging as a key tool for environmental monitoring and regulatory compliance. In addition to offering representative measurements and time-weighted average concentrations, this approach is consistent with the principles of Green Analytical Chemistry¹.

In this presentation, different passive samplers (PS) are evaluated as sampling devices for a group of polar emerging contaminants in environmental waters, followed by determination by liquid chromatography–tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). Two types of PS were selected: ceramic passive samplers, consisting of a porous ceramic tube that enables diffusion of the analytes² and a 3D-printed PS fabricated from polylactic acid (sustainable material) with similar geometrical features. Each sampler was packed with different materials (including highly retentive and more selective sorbents) to provide different retention capabilities for the target compounds. The passive samplers were calibrated to determine contaminant diffusivities and sampling rates. The stability of the contaminants in water was also assessed to ensure that analyte uptake was not influenced by degradation processes. Finally, the samplers were deployed in surface waters to determine the presence of the target contaminants and to obtain their time-weighted average concentrations. The proposed method offers a cost-effective tool for water contaminant monitoring, enabling the assessment of temporal trends and the identification of contamination sources.

Acknowledgements

These results are part of the project PID2023-148939NB-I00 and PID2021-125459OB-I00, funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and FEDER, UE. A Trullàs acknowledges the support of the Joan Oró predoctoral grant program from the Department of Research and Universities of the Government of Catalonia and co-financing by the European Social Fund Plus (2024FISDU00309).

References

1. Karamati et al. (2024). *Water Res.*, 266, 122284.
2. Fontanals et al. (2023). *Sci. Total Env.*, 889, 164267.

P2-005

Desarrollo de un dispositivo de muelle impreso en 3D y recubierto con MOF para la extracción *in situ* de β -lactoglobulina en bebidas vegetales

Gonzalo de Joz-Latorre, Miriam Beneito-Cambra, María Jesús Lerma-García, José Manuel Herrero-Martínez, Enrique Javier Carrasco-Correa

Grupo CLECEM, Departamento de Química Analítica, Universitat de València, Burjassot, Valencia (España)

La creciente demanda de métodos analíticos fácilmente integrables en entornos industriales, como el sector alimentario, ha impulsado el desarrollo de nuevas estrategias para la preparación de muestra. En este contexto, la impresión 3D se ha consolidado como una herramienta prometedora en Química Analítica, al permitir la fabricación de dispositivos personalizados de bajo coste. Sin embargo, debido a su baja área superficial, es necesario incorporar otros materiales a este tipo de dispositivos para su aplicación en preparación de muestra. Entre ellos, destacan las redes metal-orgánicas (MOFs), gracias a sus características excepcionales, como su alta área superficial, la posibilidad de modular sus interacciones mediante funcionalización y su versatilidad de integración en dispositivos. En este trabajo se presenta un sistema de extracción basado en un muelle impreso en 3D (Spring-based extraction system, Spring-Ex), recubierto con MOF, destinado a la extracción *in-situ* de β -lactoglobulina, una de las principales proteínas alergénicas de la leche. El sistema se aplicó a la evaluación de posible contaminación cruzada en bebidas vegetales (soja o almendra, entre otras).

El muelle, una vez diseñado e impreso con una resina elastomérica, se modifica con el MOF seleccionado. El dispositivo 3D está diseñado para poder integrarse en una jeringa, donde actúa como fase sorbente. La metodología Spring-Ex permite la aplicación de ciclos de aspiración y dispensación, lo que admite tanto retener la proteína en el MOF, como su posterior elución en el mismo sistema. Posteriormente, la proteína se analiza mediante cromatografía líquida con detección UV. En este estudio se optimizaron variables habituales, así como el número de ciclos aspiración-dispensación y tiempos de contacto. Por último, se aplicó el sistema a muestras de bebidas vegetales.

La estrategia propuesta posibilita la realización de procesos de retención y elución directamente en la cadena de producción por personal no especializado, reduciendo tanto el transporte de muestras como los tiempos de análisis. Además, debido a la versatilidad del Spring-Ex, junto con la posibilidad de adaptar su diseño o emplear distintos materiales, amplía su potencial en el área de preparación de muestra.

Agradecimientos: Este estudio fue financiado por la Agencia Española de Investigación del Ministerio de Ciencia e Innovación (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) y por el “ERDF A way of making Europe” a través del proyecto PID2021-125459OB-I00. Este artículo se basa en el trabajo realizado en el Grupo Especializado de Preparación de Muestras de la Sociedad Española de Química Analítica (SEQA).

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-006

Detección de ácido succínico en muestras clínicas de pacientes con patologías gastrointestinales con fluorescencia de cara frontal empleando un sensor basado en MOFs e impresión 3D

Clara Ochoa-Esteso^a, Andrea Cejudo-Garcés^b, María Jesús Lerma-García^a, Jesús Cosin-Roger^b, Enrique Javier Carrasco-Correa^a

^aGrupo CLECEM, Departamento de Química Analítica, Universitat de València, Burjassot, Valencia (España)

^bDepartamento de Farmacología, Universitat de València, Valencia (España)

El ácido succínico es un metabolito intermedio del ciclo de Krebs cuya alteración en fluidos biológicos se han asociado con procesos inflamatorios y diversas patologías gastrointestinales, como colitis, enfermedad de Crohn o cáncer colorrectal. Su determinación se realiza habitualmente mediante técnicas que, aunque ofrecen elevada fiabilidad, requieren instrumentación costosa y procedimientos de preparación de muestra relativamente complejos. En este contexto, el desarrollo de metodologías alternativas más rápidas, selectivas y simplificadas resulta de gran interés en Química Analítica. En este trabajo se propone un nuevo enfoque basado en la integración de impresión 3D y redes metal orgánicas (MOFs) fluorescentes para la detección de ácido succínico. El material activo consiste en un MOF derivado de ZIF-8 modificado con ácido acetilsalicílico y disprosio, cuya respuesta luminiscente presenta una variación en su señal en presencia del analito, permitiendo su detección.

El MOF se integra en un dispositivo impreso en 3D diseñado para su acoplamiento a tubos tipo Eppendorf, permitiendo una extracción sencilla mediante contacto directo con la muestra. Asimismo, el material ha sido optimizado para simplificar el procedimiento experimental y mejorar la eficacia del proceso de extracción. Además, el dispositivo 3D permite la detección directa del analito al acoplarse en cubetas de cuarzo, donde se mide la señal mediante fluorescencia de cara frontal. Este sistema permite eliminar procedimientos complejos como la elución y preconcentración. La aplicabilidad del método se evaluó mediante el análisis de muestras reales de suero y tejido de colon procedentes de individuos con distintas patologías gastrointestinales, considerando además variables como edad y sexo.

En conjunto, este trabajo demuestra que la combinación de MOFs luminiscentes basados en lantánidos e impresión 3D permite desarrollar sensores analíticos miniaturizados capaces de integrar extracción y detección en un único dispositivo, reduciendo el tratamiento de muestra y los costes asociados, lo que constituye una alternativa prometedora para la determinación de biomarcadores en matrices clínicas complejas.

Agradecimientos: Este estudio fue financiado por la Agencia Española de Investigación del Ministerio de Ciencia e Innovación (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) y por el “ERDF A way of making Europe” a través del proyecto PID2021-125459OB-I00.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Deep eutectic solvents as supported liquid membrane in electromembrane extraction of oxicams

Iván Rubio, Lorena Vidal, Antonio Canals

Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología e Instituto Universitario de Materiales, Universidad de Alicante, P.O. Box 99, 03080 (Alicante, España).

Laboratorio de Investigación, Hospital General Universitario Dr. Balmis, Instituto de Investigación Sanitaria y Biomédica de Alicante (ISABIAL), (Alicante, España).

Recently, there has been increased interest in the use of hydrophobic deep eutectic solvents (DES) as a supported liquid membrane (SLM) in electromembrane extraction (EME). This is partly due to their low toxicity, high affinity and selectivity towards various analytes, low volatility and high stability of the SLM during extraction¹. In the field of research, there has been a particular focus on non-ionic DES components, such as 6-methylcoumarin and thymol, as potential alternatives to conventional SLMs.

On the other hand, oxicams represent a subclass of non-steroidal anti-inflammatory drugs (NSAIDs), whose mechanism of action is predicated on the inhibition of cyclooxygenase (COX) enzymes. These enzymes are pivotal in the synthesis of prostaglandins, which in turn are instrumental in the mediation of inflammatory processes. Meloxicam, a representative oxicam developed to reduce the gastrointestinal effects associated with traditional NSAIDs, exemplifies the pharmacological relevance of this family. Oxicams are frequently used and are available without prescription, which means they can reach environmental and biological matrices such as surface waters and urine. This raises concerns about their presence as pharmaceutical contaminants.

The aim of this study is to assess the viability of using a hydrophobic DES as SLM for the extraction of five oxicam drugs—tenoxicam, isoxicam, lornoxicam, droxicam, and meloxicam—from water and urine samples prior to their determination by liquid chromatography coupled with diode array detection (LC-DAD). For the purpose of this study, DES-based SLMs were examined in conjunction with the conventional extractant 2-nitrophenyl octyl ether and 1-octanol. The analytical performance of the system-developed method was assessed under optimized conditions. The results obtained demonstrate the efficacy of the extraction process. Furthermore, the potential of this approach for environmental and bioanalytical monitoring is proved with real samples analysis (i.e., water and urine). Moreover, these results lay the groundwork for future investigations into DES-based SLMs in the EME of oxicam derivatives, among others.

Acknowledgements

The authors would like to thank the Spanish Ministry of Science and Innovation (PID2021-126155OB-I00), the Regional Government of Valencia (Spain) (CIPROM/2021/062) for the financial support. Iván Rubio also extends his gratitude to the Generalitat Valenciana "Conselleria de Educación, Universidades y Empleo" for his fellowship (CIACIF/2023/241).

References: Hansen et al. (2021). *Anal. Chim. Acta* 1143, 109–116.

P2-008

Plataforma biomimética impresa en 3D para la predicción de bioacumulación en bivalvos

Natalia Salvador-Rodríguez^a, María Jesús Lerma-García^a, Manuel Miró^b, Enrique Javier Carrasco-Correa^a

^aGrupo CLECEM, Departamento de Química Analítica, Universitat de València, Burjassot, Valencia (España). ^bGrupo FiTRACE, Departamento de Química, Universidad de las Islas Baleares, Palma, Islas Baleares (España)

La bioacumulación describe la incorporación y retención de compuestos químicos en los organismos a partir del medio. Por lo tanto, su evaluación en bivalvos constituye una herramienta clave para el control ambiental marino, pero tradicionalmente se basa en ensayos *in vivo* que implican la recolección y sacrificio de un elevado número de organismos. Esta limitación ética, junto con la necesidad de metodologías más rápidas y reproducibles, impulsa el desarrollo de estrategias alternativas. En este contexto, la biomimética, disciplina que reproduce procesos biológicos mediante sistemas artificiales, y la impresión 3D, tecnología de fabricación aditiva que permite diseñar estructuras complejas y personalizadas capa a capa, ofrecen nuevas oportunidades para recrear procesos biológicos en condiciones controladas.

El objetivo de este trabajo fue desarrollar un sistema biomimético capaz de retener contaminantes y utilizar estos datos para predecir su bioacumulación en bivalvos sin emplear animales, mediante un dispositivo impreso en 3D modificado previamente modificado con fosfatidilcolina (PC) que simula la filtración branquial.

En primer lugar, se imprimió un dispositivo con geometrías que imitan la dinámica de flujo presente en los bivalvos. Su superficie fue modificada con un polímero basado en glicidil metacrilato que aporta estructura globular y posteriormente funcionalizada con PC, reproduciendo las propiedades de las membranas lipídicas implicadas en los procesos de acumulación. Para la modelización se empleó como organismo de referencia *Mytilus galloprovincialis*, utilizando datos bibliográficos de factores de bioacumulación biota-sedimento (BSAF), factores de bioacumulación (BAF), así como concentraciones en sedimento y en molusco para hidrocarburos aromáticos policíclicos en distintas zonas geográficas. Los datos obtenidos mediante el sistema biomimético se emplearon en modelos de regresión lineal múltiple con el fin de predecir la bioacumulación en bivalvos.

Este planteamiento que combina biomimética, impresión 3D y quimiometría para establecer una metodología *in vitro* orientada a la predicción de bioacumulación de contaminantes en organismos filtradores marinos, es una alternativa ética para evaluar la contaminación ambiental y su bioacumulación en sistemas marinos.

Agradecimientos

Este estudio fue financiado por la Agencia Española de Investigación del Ministerio de Ciencia e Innovación (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) y por el “ERDF A way of making Europe” a través del proyecto PID2021-125459OB-I00.

P2-009

Comparación del uso de una mezcla eutéctica y su compuesto puro como fases extractantes en microextracción asistida por ultrasonidos para el análisis elemental de aceites esenciales

Cristina Zapater^a, Lidia Kaynarova^b, Deyana Georgieva^b, Kiril Simitchiev^b, Miguel Ángel Aguirre^a, Lorena Vidal^a, Antonio Canals^a

^aDepartamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología e Instituto Universitario de Materiales. Universidad de Alicante (España)

^bDepartamento de Química Analítica y Química Computacional. Universidad de Plovdiv (Bulgaria)

Los aceites esenciales son mezclas complejas de metabolitos secundarios obtenidos a partir de plantas aromáticas. Estos compuestos se utilizan principalmente en fragancias debido a su alta volatilidad y a su aroma característico. Además, en los últimos años, ha aumentado su uso en la industria farmacéutica y cosmética debido a sus interesantes propiedades antioxidantes, antibacterianas y antiinflamatorias [1]. Sin embargo, la posible presencia de metales procedentes de la contaminación antropogénica del suelo puede suponer un riesgo para el medio ambiente y la salud humana [2].

En este estudio se evalúa y compara, por primera vez, el uso de una mezcla eutéctica (EM) compuesta por cloruro de colina (ChCl) y etilenglicol (EG) (i.e., ChCl:EG, en una relación molar 1:2) y el uso de su compuesto puro (EG) como fases extractantes en microextracción por emulsificación asistida por ultrasonidos (USAEME) para la separación y preconcentración de siete elementos (i.e., Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, V y Zn) en aceites esenciales, y su posterior determinación mediante espectrometría de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente (ICP OES).

En ambos métodos, se establecieron las condiciones óptimas del proceso de microextracción mediante una optimización multivariante en dos etapas (i.e., diseño de Plackett-Burman y diseño central compuesto). Bajo condiciones óptimas, se evaluaron los principales parámetros analíticos de calidad y se analizó una muestra de referencia certificada obteniendo resultados veraces y precisos para ambos métodos. Finalmente, se realizaron ensayos de recuperación en dos muestras reales de aceites esenciales comúnmente utilizadas en la industria cosmética (i.e., *Eucalyptus specie* y *Prunus amygdalus dulcis*) que indicaron la ausencia de efectos de matriz significativos.

Agradecimientos: Los autores agradecen a la Unión Europea-NextGenerationEU, a través del Plan Nacional de Recuperación y Resiliencia de la República de Bulgaria, proyecto n.º BG-RRP-2.004-0001-C01, por aportar el 85 % de la financiación. Los autores también agradecen al Ministerio de Ciencia e Innovación de España (PID2021-126155OB-I00), a la Generalitat de la Comunidad Valenciana (España) (CIPROM/2021/062) y al Programa Erasmus+ para estancias de formación de doctorandos (ERASMUS+ KA131) por su apoyo financiero.

Referencias

1. Zukowska et al. (2024). *J. Ecol. Eng.* 25, 333-340.
2. Iordache et al. (2022). *Nutrients*. 14, 2363.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-010

A nanozyme-hydrogel cotton swab for dip-and-read colorimetric detection of total antioxidant capacity in saliva

Alper Sahin, Niluh Wardani, Héctor Martínez-Pérez-Cejuela, José Manuel Herrero-Martínez

CLECEM Group, Department of Analytical Chemistry, University of Valencia, Burjassot, Valencia (Spain)

Antioxidants are substances capable of preventing or delaying oxidative damage. Beyond their role in the diagnosis and prevention of vascular diseases, they are also widely used as indicators of oxidative stress, food quality, and environmental safety. In this sense, total antioxidant capacity (TAC) has gained significant attention as a clinically relevant parameter for non-invasive monitoring using readily accessible biofluids, including oral fluids. However, conventional analytical techniques, including high-performance liquid chromatography and gas chromatography, have shortcomings such as costly instrumentation, labor-intensive procedures, and specialized personnel requirements. In contrast, sensor-based detection methods have gained popularity over the past decade due to their advantages of low cost, simple operation, and rapid response.

In this study, a dip-and-read colorimetric sensing platform based on Prussian Blue Nanoparticles (PB-NPs)@MIL-88B(Fe) nanozyme is proposed. The material was immobilized onto a hydrogel-coated cotton swab for the detection of the TCA in saliva. The sensing principle is based on the peroxidase-like catalytic activity of the nanozyme, which enables the oxidation of 3,3',5,5'-tetramethylbenzidine (TMB) into its blue oxidized form (ox-TMB) using H_2O_2 . Subsequently, antioxidants reduce ox-TMB back to its colorless state. Ascorbic acid was used as a model antioxidant, and the colorimetric response was quantified by smartphone-based digital image analysis. After optimization of the main assay parameters, the developed sensor exhibited reproducible antioxidant detection and maintained its analytical performance after storage for up to one month. Overall, the proposed platform provides a simple, cost-effective, portable, and user-friendly alternative to conventional antioxidant detection methods. It demonstrates considerable potential for rapidly TAC screening in saliva and future point-of-care applications.

Acknowledgments

This study was funded by the Spanish Research Agency of the Ministry of Science and Innovation (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) and by the "ERDF A way of making Europe" through project PID2021-125459OB-I00. A. Sahin acknowledges the predoctoral contract within the Santiago Grisolia program funded by the Valencian Government (ref. CIGRIS/2024/162).

P2-011

Evaluación de la capacidad antioxidante biodisponible en mieles de distinto origen geográfico

Paola Teresa Ogando-Rivas^{a,b}, Natalia Salvador-Rodríguez^c, Isabel Escriche^b, Ernesto Francisco Simó-Alfonso^c, Enrique Javier Carrasco-Correa^c

^aEscuela de Química, Universidad Autónoma de Santo Domingo (UASD), Santo Domingo, D.N., (República Dominicana)

^bInstituto Universitario de Ingeniería de Alimentos, FoodUPV, Universitat Politècnica de València, Valencia, (España)

^cGrupo CLECEM, Departamento de Química Analítica, Universitat de València, Burjassot, Valencia, (España)

En las últimas décadas, el estudio de la capacidad antioxidante (CA) ha adquirido gran relevancia debido a su papel en la prevención del estrés oxidativo, un factor clave en el desarrollo de enfermedades crónicas y degenerativas como el cáncer, las enfermedades cardiovasculares, la diabetes y diversas afecciones neurodegenerativas. Este creciente interés en los antioxidantes ha impulsado el desarrollo de métodos para medir su capacidad. No obstante, la mayoría de estos enfoques se centran en el análisis de alimentos en estado fresco, descuidando la evaluación de la CA biodisponible (CAB). En este sentido, las nuevas aplicaciones basadas en extracción biomimética en fase sólida (BMSPE), son metodologías prometedoras para evaluar la CAB a lo largo del proceso digestivo.

Con el objetivo de superar las limitaciones actuales, el objetivo de este trabajo es el desarrollo de un método sencillo y práctico basado en BMSPE para evaluar la CAB en el intestino en mieles de distintos orígenes geográficos. Este sistema emplea polímeros porosos basados en glicidil metacrilato modificados con fosfatidilcolina que simulan la absorción intestinal. Por otro lado, la CA se evalúa con el empleo redes metal-orgánicas fluorescentes que presentan efecto antena correlacionado con la capacidad antioxidante. La aplicación de estas metodologías permite estimar la fracción de CAB en el intestino. De esta manera, se analizarán las variaciones en la CA antes y después del proceso de digestión intestinal, así como las diferencias en la fracción biodisponible entre mieles procedentes de distintos países: España, República Dominicana, Italia y China, lo que aporta información relevante sobre su calidad nutricional real.

Agradecimientos: Este estudio fue financiado por la Agencia Española de Investigación del Ministerio de Ciencia e Innovación (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) y por el “ERDF A way of making Europe” a través del proyecto PID2021-125459OB-I00. También participó en este estudio el proyecto AGROALNEXT/2022/043 (AGROMEL), financiado por la Unión Europea Next Generation y el Plan de Recuperación, Transformación y Resiliencia del Gobierno de España, con el apoyo de la Generalitat Valenciana. P. T. Ogando-Rivas (doctoranda de la UPV) agradece al Ministerio de Educación Superior, Ciencia y Tecnología (MESCYT) de la República Dominicana por la beca concedida al Programa de Doctorado en Ciencia, Tecnología y Gestión de Alimentaria de la Universitat Politècnica de València.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-012

Soportes celulósicos sostenibles funcionalizados con MOFs como sorbentes para la determinación de saxitoxina

Hugo Romero-Reinoso, Lucía Diane Smith-Lugo, María Vergara-Barberán, José Manuel Herrero-Martínez, María Jesús Lerma-García

Universitat de València, Valencia, Spain

La presencia de contaminantes emergentes en ecosistemas marinos constituye una preocupación creciente debido a su impacto en la biodiversidad, la cadena trófica, la fauna y la salud humana. Entre estos contaminantes, la saxitoxina, una potente biotoxina marina, representa un riesgo significativo al acumularse en productos del mar, lo que subraya la necesidad de desarrollar metodologías analíticas sensibles capaces de detectarla a niveles traza. En este contexto, el uso de materiales avanzados, como las redes metal-orgánicas (MOFs), ha demostrado un gran potencial como sorbentes en la preparación de muestra, gracias a su elevada área superficial, su tamaño de poro ajustable y versatilidad química. Sin embargo, su uso habitual en forma de polvo limita presenta limitaciones en términos de manejo, aplicabilidad práctica y automatización. Estas limitaciones pueden solucionarse mediante su inmovilización en soportes celulósicos de bajo coste y respetuosos con el medio ambiente, tales como papel, algodón, y otras matrices celulósicas, que proporcionen flexibilidad mecánica, alta permeabilidad, y compatibilidad con formatos de (micro)extracción.

En este trabajo se desarrolla una plataforma de extracción sostenible basada soportes celulósicos modificados con MOFs para la determinación de saxitoxina en productos del mar. En primer lugar, se evaluaron diferentes MOFs mediante extracción en fase sólida dispersiva, con el fin de seleccionar el material con mejor rendimiento. Posteriormente el MOF seleccionado se inmovilizó sobre el soporte celulósico, y se optimizaron los principales parámetros de extracción y elución. Finalmente, el sorbente desarrollado se aplicó a la extracción y determinación de saxitoxina en diferentes productos del mar.

Agradecimientos

Este estudio fue financiado por la Agencia Española de Investigación del Ministerio de Ciencia e Innovación (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) y por el “ERDF A way of making Europe” a través del proyecto PID2021-125459OB-I00. Este artículo se basa en el trabajo realizado en el Grupo Especializado de Preparación de Muestras de la Sociedad Española de Química Analítica (SEQA).

P2-013

Characterization of the bioactive profile of beach-cast seaweeds using a quantitative and large-scale metabolomics approach

Desta Gebremedhin Gebrehiwot ^a, Ignacio Hernández ^b, Rikard Landberg ^c, Enrique Durán-Guerrero ^d, Raúl González-Domínguez ^a

^a Instituto de Investigación e Innovación Biomédica de Cádiz (INiBICA), Hospital Universitario Puerta del Mar, Universidad de Cádiz. 11009 Cádiz, Spain.

^b Instituto Universitario de Investigación Marina (INMAR), Universidad de Cádiz. 11510 Puerto Real, Spain

^c Division of Food and Nutrition Science, Department of Life Sciences, Chalmers University of Technology, Gothenburg, SE-412 96, Sweden.

^d Analytical Chemistry Department, University of Cadiz. 11510 Puerto Real, Spain

The proliferation and coastal accumulation of marine macroalgae (i.e., beach-cast seaweed) is a major environmental and socioeconomic issue, which requires new management and valorization strategies. Because of their rich content of compounds with health benefits, this natural resource could be exploited for elaborating nutraceuticals and food supplements. Herein, we aimed to compare the bioactive profile of various native brown (*Gongolaria barbata*, *Sargassum vulgare*), green (*Codium taylorii*, *Ulva linza*), and red (*Rhodomenia pseudopalmata*, *Laurencia hybrida*) species, as well as the invasive algae *Rugulopteryx okamurae*. To this end, samples were subjected to ultrasonic-assisted extraction and subsequent metabolomics analysis by liquid chromatography – mass spectrometry. Overall, higher levels of most phytochemicals under study were observed in brown algae, especially in *Rugulopteryx okamurae*, including polyphenols, carotenoids, and phytosterols. On the other hand, many essential amino acids and polyunsaturated fatty acids were found to be particularly abundant in the green algae *Codium taylorii*. Finally, although showing a poorer bioactive profile in general terms, red seaweeds stand out as an ideal source for specific compounds normally present at lower concentrations in the other aforementioned species, such as docosahexaenoic acid or vitamin B5. In summary, our findings demonstrate that the valorization of beach-cast seaweeds could be of great interest for the pharmaceutical and food industries, not only because of their high content of bioactive compounds with anti-inflammatory and antioxidant activity, but also in order to minimize and provide an added-value to these wastes within the framework of circular economy and green chemistry.

Acknowledgments: This research has been funded by Instituto de Salud Carlos III (CP21/00120, PI25/00663, FI23/00125) and Ministerio de Educación (CAS24/00038).

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-014

Adverse neonatal outcomes predispose to exacerbated metabolic disturbances in childhood obesity

Lucía Jurado-Sumariva^a, Álvaro González-Domínguez^a, Otto Savolainen^b, Rikard Landberg^b, Raúl González-Domínguez^a

^a Instituto de Investigación e Innovación Biomédica de Cádiz (INIBICA), Hospital Universitario Puerta del Mar, Universidad de Cádiz. 11009 Cádiz, Spain.

^b Division of Food and Nutrition Science, Department of Life Sciences, Chalmers University of Technology. SE-412 96 Gothenburg, Sweden.

The perinatal period is highly sensitive to obesogenic determinants, being consistently reported that adverse birth outcomes are among the most important early risk factors for childhood obesity. Nevertheless, the molecular mechanisms underpinning this greater predisposition remain to be elucidated. To get deeper insights into the influence of neonatal conditions in obesity-related metabolic disturbances occurring later during childhood, we applied high-throughput metabolomics (UHPLC-HRMS) to plasma and erythrocyte samples from a cohort of children diagnosed with obesity, from whom birth metrics (i.e., gestational age, weight, and length at birth) were available from their medical records. The findings of this study evidenced that adverse neonatal determinants (i.e., low gestational age, weight, and length at birth) may predispose to an unhealthier metabolic status, as reflected in negative associations with anthropometric parameters (e.g., waist circumference) and biochemical markers of insulin resistance (e.g., HOMA-IR) and inflammation (e.g., CRP, inflammatory indices). This was accompanied by exacerbations in a multitude of central metabolic pathways which play a crucial role in obesity pathophysiology, such as energy metabolism, homeostasis of branched chain and aromatic amino acids, regulation of oxidative stress, and biosynthesis of steroid hormones and bile acids. Accordingly, we hypothesize that even minor variations in neonatal conditions may provoke deleterious molecular programming mechanisms with strong impact on later metabolic risk.

Acknowledgments

This research has been funded by Instituto de Salud Carlos III (CP21/00120, PI22/01899, RD24/0013/0020) and Ministerio de Educación (CAS24/00038).

P2-015

Cambios en la regulación de la bomba Na^+/K^+ - ATPasa en células epiteliales mamarias (sanas *versus* tumorales) en respuesta al empleo de suplementos energéticos de potasio

Teresa Rodríguez^a, Lara Lobo^a, Rosario Pereiro^{a*}, María Gabriela Sánchez-Vega^b

^a Departamento de Química Física y Analítica, Universidad de Oviedo (España)

^b Biochemical Research A.E.I.E., Noreña, Asturias (España)

El cáncer de mama, originado principalmente en células epiteliales mamarias, constituye una de las neoplasias más prevalentes a nivel mundial y se asocia con múltiples alteraciones moleculares y metabólicas que afectan a procesos celulares esenciales. Entre estos procesos, la homeostasis iónica intracelular desempeña un papel fundamental, al estar implicada en la regulación de la señalización, la proliferación y la supervivencia celular. En este sentido, los cationes Na^+ y K^+ resultan clave, ya que sus gradientes electroquímicos son mantenidos por la actividad de la bomba Na^+/K^+ -ATPasa. Las alteraciones en el equilibrio intracelular de estos iones se han relacionado con diferentes estados patológicos, pudiendo desencadenar la muerte celular.

En este trabajo se han evaluado los cambios en los niveles intracelulares de Na^+ y K^+ en respuesta a la suplementación con dos compuestos de potasio antioxidantes, el ribosato de potasio (RK) y el ascorbato de potasio con ribosa (RCK), mediante espectrometría de masas con fuente de plasma de acoplamiento inductivo (ICP-MS). A tal fin, se han empleado dos líneas celulares epiteliales mamarias: sana (HTB-125) y tumoral (HTB-126), que fueron sometidas a suplementación durante 72 horas. Además de la relación Na^+/K^+ y de las concentraciones intracelulares promedio de estos cationes en las células viables, mediante un balance de masas se ha estimado la concentración promedio de K^+ /célula en las células tumorales que sufrieron apoptosis tras la suplementación. Tanto para el RK como el RCK se ha observado aumento del contenido intracelular de K^+ respecto del obtenido en las células no suplementadas, siendo este aumento mucho más elevado en el caso de la línea tumoral respecto de la sana, lo que se tradujo en una disminución de la supervivencia celular a las 72 horas de bajo la suplementación en la línea tumoral, pero no en la sana. Adicionalmente, y con el objetivo de evaluar no sólo las concentraciones promedio, sino también de conocer la distribución del potasio en las poblaciones celulares objeto de estudio, se ha investigado la posibilidad de llevar a cabo el análisis de este ión en las diferentes muestras utilizando la técnica de *single cell* (sc)-ICP-MS.

Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado a través del proyecto IDE/2024/000694 de la Agencia SEKUENS (Gobierno del Principado de Asturias y el Programa FEDER de la Unión Europea), en colaboración con la Agrupación Europea de Interés económico Biochemical Research de Noreña-Asturias.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-016

Decoding Human Seminal Plasma for Biomarker Discovery in Male Infertility

Luz Alonso-Dasques¹, Ana Gradillas¹, Safouane Hamdi², Coral Barbas¹, Víctor González-Ruiz¹

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

²Laboratoire de Biochimie et d'hormonologie, CHU de Toulouse, Université de Toulouse, Toulouse, France.

Background: Male infertility accounts for over half of infertility cases, yet conventional semen analysis often fails to identify its underlying causes. Metabolomics offers a powerful approach to explore these molecular alterations. In this context, seminal plasma is a promising, minimally invasive biofluid for biomarker discovery.

Objectives: This study aimed to develop a comprehensive metabolomic workflow for seminal plasma, enabling broad molecular coverage and generating a reliable reference dataset.

Materials and Methods: Seminal plasma sample preparation was optimized for both polar metabolites and lipids to ensure broad metabolic coverage, followed by an *in-depth* characterization of human seminal plasma using LC–MS/MS-based lipidomics and CE–MS analysis of polar metabolites.

Results: Among the evaluated protocols, the adapted Matyash protocol provided the most comprehensive and balanced lipid recovery across subclasses and ionization modes, while a simple protein precipitation approach showed the best performance for CE–MS. Metabolite annotation followed a two-step strategy combining high-confidence identification using *in-house* reference libraries (accurate mass, retention or migration time, and fragmentation data) with a complementary putative approach to extend metabolic coverage. This enabled the generation of curated lipidomic (265 lipid species, mainly glycerophospholipids and sphingolipids) and metabolomic databases (125 polar metabolites, including nucleosides, polyamines, and dipeptides), providing a structured biochemical framework for seminal plasma including semi-quantitative information. Additionally, normalization strategies were evaluated, with probabilistic quotient normalization showing the best performance in reducing sample variability.

Conclusion: Overall, this work provides a reference resource to advance translational metabolomic studies in male reproductive medicine, highlighting its potential role in reproductive health assessment and paving the way for improved diagnostic tools in male fertility evaluation.

P2-017

Cromatografía líquida de pares iónicos con detección DAD para el análisis de ARNm en sistemas de ARNm-NPL

Pilar Baena^a, Anabel Torrente Lopez^a, Jesús Hermosilla Fernandez^a, Antonio Salmerón García^b, José Cabeza Barrera^b, Natalia Navas Iglesias^a

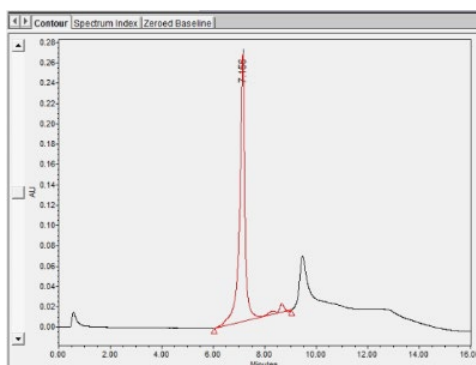
^aDepartamento de Química Analítica e Instituto Biosanitario de Granada ibs.Granada, Facultad de Ciencias, Universidad de Granada, Granada, España

^bFarmacia Hospitalaria e Instituto Biosanitario de Granada ibs.Granada, Hospital Universitario Clínico San Cecilio, Granada, España

Las vacunas basadas en la nueva tecnología de ácido ribonucleico mensajero (ARNm) encapsulado en nanopartículas lipídicas (NPLs) representan una herramienta clave para la prevención de diversas patologías, demostrada con el virus SARS-CoV2. También presentan una gran potencialidad como terapéutico¹. Sin embargo, el ARNm es una molécula inestable, susceptible a degradación física o química. La Agencia Europea del Medicamento (EMA) publicó en 2025 un borrador guía para aspectos relacionados con la calidad, entre los que se encuentra el análisis de la integridad ARNm² encapsulado.

El objetivo de este trabajo es el desarrollo de un método de cromatografía líquida de pares iónicos con detección DAD (IPRP/UPLC-DAD) para analizar el ARNm encapsulado tras su extracción del sistema ARNm-NPL (muestras vacunas Comirnaty-Pfizer), superando las limitaciones de especificidad de los ensayos convencionales. Previamente se ha optimizado una estrategia de ruptura de la nanopartícula mediante el uso de una sonda de ultrasonidos que permite la liberación del ARNm al medio y su aislamiento posterior mediante isopropanol³. Dado el enorme tamaño del ARNm intacto (4.284 nucleótidos, $1.3 \cdot 10^3$ KDa), el análisis cromatográfico es un reto en sí mismo. Se selecciona para ello una columna específica de fase inversa de gran tamaño de poro: 4000A PLRP-S, 5 μ m, 50 x 2.1 mm, Agilent Technologies. Se optimiza (i) la composición de la fase móvil partiendo de la selección de TEAA (acetato de tetraetil amonio), (ii) el gradiente y (iii) el flujo de fase móvil, (iv) la temperatura de la columna, (v) el volumen de inyección y (vi) la resuspensión del extracto aislado de ARNm. Para la obtención de los cromatogramas se selecciona la longitud de onda máxima y característica de ARN, 260nm, empleando la señal a 320 ± 10 nm como referencia. Se registran los espectros de UV de 200 a 400 nm cada 0,2 s, para la identificación del ARNm. En la Figura se muestra un cromatograma representativo obtenido con las condiciones experimentales óptimas seleccionadas, en las que cabe destacar una composición de fase móvil A 0,1 % TEAA 1M en agua desionizada y fase móvil B 0,1 % TEAA 1M en agua desionizada : ACN 50:50, aplicando gradiente. Se obtiene una reproducibilidad del 2,05 % (DER %). Por TEM (*Transmission Electron Microscopy*) se confirma la presencia de unidades intactas de ARNm. Los resultados

demuestran la potencialidad del método para el análisis cuantitativo del ARNm encapsulado en NPLs.



1. Redenti et al. (2026). Colloids Surf. B, 115675.
2. EMA (2025). Guideline on mRNA vaccines, (Scientific Guideline).
3. Baena Álvarez (2024).. TFM - Univ. Granada.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-018

Desarrollo de un aptasensor fluorescente para la detección de proteínas alergénicas del cacahuete

Carmen Mezquita-Blanch Deneb Jiménez-González, Miriam Beneito-Cambra, Héctor Martínez-Pérez-Cejuela, Ernesto F. Simó-Alfonso

Grupo CLECEM, Departamento de Química Analítica, Universidad de València, Burjassot, Valencia (España)

La alergia asociada al consumo de cacahuete constituye un grave problema a nivel mundial debido a su amplia extensión, lo que supone un desafío para la seguridad alimentaria. Esto pone de manifiesto la necesidad de desarrollar nuevas metodologías sensibles y selectivas para la detección de estas sustancias alergénicas. Actualmente se emplean sistemas de detección y cuantificación basados en el empleo de técnicas como son ELISA y PCR, ambas costosas y de largo tiempo de análisis. basados en el uso de sistemas de detección ELISA y PCR. En este estudio se plantea el desarrollo de una metodología rápida y fiable para la detección y cuantificación de la proteína Ara H1 basada en el uso de aptámeros en plataformas portátiles fluorescentes. Un aptámero es una cadena de oligonucleótidos de ADN o ARN de cadena sencilla que presenta estructura tridimensional compleja capaz de unirse con alta especificidad a una molécula diana, funcionando como “anticuerpos químicos”. Además, estas cadenas pueden modificarse químicamente, lo que les permite adquirir una variedad de nuevas características adecuadas para diversas aplicaciones, como, por ejemplo, la incorporación de grupos cromóforos, fluoróforos, etc.

En este contexto, se plantea el uso de diversos aptámeros capaces de identificar la proteína Ara H1 derivatizados con un grupo FAM (6-carboxifluoresceína), que le confiere propiedades fluorescentes. Además, se incluyeron otros modificadores de la estructura como grupos amino terminal ($-NH_2$) y/o diversos espaciadores. El método desarrollado se ensayó empleando sistemas de prueba dermatológica de concentración de Ara H1 de concentración conocida, determinándose el límite de detección y el rango dinámico lineal de la metodología propuesta. Posteriormente, el método se aplicó a la cuantificación de Ara H1 presente en diversos alimentos con posibles trazas de cacahuete y/o derivados directos de éste. Se compararon los resultados obtenidos utilizando diferentes métodos de extracción. El contenido de proteínas se determinó colorimétricamente mediante el reactivo de Bradford, mediante electroforesis en gel de poliacrilamida con dodecilsulfato sódico para el perfil lipídico y el contenido relativo de cada proteína mediante HPLC-MS. Finalmente, se realizó un estudio de posibles interferentes procedentes de otras proteínas presentes en el cacahuete, comprobando así la selectividad de la metodología propuesta.

Agradecimientos

Este estudio fue financiado por la Agencia Española de Investigación del Ministerio de Ciencia e Innovación (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) y por el “ERDF A way of making Europe” a través del proyecto PID2021-125459OB-I00. Este artículo se basa en el trabajo realizado en el Grupo Especializado de Preparación de Muestras de la Sociedad Española de Química Analítica (SEQA).

P2-019

SESI-Orbitrap para la detección directa y en tiempo real de un amplio espectro de aldehídos de estrés oxidativo en aliento

Ana Ballester-Caudet, Lucía García del Pozo, Álvaro Jambrina Montejo, Diego García-Gómez

Universidad de Salamanca, Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología, Facultad de Ciencias Químicas, 37008 Salamanca (España)

Los procesos de peroxidación lipídica generan una amplia variedad de aldehídos volátiles y semivolátiles, incluyendo aldehídos de cadena lineal (p. ej., pentanal, hexanal y heptanal) y compuestos más complejos como el malondialdehído y el 4-hidroxinonenal, ampliamente reconocidos como biomarcadores de estrés oxidativo¹. La determinación de estos compuestos continúa siendo un reto analítico debido a su elevada reactividad, a sus bajas concentraciones y a la necesidad de metodologías que permitan su monitorización en tiempo real.

El objetivo de este trabajo es desarrollar una metodología analítica innovadora para la detección directa y en tiempo real de un amplio espectro de aldehídos derivados de la peroxidación lipídica en muestras de aliento mediante el acoplamiento de ionización secundaria por electrospray (SESI)² con espectrometría de masas de alta resolución basada en un analizador Orbitrap. La metodología propuesta permite el análisis directo de un gran número de aldehídos en fase gaseosa sin necesidad de tratamiento previo del aliento, lo que posibilita la monitorización continua de los analitos y la identificación fiable de los compuestos diana gracias al elevado poder de resolución del analizador Orbitrap.

Los resultados demuestran la capacidad de la técnica SESI-Orbitrap para detectar en tiempo real un amplio rango de aldehídos, abarcando tanto compuestos de bajo peso molecular como especies estructuralmente más complejas asociadas a la oxidación lipídica. La metodología proporciona una alta sensibilidad y una rápida respuesta, lo que permitiría el seguimiento dinámico de procesos oxidativos.

Agradecimientos

Universidad de Salamanca. Programa I. Proyectos de Investigación, modalidad B2. “Desarrollo de metodologías rápidas y en tiempo real para la determinación de aldehídos en muestras biológicas”.

Referencias

1. Allowitz et al. (2014). *Current Neuropharmacology*, 23, 671.
2. Luo et al. (2026). *Mass Spectrometry Reviews*, 45, 392.
3. Luo et al. (2021). *Anal. Chim. Acta*, 1150, 338209.

Enfoque analítico combinado para el estudio de nanopartículas biogénicas de selenio y su corona proteica

Andrés Suárez Priede^{a,b}, Paula Díez^{b,c}, Mario Corte-Rodríguez^{a,b}, Jörg Bettmer^{a,b}

^aDepartamento de Química Física y Analítica, Universidad de Oviedo (España)

^bInstituto de Investigación Sanitaria del Principado de Asturias (ISPA) (España)

^cDepartamento de Biología Funcional, Universidad de Oviedo (España)

Las nanopartículas de selenio (SeNPs) se consideran una de las especies de selenio más relevantes en aplicaciones biomédicas debido a su menor toxicidad y mayor biodisponibilidad en comparación con otras formas de selenio, así como por sus propiedades antioxidantes y antimicrobianas¹. En particular, las SeNPs biogénicas sintetizadas por sistemas biológicos presentan una mayor biocompatibilidad y estabilidad. Una de sus características más distintivas es la presencia de una capa superficial de biomoléculas, conocida como corona proteica, formada a partir de los compuestos presentes en el medio biológico donde se generan dichas nanopartículas. Esta corona desempeña un papel clave en la estabilidad, las propiedades superficiales y el comportamiento biológico de estas nanoestructuras. Sin embargo, su caracterización en nanopartículas formadas de manera biogénica sigue siendo muy limitada, y su potencial para comprender los mecanismos de formación de estas nanoestructuras ha sido escasamente explorado².

En este trabajo se presenta un enfoque analítico para el estudio de SeNPs biogénicas producidas por distintas especies de setas comestibles. El estudio se centró en la detección de selenio en forma nanoparticulada, así como en la caracterización de la población de nanopartículas y de su corona proteica asociada. Para ello, se optimizó un procedimiento de extracción que permite aislar las nanopartículas a partir de tejidos biológicos complejos. La caracterización de las nanoestructuras se llevó a cabo mediante *single particle* ICP-MS (SP-ICP-MS), proporcionando información cuantitativa sobre la masa, el tamaño y la concentración numérica de partículas³.

Adicionalmente, se desarrolló un protocolo específico para el aislamiento selectivo de las proteínas fuertemente asociadas a las nanopartículas. Estas fueron identificadas mediante LC-MS/MS y analizadas mediante herramientas proteómicas empleando bases de datos de proteínas. Este enfoque combinado permite obtener información tanto elemental como molecular, aportando una visión más completa de las nanopartículas biogénicas y contribuyendo a la comprensión de los mecanismos implicados en su formación.

Referencias

1. Sanmartín et al. (2012). *Int. J. Mol. Sci.*, 13, 9649.
2. Suárez Priede et al. (2026). *Anal. Bioanal. Chem.*, 418, 415.
3. LeBlanc et al. (2024). *Anal. Bioanal. Chem.*, 416, 2761.

P2-021

Chemical exposome analysis in serum of pregnant women from the INSULIN Cohort using GC(Q)-Orbitrap

Allison Jiménez-Nieto¹, David Izquierdo-Sandoval¹, Ana Megia^{4,5}, Mónica Ballesteros^{4,5}, Albert Guarque^{4,5}, Tania Portolés¹, Ruben Gil-Solsona², Pablo Gago-Ferrero², Montse Marquès²

¹ Research Institute for Pesticides and Water (IUPA), Universitat Jaume I, Spain. ² Institute of Environmental Assessment and Water Research (IDAEA), CSIC, Spain. ³ Laboratory of Toxicology and Environmental Health (LSTM) – TecNATox, School of Medicine, Universitat Rovira e Virgili, Spain. ⁴ Hospital Universitari de Tarragona Joan XXIII, Spain. ⁵ Institut d'Investigació Sanitària Pere Virgili, Spain

The exposome encompasses all environmental exposures humans experience from birth onward, including internal factors (stress), general external factors (climate), and specific external factors (pollution, diet). Even low-level exposure to chemical contaminants can have adverse health effects [1], a concern that is particularly acute for pregnant women. Given that exposure to certain compounds can affect both maternal and fetal health, characterizing the chemical exposome in this vulnerable population is essential to understand the biological impact of residing near large-scale industrial areas. In such environments, chronic exposure to complex mixtures of pollutants may significantly increase the overall chemical burden. In this study, approximately 200 serum samples from pregnant women participating in the INSULIN cohort [2] were analyzed to characterize their chemical exposome. We applied a validated analytical method covering 198 analytes – pesticides, polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs), alkyl-PAHs, polychlorinated biphenyls (PCBs), and organophosphorus compounds (OPEs) – based on liquid-liquid extraction with an additional clean-up freezing step, followed by analysis using GC(Q)-Orbitrap (LOQ: 2 ng/mL) [3]. Targeted analysis detected 23 lipophilic compounds in serum, including PAHs, alkyl-PAHs, PCBs, and organophosphate pesticides. Non-targeted analysis identified 122 additional chemical compounds absent from our in-house database, including personal care products (PCPs), pesticides, anesthetics, petroleum-derived compounds, among others. Linear regression analysis indicated a significant association between the proximity to petrochemical complex in the area and the occurrence of some compounds, such as anthracene-2-ethyl and dibutyl phthalate. These results illustrate the value of combining GC(Q)-Orbitrap-based HRMS with regression-based statistical modelling to characterize the chemical exposome of pregnant women and identify residential proximity to industrial areas as a determinant of exposure.

Acknowledgments: We extend our sincere gratitude to all the participants of the cohort INSULIN for their invaluable contributions to this study. Montse Marquès received funding from Ramón y Cajal programme. This work has been developed under the financial support of Ministry of Sciences, Innovation and Universities and European Union “Next Generation EU” (CNS2023-145113) received by Tania Portolés.

References: [1] C.P. Wild. (2012). J.Int J. Epidemiol, 41, 24-32. [2] Marquès et al. (2025). Res Sq, pre-print. [3] Jiménez-Nieto et al. (2026). Talanta, 298, 128897

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-022

Assessment of environmental pollution by polymer inclusion membranes

Enriqueta Anticó, Berta Alcalde, Ivonne Quintanilla, Nasim Khatir, Magdalena Cifuentes-Cabezas, Clàudia Fontàs

Department of Chemistry. University of Girona. 17003 Girona. Spain. enriqueta.antico@udg.edu

Nowadays, the development of innovative analytical tools for sample treatment and preconcentration is crucial for the effective assessment of environmental pollutants. This progress is driven by a growing demand for more sustainable materials that are easy to prepare, handle, and offer enhanced performance. In this context, polymer inclusion membranes (PIMs) have demonstrated their usefulness in myriads of applications for inorganic and organic compounds. PIMs fabricated using greener components, offering greater stability and ease of deployment, can serve not only as a material for sample preparation but also as effective screening tools, providing qualitative information on the presence or absence of metal pollution in both nearby and remote areas.

PIMs are prepared with three main components: a polymer, an extractant and a modifier (traditionally a plasticizer). Ionic liquids, deep eutectic solvents, multiwalled carbon nanotubes or biochars have recently been used in PIMs formulation as greener alternatives instead of classical extractants.

PIMs have been successfully applied for metal speciation [1], for the detection of nutrients in river waters and as passive samplers for in situ measurement of time-weighted average (TWA) metal concentrations in Catalan rivers [2].

Additionally, PIMs fabricated with biodegradable polymers and modified with eutectic mixtures have emerged as promising alternatives to conventional sorbent phases for preconcentration of hormones, pesticides, and musk fragrances [3].

This communication provides an overview of relevant PIM applications for water pollutants, including organic compounds, nutrients, and metals, highlighting their potential as versatile, sustainable, and cost-effective tools for environmental monitoring and assessment.

Acknowledgments

Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades through project PID2022-140312NB C22/MICIU/AEI/10.13039/501100011033/FEDER is acknowledged for the financial support.

References

- [1] Alcalde, B. et al. (2021), *Applied Science*, 11, 10404.
- [2] Alcalde, B. et al. (2025) *Environmental Technology & Innovation*, 38,104082.
- [3] Quintanilla, I. et al. (2024) *Analytica Chimica Acta*, 1318, 342940.

P2-023

Inmovilización de clara de huevo sobre papel como intercambiador catiónico débil sostenible para la determinación de antidepresivos en muestras de saliva

Ana M. Pedraza-Soto, Rafael Lucena, Soledad Cárdenas

Affordable and Sustainable Sample Preparation research group, Departamento de Química Analítica, Instituto Químico para la Energía y el Medioambiente (IQUEMA), Universidad de Córdoba, España

Los materiales adsorbentes basados en proteínas son alternativas ideales para aplicaciones en bioanálisis debido a su amplia disponibilidad, asequibilidad y biocompatibilidad. Su complejidad estructural deriva en numerosos grupos funcionales útiles para el aislamiento de los compuestos objetivo mediante diferentes, y en ocasiones combinados, mecanismos de interacción. Sin embargo, la mayoría de estos materiales requieren de procedimientos de funcionalización adicionales para mejorar su capacidad de extracción, selectividad, o incluso su estabilidad mecánica. La clara de huevo de gallina (CH) resulta interesante en este sentido debido a su capacidad de autoreticulación tras procesos de desnaturalización térmica, formando materiales tipo gel sin necesidad de aditivos adicionales y simplificando en gran medida la síntesis de materiales derivados. La ovoalbúmina es la proteína principal de CH, siendo adecuada para interactuar con analitos básicos mediante un mecanismo de interacción de modo mixto, combinando interacciones hidrofóbicas e intercambio catiónico a pH fisiológico. En esta comunicación se propone la inmovilización de CH sobre papel para la obtención de un biocomposite con elevada porosidad y área superficial. Para ello, se utiliza CH pasteurizada (adquirida en un supermercado local) para recubrir papel de filtro usando la técnica *dip-coating*. Para ello, el papel se sumerge en la clara de huevo, y después se seca para conseguir la evaporación del agua y la desnaturalización de las proteínas sobre la superficie del sustrato. La síntesis destaca por su simplicidad y bajo coste, ya que se pueden preparar hasta 25 fases adsorbentes con tan solo 1 mL de CH. La excelente capacidad sorbente del material se demostró mediante la extracción de antidepresivos de segunda generación (fluoxetina, paroxetina, sertralina y venlafaxina) en muestras de saliva, combinada con un análisis instrumental rápido mediante espectrometría de masas en la modalidad de infusión directa. Tras la optimización de las principales variables que afectan al proceso, el método desarrollado permitió alcanzar límites de detección competitivos. Por último, el método se aplicó a muestras reales de saliva de un voluntario bajo tratamiento continuo con paroxetina, demostrando así su buen aplicabilidad y eficacia.

Agradecimientos

Ana M. Pedraza-Soto agradece al Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades por la ayuda predoctoral recibida (Ref. FPU22/01752). Este trabajo ha sido financiado por el proyecto PID2023-146313OB-I00 (MICIU/AEI/10.13039/501100011033).

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-024

Preparación de unidades de extracción en papel basadas en el uso de líquidos iónicos poliméricos modificados con grafeno

Juan Luis Reyes-Fernández^a, Beatriz Fresco-Cala^a, Rafael Lucena^a, Soledad Cárdenas^a.

^aAffordable and Sustainable Sample Preparation research group, Departamento de Química Analítica, Instituto Químico para la Energía y el Medioambiente (IQUEMA), Universidad de Córdoba, Spain.

El desarrollo de sorbentes de extracción simples, de bajo coste y eficientes sigue siendo uno de los grandes desafíos de la Química Analítica. En este contexto, los soportes basados en celulosa, como el papel de filtro, resultan especialmente atractivos debido a su bajo coste, amplia disponibilidad, versatilidad de uso y sostenibilidad. Sin embargo, lograr una funcionalización estable y reproducible sigue siendo una tarea compleja y, a menudo, limita su aplicación práctica.

En esta comunicación, se describe la preparación de nuevas unidades de extracción basadas en papel. Para ello, se modificaron papeles de filtro con líquidos iónicos poliméricos (PILs) mediante una estrategia de anclaje covalente basada en su modificación previa con (3-aminopropil)triétoxisilano (APTES) y glutaraldehído. Los PILs se sintetizaron mediante la reacción de Radziszewski y posteriormente se hicieron pasar a través del papel con ayuda de una bomba de jeringa para su anclaje. Se optimizaron las variables relacionadas con la modificación de la superficie del papel (concentración de APTES y el medio de reacción), que resultó en una modificación homogénea y en un anclaje reproducible del PIL. Además, la síntesis térmica convencional (24 h) se sustituyó por una polimerización asistida por microondas, reduciendo el tiempo de reacción a solo 20 min. También se estudiaron las variables relacionadas con el rendimiento de extracción, así como la incorporación de grafeno en la red de PIL. Por último, se evaluó el rendimiento de las unidades de extracción desarrolladas tanto de forma semicuantitativa como cuantitativa. En los experimentos semicuantitativos, se empleó naranja de metilo como analito y la adsorción sobre los papeles se confirmó tanto por inspección visual como mediante medidas fotométricas. El estudio cuantitativo se llevó a cabo usando cromatografía líquida de alta resolución con detección ultravioleta (HPLC-UV), y seleccionando sulfadiazina y aspirina como analitos. Finalmente, se caracterizó el recubrimiento superficial y la morfología del papel modificado con PILs mediante microscopía electrónica de barrido (SEM).

Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado por el proyecto PID2023-146313OB-I00 (MICIU/AEI/10.13039/501100011033).

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-025

Lipidómica espacial mediante MALDI-MSI en tejido testicular de rata

Estefanía García Calvo^a, Cristina Gutiérrez López^a, Gabriel A. Peñalver^{a,b}, Jose L. Luque García^{a,b}

^aUnidad de Espectrometría de Masas, Centros de Apoyo a la Investigación. Universidad Complutense de Madrid, Madrid (España)

^bDepartamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias Químicas. Universidad Complutense de Madrid, Madrid (España)

La lipidómica espacial se ha consolidado como una herramienta clave para investigar la organización molecular de los tejidos biológicos, al integrar el análisis lipídico con información espacialmente resuelta. En este contexto, la espectrometría de masas con imagen basada en desorción/ionización por láser asistida por matriz (MALDI-MSI) ha emergido como una plataforma fundamental para mapear la distribución de lípidos directamente en secciones tisulares sin necesidad de marcaje.

En este trabajo, se ha realizado un estudio de lipidómica no dirigida mediante MALDI-MSI para la identificación de las principales clases de lípidos, a través de sus patrones característicos de ionización y fragmentación, en tejido testicular de rata. Para ello se utilizaron muestras previamente seccionadas, sobre las cuales se depositó, de manera automatizada, la matriz adecuada mediante un sistema de aplicación controlado, garantizando así una distribución homogénea y reproducible.

El análisis se llevó a cabo mediante MALDI-MSI empleando un rango de masas aproximado de m/z 300–1300, lo que permitió realizar un barrido global enfocado principalmente en la detección de fosfolípidos. Entre las especies identificadas se incluyen fosfatidilcolinas (PC), fosfatidiletanolaminas (PE), fosfatidilinositoles (PI), fosfatidilácidos (PA) y fosfatidilglicerol (PG), entre otros. Asimismo, se consideraron enfoques analíticos complementarios orientados a la detección de lípidos de menor tamaño, como ácidos grasos libres y lisofosfolípidos.

En conjunto, estos resultados ponen de manifiesto el potencial de MALDI-MSI como una herramienta clave para el análisis espacial no dirigido de lípidos, permitiendo no solo la identificación de múltiples clases lipídicas en un amplio rango de masas, sino también la visualización de su distribución espacial en el tejido.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-026

Application of natural deep eutectic solvents in the analysis of regulated polycyclic aromatic hydrocarbons in fish oil-based dietary supplements

Rubén Cordero^{a,b}, Lourdes Ramos^a, Belén Gómara^a

^aDepartamento de Análisis Instrumental y Química Ambiental (AIQA), Instituto de Química Orgánica General (IQOG), Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC), C/ Juan de la Cierva, 3, 28006 Madrid, (España)

^bPrograma de Doctorado en Ciencias, Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología, Universidad Rey Juan Carlos, C/ Tulipán s/n, 28933 Móstoles, (España)

The consumption of fish oil-based dietary supplements is generally associated with health benefits. However, the potential presence of contaminants of different nature, which may bioaccumulate in the marine ecosystem and be transferred along the food chain, makes it mandatory to evaluate the safety of these supplements. Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) are lipophilic microcontaminants that can be present in this type of sample. The determination of PAHs in complex matrices, such as oils, typically involves laborious multi-step sample preparation procedures, relying on fossil-based volatile organic solvents (VOSs), for their extraction and subsequent isolation from co-extracted interferences. Currently, several strategies have been proposed to improve the sustainability of these methodologies. One of them involves replacing VOSs with more environmentally friendly solvents, such as natural deep eutectic solvents (NADESs). The aim of this work was to evaluate the use of NADESs as an alternative to VOSs for the determination of PAHs in fish oil-based dietary supplements. The optimized method consisted of the vortexing of 0.5 g of oil with 1 mL of acetonitrile, 4 mL of hexane, and 1 mL of the selected NADES (choline chloride:urea 1:2 with 5% water) for 1 min, followed by the purification of the acetonitrile phase on an activated silica column (0.6 g, elution with 4.5 mL hexane:DCM, 3:2). The eluate was then concentrated, reconstituted in isooctane, and analyzed by gas chromatography coupled to quadrupole mass spectrometry (GC-qMS) without any further treatment. The methodology provided satisfactory recoveries and precisions at the maximum level established for these compounds in current legislation [1] and below. Its application to commercial supplement samples confirmed the absence of the regulated PAHs in these products.

Acknowledgements

This work is part of project PID2023-149799OB-C21, funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and by FEDER/UE. R.C. acknowledges the Spanish Ministry of Science, Innovation, and Universities for the financial support received through the FPU grant (FPU24/00943). This article is based on work from the Sample Preparation Study Group and Network, supported by the Division of Analytical Chemistry of the European Chemical Society (EuChemS).

References: [1] European Commission (2023). Off. J. Eur. Union, L119, 103.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-027

Desarrollo de nuevas nanoterapias dirigidas basadas en selenio frente a la tuberculosis

Roberto Álvarez-Fernández García^a, María Del Pilar Buendía Nacarino^a, Jose L. Luque-García^a

^aDepartamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid, (España)

La tuberculosis (Tb), causada por el bacilo *Mycobacterium tuberculosis* (Mtb), continúa siendo una de las principales causas de mortalidad por enfermedad infecciosa a nivel mundial. La aparición de cepas multirresistentes y la limitada eficacia de los tratamientos antibióticos convencionales ponen de manifiesto la necesidad de desarrollar nuevas estrategias terapéuticas. En este contexto, la nanotecnología surge como herramienta prometedora, destacando las nanopartículas de selenio (SeNPs) por sus propiedades antimicrobianas.

El objetivo de este trabajo es la síntesis, caracterización y evaluación funcional de SeNPs funcionalizadas con manosa (Man-SeNPs) para favorecer su internalización selectiva en macrófagos, a través de la interacción con receptores de manosa sobreexpresados en sus membranas celulares. En esta comunicación se describe la ruta de síntesis de las nanopartículas propuestas, así como su exhaustiva caracterización fisicoquímica mediante una combinación de técnicas como TEM, EDS, FTIR y DLS.

Asimismo, se evaluó su potencial bactericida mediante la determinación de la concentración mínima inhibitoria (MIC) frente a un modelo no patógeno de micobacteria, así como su capacidad de internalizarse preferentemente en macrófagos humanos en comparación con las mismas nanopartículas estabilizadas con quitosano (Ch-SeNPs). Paralelamente, en un modelo de infección *in vitro*, las Man-SeNPs demostraron una notable capacidad de reducir la carga bacteriana intracelular.

Finalmente, un análisis de proteómica label-free reveló alteraciones significativas en proteínas relacionadas con procesos esenciales del patógeno tras su exposición a las nanopartículas propuestas.

En conjunto, los resultados obtenidos evidencian el potencial de las Man-SeNPs como estrategia terapéutica innovadora frente a la tuberculosis, combinando su actividad antimicrobiana, direccionamiento celular activo y efectos a nivel molecular sobre el patógeno. Este enfoque podría contribuir al desarrollo de nuevas alternativas terapéuticas para el tratamiento de infecciones por micobacterias, particularmente en aquellas causadas por cepas resistentes a los antibióticos convencionales y minimizando sus efectos secundarios.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Evaluación de los efectos genéticos sobre la homeostasis del fósforo mediante “single cell ICP-MS” y de la formación de nanopartículas de polifosfato en *Streptomyces coelicolor*

Gemma Fernández-García^a, Paula García-Cancela^a, Ángel Manteca^b, Jörg Bettmer^a, María Montes-Bayón^a. e-mail: gemmafg94@gmail.com

^a Departamento de Física y Química analítica, e Instituto de Investigación Sanitaria del Principado de Asturias (ISPA). Oviedo, España.

^b Departamento de Biología Funcional, Facultad de Biología, Universidad de Oviedo, e Instituto de Investigación Sanitaria del Principado de Asturias (ISPA). Oviedo, España.

El fósforo es un elemento esencial en el metabolismo bacteriano y desempeña un papel clave en la regulación metabólica en *Streptomyces coelicolor*. En este contexto, el regulador transcripcional *sco1897*, de la familia DeoR, participa en la coordinación del metabolismo, desarrollo y homeostasis del fosfato¹. Su expresión aumenta en fases tardías del crecimiento, y su interrupción provoca menor producción de metabolitos especializados, cambios morfológicos y mayor contenido de fósforo en esporas¹.

El mutante *sco1897* (*sco1897::Tn5*) presenta expresión diferencial de 1.420 genes respecto a la cepa silvestre. Este gen se localiza junto a un operón (*sco1898–1900*) que codifica un transportador ABC de carbohidratos¹. *Sco1897* actúa como represor de este operón, de su propia expresión y del gen *pstS*, implicado en la captación de fosfato¹.

En este estudio se emplea ICP-MS de célula única (sc-ICP-MS) para cuantificar fósforo en esporas individuales del mutante *sco1897*². Tras optimizar la preparación de muestras y condiciones instrumentales, incluyendo el uso de ICP-MS de triple cuadrupolo y soluciones libres de fósforo, se redujeron interferencias y se mejoró la sensibilidad. Los tiempos de adquisición cortos aumentaron la sensibilidad y redujeron la variabilidad².

Los resultados muestran que el mutante *sco1897* presenta aproximadamente el doble de fósforo por espora respecto a la cepa silvestre². Además, el análisis cromatográfico acoplado a ICP-MS permitió detectar por primera vez fósforo particulado compatible con gránulos de polifosfato (volutina), confirmados mediante microscopía electrónica y confocal con DAPI².

En conjunto, el estudio establece un marco metodológico para la determinación de fósforo a nivel de célula única y nanopartículas en actinobacterias, relacionando regulación genética y acumulación intracelular².

Referencias:

1 Fernández-García et al. (2024). *Commun. Biol.*, 7, 1457.

2 García-Cancela et al. (2026). *Talanta*, 129717.

P2-029

Revalorization of astaxanthin from marine waste using green extraction techniques

Joana García de Mendoza^a, Mercè Granados^{a,b}, Sònia Sentellas^{a,b,c}, Javier Saurina^{a,b}, Oscar Núñez^{a,b,c}

^aDepartment of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, University of Barcelona (Spain)

^bResearch Institute of Nutrition and Food Safety-University of Barcelona (Spain)

^cSerra Húnter Fellow, Generalitat de Catalunya (Spain)

Astaxanthin is a red-orange carotenoid pigment found in crustaceans and widely used in food, biomedical, and cosmetic industries due to its powerful antioxidant properties. However, large quantities of marine by-products generated by the maritime and aquaculture sectors are often discarded, contributing to environmental pollution and inefficient use of resources. Valorizing these by-products as a sustainable source of astaxanthin aligns with circular economy principles and supports the transition toward a greener industrial practice.

The aim of this study was to evaluate and compare different solvents and extraction techniques for the recovery of astaxanthin from crustacean by-products, with the focus on identifying greener and more efficient alternatives. Dry shrimp and lobster skin by-product samples were ground, homogenized, and extracted using four conventional solvents (acetone, acetonitrile, chloroform, and ethanol) as well as Natural Deep Eutectic Solvents (NaDES). Two extraction techniques, conventional solvent extraction and ultrasound-assisted extraction (UAE), were compared, and the extraction efficiency evaluated by studying the extracted astaxanthins and related compounds using C18 reversed-phase HPLC-UV.

Among the conventional solvents, acetone yielded the highest extraction efficiency. Hydrophobic NaDES produced comparable extraction values to acetone, offering a greener alternative. UAE outperformed conventional extraction, achieving higher astaxanthin yields in shorter times and consequently with lower energy consumption. The two crustacean by-products matrices studied revealed distinct astaxanthin profiles, with differences in the proportion of free versus esterified forms depending on the sample type. In addition, LC-HRMS was employed for the confirmation and identification of the extracted astaxanthin compounds. These findings highlight the potential of combining green solvents and efficient extraction techniques for the sustainable recovery of astaxanthin from crustacean by-product residues.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-030

Caracterización de compuestos orgánicos volátiles en ovejas: hacia una huella química del estro.

Ricardo López^a, Rosaura Pérez-Pe^b, Adriana Casao^b, José Alfonso Abecia^b, Pilar Pina^c, Marta Lafuente^b, Ignacio Ontañón^a

^aLaboratorio de Análisis del Aroma y Enología, Facultad de Ciencias, Instituto Agroalimentario de Aragón IA2 (Universidad de Zaragoza-CITA), C/Pedro Cerbuna, 12, 50009, Zaragoza, Spain.

^bGrupo BIOFITER-Instituto Universitario de Investigación en Ciencias Ambientales de Aragón (IUCA), Universidad de Zaragoza, Facultad de Veterinaria, Miguel Servet 177, 50013 Zaragoza, Spain.

^cInstituto de Nanociencia y Materiales de Aragón (UNIZAR-CSIC), C/Pedro Cerbuna s/n, 50009, Zaragoza, Spain.

El sector ganadero se enfrenta a retos crecientes relacionados con la sostenibilidad, el bienestar animal y la demanda de los consumidores de productos «limpios, ecológicos y éticos». Ante la creciente restricción de la sincronización hormonal, surge la necesidad urgente de métodos eficientes y no invasivos para la detección del celo. Las ovejas no manifiestan signos externos de celo, sin embargo, los machos enteros son capaces de detectar las hembras en celo mediante señales olfativas. Hasta la fecha, no se han reportado en la literatura científica las moléculas volátiles responsables de este comportamiento de los machos ovinos.

El proyecto ESTRONOSE tiene como objetivo el diseño de un método de detección de celo en la oveja basado en los cambios de su volatiloma. En esta comunicación se presentan los resultados de un experimento realizado con 20 ovejas en las que se detectó celo natural por marcaje del macho. Se recogieron muestras de heces e hisopos de la zona vaginal, tanto durante el periodo de estro como en la fase de diestro (8-12 días después).

Tras una optimización de las condiciones de muestreo y extracción de los compuestos, el perfil de volátiles de las muestras fue analizado mediante microextracción en fase sólida (SPME) con una fibra de DVB/CAR/PDMS acoplado a cromatografía de gases-espectrometría de masas (GC-MS). Los cromatogramas obtenidos de las muestras de hisopos vaginales fueron sometidos a un estudio no dirigido con el software PARADISE resultando en un total de 324 picos cromatográficos, de los cuales 200 mostraron diferencias significativas entre cada oveja en celo y fuera de celo. Tras diferentes tratamientos estadísticos y filtrados asociados a la coherencia biológica, se pudieron identificar 13 compuestos candidatos a ser marcadores del celo, predominantemente de la familia de los alquilfuranos, presentes en mayores concentraciones durante el estro. Estos hallazgos, fundamentan el desarrollo actual de un dispositivo portable con principio óptico de transducción para la detección no invasiva del celo.

Agradecimientos

Proyecto A17_24 Gobierno de Aragón, I-2020/012/PIP SERSING (H2020 nºGA 883390), PID2022-142451OB-C22.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-031

Titanium Dioxide-Based Solid-Phase Extraction for the Determination of Glyphosate and AMPA in Natural Waters

Clàudia Fontàs, Juan M. Sánchez

Chemistry Department, Universitat de Girona (Spain)

Glyphosate (GLP) is one of the most widely used herbicides worldwide. This compound is an amphoteric molecule that is highly soluble in water, which favors its transport into aquatic systems and increases the risk of contamination of water resources. Aminomethylphosphoric acid (AMPA) is its main metabolite, and both compounds are commonly detected in water following herbicide application. In recent years, titanium dioxide (TiO_2) has attracted increasing interest for the adsorption of organic phosphonates such as GLP and AMPA [1]. The present study aims to evaluate the use of TiO_2 for the adsorption of GLP and AMPA and to determine whether it can be applied in a solid-phase extraction (SPE) configuration for the concentration and analysis of these analytes. Commercial TiO_2 (Adsorbisia As6000) from Dow Chemical Ibérica was used for SPE configuration. Spiked water samples at pH 3-4 were passed through SPE tubes (0.2 g TiO_2) at a controlled flow rate. The samples were derivatized with 6-aminoquinolyl-N-hydroxysuccinimidyl carbamate (AQC) prior to HPLC-FLD analysis [2]. Preliminary batch experiments showed that effective adsorption of GLP and AMPA from spiked water samples could be achieved in less than 0.5 h. Sorption kinetics had a significant effect when TiO_2 was used in SPE configuration, and adsorption was found to be poor (<60%) for both analytes at flow rates $\geq 2 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$. GLP exhibited faster adsorption and was quantitatively retained at flow rates $< 1.7 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$. However, flows $\leq 0.5 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ were required for effective adsorption of AMPA. Different elution solutions were evaluated, and 0.5 M NaOH was found to be suitable for the elution of both compounds from the TiO_2 surface. It has been reported that TiO_2 nanoparticles can act as photocatalysts, promoting the degradation of GLP adsorbed on their surface at long contact times [3]. Therefore, additional experiments were conducted using 100 mL of natural water samples spiked at $100\text{-}500 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ and a sampling flow rate of $0.42 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ (2 h adsorption). No degradation of GLP was observed in any of the analyzed samples, and quantitative recoveries were obtained for both compounds (from 75 to 115%). The method was compared with a commercial anion-exchange sorbent (Oasis MAX), and no interference from other anions was observed with TiO_2 , whereas such interferences did occur with the anion-exchange sorbent. Moreover, the clean-achieved with TiO_2 was significantly better, which is particularly important for MS detection, as it results in lower noise and improved sensitivity.

Acknowledgements

The financial support from the Ministerio de Ciencia (MICIU) through project PID2022-140312NB-C22/MCIN/AEI/10.13039/501100011033/FEDER is acknowledge.

References

1. Fauvelle et al. (2015). *Anal Chem*, 87, 6004.
2. Fontàs and Sanchez (2020). *J Sep Sci*, 43, 3931
3. Yang et al. (2019). *Chem Eng J*, 360, 1247.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Especiación de yodo mediante UHPLC-QTOF y su potencial asociación con la microbiota en leche humana caracterizada mediante metataxonómico

Ana Arias-Borrego^{a,b}, Rafael de Fátima Vélez-Pérez^a, Maria Carmen Collado^c, Inés Velasco^d, Berta Soldevila^d, Tamara García-Barrera^a

^aResearch Centre of Natural Resources, Health and the Environment (RENSMA), Department of Chemistry, Faculty of Experimental Sciences, University of Huelva, Campus El Carmen, Fuerzas Armadas Ave., 21007, Huelva, Spain. ^bDepartment of Analytical Chemistry, Faculty of Chemistry, University of Seville, 41012, Spain.

^cInstitute of Agrochemistry and Food Technology-National Research Council (IATA-CSIC), Department of Biotechnology, Agustín Escardino 7. 46980 Paterna, Valencia, Spain. ^dDepartment of Gynaecology & Obstetrics, Hospital Universitari Germans Trias i Pujol, s/n Carretera del Canyet, 08916 Badalona, Spain.

La leche humana (LH) es un fluido bioactivo complejo que contiene componentes endocrinos y microbianos clave para el desarrollo del lactante [1]. Sin embargo, la influencia del estado de yodo materno sobre la interacción entre hormonas tiroideas (HT) y microbiota en LH permanece poco explorada. El objetivo de este estudio fue evaluar el impacto del estado de yodo materno sobre el perfil de HT, la composición microbiana y sus interacciones.

Se analizaron 124 muestras de LH recogidas durante los primeros cuatro meses posparto, clasificadas como suficientes en yodo (C, n = 48) o deficientes (ID, n = 75). Las HT se cuantificaron mediante cromatografía líquida de ultra alta eficacia acoplada a espectrometría de masas de tiempo de vuelo (UHPLC-QTOF), tras una extracción combinada de extracción líquido-líquido y microextracción en fase líquida con fibra hueca (LLE-HF-LPME), y la microbiota se caracterizó mediante secuenciación del gen 16S rRNA. Los datos se analizaron mediante estadística multivariante (PLS-DA/OPLS), test de permutación y análisis de correlación.

La deficiencia de yodo se asoció con mayores niveles de iodotironinas totales, aunque sin diferencias significativas ($p > 0,05$), lo que sugiere mecanismos compensatorios de homeostasis tiroidea. En contraste, el análisis multivariante reveló una clara separación entre los perfiles microbianos de ambos grupos a lo largo del componente predictivo (T score [1], 2,5%), con un solapamiento limitado. La variabilidad intra-grupo se explicó principalmente por el componente ortogonal (26%). La validez del modelo fue confirmada mediante test de permutación ($R^2Y = 0,816$; $p = 0,02$; $Q^2 = 0,104$; $p = 0,01$).

El análisis de variables discriminantes ($VIP > 1$) identificó taxones clave responsables de la separación, destacando *Finexgoldia* ($VIP \approx 2,0$) y *Sphingobium* ($VIP \approx 1,9$), junto con *Candidatus Saccharimonas*, *Blastomonas* y *Pseudomonas* ($VIP \approx 1,8-1,9$). Estos resultados evidencian una reorganización estructurada de la microbiota en función del estado de yodo. Asimismo, el análisis de correlación mostró patrones diferenciales de interacción HT-microbiota, con asociaciones más equilibradas en el grupo control y un predominio de correlaciones negativas en condiciones de deficiencia [2].

En conjunto, estos resultados demuestran que el estado de yodo materno modula el eje endocrino-microbiano en LH, induciendo cambios consistentes en la estructura y las interacciones de la microbiota, con posibles implicaciones en la nutrición y salud neonatal.

Agradecimientos: Este trabajo fue financiado por el proyecto PID2024-155422NB-C21 (Ministerio de Ciencia e Innovación, MCIN; Generación del Conocimiento; MCIN/AEI/10.13039/501100011033/FEDER “Una manera de hacer Europa”). Los autores agradecen al FEDER (Comunidad Europea) el apoyo financiero, subvención UNHU13-1E-161. RFVP agradece al Ministerio de Ciencia e Innovación la concesión de un contrato predoctoral FPI (PRE2021-102165).

Referencias

- [1] Ballard et al. (2013). *Pediatr Clin North Am*, 60, 49.
- [2] Knezevic et al. (2020). *Nutrients*, 12, 1769

P2-033

Integración de metabolómica, metalómica y metataxonómica en aves acuáticas como bioindicadores de contaminación en humedales del suroeste de España

Navarro-Fernández, C.^{a*}; Callejón-Leblic, B.^a; Domínguez-Bustos, A.R.^b; Bernabeu Lorenzo, M.^c; Hortas, F.^b; Collado, M.C.^c; García-Barrera, T.^a

^aCentro de Investigación en Recursos Naturales, Salud y Medio Ambiente (RENSMA). Departamento de Química, Facultad de Ciencias Experimentales, Universidad de Huelva, Campus El Carmen, Avda. Fuerzas Armadas, 21007, Huelva, España.

^bDepartamento de Biología, Instituto de Investigaciones Marinas (INMAR). Universidad de Cádiz. 11510 Puerto Real, España.

^cInstituto de Agroquímica y Tecnología de los Alimentos (IATA-CSIC), Agustín Escardino 7., Valencia. 46980 Paterna, Valencia, España. *cristina.navarro@dqcm.uhu.es

En los humedales del suroeste de España, la proximidad a zonas urbanas e industriales favorece la acumulación de contaminantes, entre los que destacan los metales pesados por sus efectos adversos sobre la calidad del agua y el bienestar de los organismos acuáticos^{1,2}. Estudios previos en estos humedales han caracterizado el perfil metabolómico de muestras de heces de aves acuáticas en dos áreas protegidas (Marismas del Odiel y salinas de la Cetina y la Tapa, en Bahía de Cádiz) identificando metabolitos asociados a estrés oxidativo, causado por la contaminación ambiental, y a rutas metabólicas específicas³. En el presente trabajo ampliamos este enfoque mediante la cuantificación de metales en aguas y suelos, junto a la caracterización de la microbiota intestinal de aves acuáticas, con el objetivo de evaluar su relación con los perfiles metabolómicos previamente descritos. Se analizaron un total de 21 muestras de agua y 14 muestras de suelo mediante espectrometría de masas con plasma acoplado inductivo (ICP-MS), determinándose 21 elementos (Mg, Al, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ti, As, Mo, Se, Cd, Sb, Ba, W, Tl, Pb y U). La microbiota intestinal se caracterizó a partir de muestras fecales mediante secuenciación de ARNr 16S⁴. El análisis de correlación de Spearman reveló asociaciones significativas entre determinados metales (especialmente Ni y Cr) la composición microbiana y metabolitos relacionados con estrés oxidativo y metabolismo de aminoácidos. En conjunto, estos resultados demuestran que la integración de datos multielementales, microbiológicos y metabolómicos proporciona una visión más completa del impacto de la contaminación de metales en aves acuáticas, destacando su potencial como bioindicadores en humedales del suroeste de España.

Referencias

- [1] Burger, J., & Eichhorst, B. 2007. Archives of Environmental Contamination and Toxicology, 53(3), 442-449.
- [2] Burger, J., Gochfeld, M., Jeitner, C., Snigaroff, D., Snigaroff, R., Stamm, T., & Volz, C. D. 2007. Environmental Monitoring and Assessment, 143(1-3), 247-256.
- [3] Navarro-Fernández, C., Callejón-Leblic, B., Domínguez-Bustos, Á. R., Molina, I., Hortas, F., & García-Barrera, T. (2026). ACS ES&T Water, 6(3), 1775–1785.
- [4] Callejón-Leblic, B., Selma-Royo, M., Collado, M. C., Abril, N., & García-Barrera, T. (2021). Journal of Agricultural and Food Chemistry, 69(27), 7652–7662.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-034

Natural deep eutectic solvent ferrofluid based microextraction of illicit substances in overdose post-mortem urine samples determined by UHPLC-MS/MS

D. Gallart-Mateu^a, S. Espí^a, P. Cabarcos-Fernández^{a,b}, A.M. Bermejo-Barrera^b, M. de la Guardia^a

^a Department of Analytical Chemistry, Chemistry Faculty, University of Valencia, Jeroni Munoz Building, 19th Vicent Andrés Estelles Avenue, 46100 Burjassot, Valencia (Spain)

^b Forensic Toxicology Service, Forensic Sciences Institute, Faculty of Medicine, University of Santiago de Compostela, Rúa San Francisco, s/n, 15782 Santiago de Compostela (Spain)

In recent years, numerous microextraction techniques have emerged as alternatives to conventional methodologies, primarily due to their reduced consumption of samples, solvents, and reagents, lower waste generation, and, in some cases, straightforward automation, contributing to the environmental impact and reducing risks. In this work, a sustainable magnetic dispersive solid-phase extraction (MDSPE) methodology based on hydrophobic natural deep eutectic magnetic ferrofluids (NADES-MFFs) followed by UHPLC-MS/MS analysis has been developed for the determination of amphetamine, MDMA, cathinone, methylone, buthylone, cocaine, LSD, ketamine, norketamine, codeine and fentanyl in overdose post-mortem urine samples. For this purpose, several NADES compositions were evaluated. After systematic optimization, nonanoic acid:menthol (1:2 molar ratio) provided the best performance. On the other side, magnetic Fe₃O₄ nanoparticles were synthesized and the mass relation between NADES and magnetic nanoparticles for the ferrofluid formation studied, being selected the ratio 1:5 as suitable. Experimental parameters of the proposed methodology such as the influence of sample pH, extraction time or sample volume were evaluated and selected. The proposed methodology achieved recovery values ranged from 89 to 107%, RSD ≤ 18%, a preconcentration factor of 15, and limits of detection and quantification from 1 to 5 ng L⁻¹ and from 4 to 15 ng L⁻¹ in real urine samples, respectively. Furthermore, the application to six post-mortem urine samples showed statistically comparable results to a reference SPE-UHPLC-MS/MS method. On the other side, the Green character of the proposed methodology was assessed obtaining positive results. As a consequence, the developed NADES-based magnetic system allows a robust and greener alternative that simplifies the workflow and maintains high sensitivity for forensic analytical sample preparation.

Acknowledgments: Authors acknowledge the support of Project PID2024-1625690B-I00 financed by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and by FEDER, UE.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-035

Evaluación de la exposición humana a disruptores endocrinos mediante muestreo no invasivo y LC-MS/MS

Rosalía López-Ruiz^a, Jesús Marín-Sáez^a, Roberto Romero-González^a, Ana Rumi Fernandez^b, Manuel Ángel Rodríguez Maresca^b, Antonia Garrido-Frenich^a

^aGrupo de Investigación "Química Analítica de Contaminantes", Departamento de Química y Física, Centro CIAIMBITAL, Universidad de Almería, ceiA3, E-04120 Almería, España.

^bHospital Universitario Torrecárdenas, E-04009 Almería, Spain

La exposición humana a disruptores endocrinos (EDCs), como bisfenoles (BPs), parabenos y sustancias per- y polifluoroalquiladas (PFAS), es una preocupación de salud pública creciente debido a su ubicuidad en productos de consumo y su asociación con las alteraciones hormonales y desarrollo de cáncer.

Este trabajo presenta el desarrollo, optimización y validación de métodos analíticos robustos basados en el micro-muestreo de gotas de sangre seca (*Dried Blood Spot*, DBS), una alternativa mínimamente invasiva a la venopunción convencional que simplifica la logística de transporte y almacenamiento. La metodología analítica usada se basa en la cromatografía de líquidos acoplada a espectrometría de masas de triple cuadrupolo (LC-QqQ-MS/MS).

Se optimizaron procedimientos de extracción miniaturizados y sostenibles, incluyendo una extracción μ -QuEChERS asistida por ultrasonidos para 13 bisfenoles, y una micro-extracción en fase sólida (μ SPE) en formato de placa de 96 pocillos para 9 parabenos y 11 PFAS. Ambos enfoques incluyen una etapa de deconjugación enzimática con β -glucuronidasa, lo que permite la cuantificación precisa tanto de las formas libres como de las conjugadas (metabolitos) de los analitos estudiados. Los métodos fueron validados mostrando una excelente linealidad ($R^2 > 0.98$), límites de detección y cuantificación a niveles de ultra-trazas (desde 0.01 a 0.5 $\mu\text{g/L}$) y recuperaciones adecuadas (50-120%) con valores de precisión por debajo del 20% (RSD).

La aplicación a 51 muestras permitió detectar con alta frecuencia compuestos como el bisfenol A (BPA) y sus sustitutos (bisfenol S (BPS) y bisfenol C (BPC)), alcanzando concentraciones de hasta 36.37 $\mu\text{g/L}$ para BPS. Asimismo, se observó una presencia ubicua (100% de detección en las muestras) de metilparabeno (MtP) y diversos PFAS, como el ácido perfluorobutanoico (PFBA) y el ácido perfluorooctanoico (PFOA).

En conclusión, este estudio demuestra la idoneidad del muestreo DBS como una herramienta estratégica para el biomonitorio a gran escala y la investigación del exposoma, proporcionando datos críticos sobre la exposición a múltiples contaminantes ambientales de manera eficiente y respetuosa con el medio ambiente.

Agradecimientos: Los autores agradecen al programa de investigación y transferencia de conocimiento de la Universidad de Almería por el apoyo financiero a los proyectos EXPOFEM (P_LANZ_G_2024/001) y EXCOM (P_LANZ_2024/0006). JMS reconoce al gobierno andaluz, al Consejo de Investigación e Innovación Universitaria (CUII) y al Fondo Social Europeo plus (Andalucía ESF+ 2021-2027) por su apoyo financiero (POST_2024_00151).

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Interfase de desorción térmica suave de drogas para su análisis por espectrometría de masas con ionización por plasma frío

Ana M. Pedraza-Soto, **Rafael Lucena**, Soledad Cárdenas

Affordable and Sustainable Sample Preparation research group, Departamento de Química Analítica, Instituto Químico para la Energía y el Medioambiente (IQUEMA), Universidad de Córdoba, España

Las láminas de acero inoxidable recubiertas, conocidas como *Coated Blades* (CB), son dispositivos ampliamente usados en microextracción por su disponibilidad comercial y las ventajas que presentan. Sobre el sustrato metálico se inmovilizan partículas de interacción hidrofílica-lipofílica (HLB) usando para ello un aglutinante polimérico (poliacrilonitrilo generalmente). Su diseño permite la adaptación a distintas modalidades de extracción tanto de muestras líquidas como sólidas, haciendo de ellas un material muy versátil para aplicaciones generales. Además, su acoplamiento directo con espectrometría de masas a presión atmosférica (AIMS por sus siglas en inglés) está ampliamente extendido en la modalidad de *Coated Blade Spray*, en la que los analitos retenidos se eluyen en línea frente a la entrada del espectrómetro de masas, aumentando la sensibilidad de las determinaciones. Sin embargo, estos materiales quedan restringidos a acoplamientos basados en la elución química de los analitos, pero no son compatibles con aplicaciones de desorción térmica debido a que el polímero aglutinante sufre degradación estructural a las temperaturas típicamente usadas para la desorción de compuestos semivolátiles. Por este motivo, esta comunicación propone la combinación de CB comerciales con desorción térmica suave usando SICRIT (*Soft Ionization by Chemical Reaction In Transfer*) como fuente de ionización. Se trata de una técnica de ionización por plasma frío para analitos en fase gaseosa, por lo que se combina generalmente con unidades de desorción térmica previas. Para conseguir una desorción térmica compatible con CB, se ha diseñado una interfase específica que permite emplear condiciones suaves asistiendo el proceso con disolvente. Esta estrategia consiste en depositar 4 microlitros de octanol sobre la lámina antes de colocarla en la interfase, lo que facilita la elución química de los analitos retenidos y su posterior evaporación eficiente a temperaturas moderadas (sobre 100 °C) en tan solo 1,5 minutos. Como prueba de concepto se han determinado analitos semivolátiles típicamente empleados en AIMS (cocaína, codeína, metadona y metanfetamina) en muestras de saliva, permitiendo alcanzar límites de detección competitivos con las técnicas usadas hasta la fecha. Finalmente, el método se ha validado en base a la guía ICH M10, demostrando la eficiente aproximación conseguida.

Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado por el proyecto PID2023-146313OB-I00 (MICIU/AEI/10.13039/501100011033). Ana M. Pedraza-Soto agradece al Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades por la ayuda predoctoral recibida (Ref. FPU22/01752).

P2-037

Multiclass determination of contaminants of emerging concern in coastal bivalves

Lara Méndez, Miguel Cobo, Isaac Rodríguez*, Gabriela Castro

Department of Analytical Chemistry, Nutrition and Food Sciences, ARCUS – Aquatic One Health Research Centre, Universidade de Santiago de Compostela, R/Constantino Candeira, 5, 15782 Santiago de Compostela, Spain

*e-mail: isaac.rodriguez@usc.es

The occurrence of contaminants of emerging concern (CECs) in aquatic environments has been extensively documented in the scientific literature over the past three decades. Municipal wastewater is generally recognized as the primary pathway through which these compounds are introduced into receiving waters. Consequently, CEC concentrations typically exhibit a decreasing gradient from point sources, such as sewage treatment plant (STP) effluents, towards more pristine areas. In these low-impact environments, CECs are often present at ultra-trace levels (sub-ng L⁻¹), posing significant analytical challenges due to limitations in instrumental sensitivity and potential contributions from procedural blanks, particularly in laboratories routinely handling matrices with varying contamination levels.

Filter-feeding organisms have long been employed as sentinel species to monitor the presence and effects of conventional pollutants (i.e. organochlorine compounds and polycyclic aromatic compounds) in aquatic ecosystems. However, their capacity to accumulate CECs and their suitability as indicators of environmental exposure remain insufficiently understood.

The aim of this study is to develop, validate, and apply a targeted multiclass analytical methodology to evaluate the accumulation of CECs in different bivalve species collected from intertidal areas in Northwest Spain. The target analytes include pharmaceuticals, agrochemicals, and other high-production-volume chemicals commonly used in personal care products or as industrial additives. Simultaneous determination of CECs was performed using UHPLC–QqQ–MS following a generic extraction and clean-up procedure.

From the initial list of target compounds, more than ten substances—including pharmaceuticals such as psychiatric drugs, industrial biocides, and polymer additives—were detected and quantified in the analyzed samples, with concentrations up to 50 ng g⁻¹ (dry weight). These results confirm the suitability of filtering bivalves as sentinels of chemical pollution and the impact of certain CEC in the environment of coastal estuaries.

Acknowledgements

Authors acknowledge the financial support received from Xunta de Galicia through the excellence research groups program (ref. ED431C 2025/21). We also thank Agilent for providing free access to the LC-QqQ-MS platform employed in the study.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Association between urinary levels of endocrine-disrupting chemicals (bisphenols and parabens) and weight status in a pediatric population

Carmen López-Sánchez^a, María Martínez-Alvarado^a, Patricia González-Palacios^{a,b}, Alberto Zafra-Gómez^{b,c,d}, Lourdes Rodríguez^{ob,c,e}, Ana Rivas^{a,b,c}, Celia Monteagudo^{a,b,c}

^a Department of Nutrition and Food Sciences, Faculty of Pharmacy, University of Granada, 18071 Granada, (Spain)

^b “José Mataix Verdú” Institute of Nutrition and Food Technology (INYTA), Biomedical Research Centre (CIBM), University of Granada, 18100 Granada, Spain.

^c Instituto de Investigación Biosanitaria ibs.GRANADA, Granada, Spain.

^d Department of Analytical Chemistry, University of Granada, 18071 Granada, Spain.

^e Department of Legal Medicine and Toxicology, Faculty of Medicine, University of Granada, 18016 Granada, Spain.

Children's exposure to endocrine-disrupting chemicals (EDCs), such as bisphenols and parabens, is of great interest because these compounds have been implicated in metabolic disorders and obesity (1). Urine is very useful for the short-term assessment of these compounds, as they remain in the body for only a short time. It is estimated that 90-95 % of these contaminants are excreted within approximately 24 hours (2). The objective of this study was to evaluate the relationship between short-term exposure to EDCs and childhood obesity. Urine samples were collected from 247 cases and controls volunteers. Weight and height were recorded following standardized protocols to calculate BMI. The analysis of samples was performed by dispersive microliquid-liquid extraction (DMLLE) followed by ultra-high-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry (UHPLC-MS/MS). Associations between urinary concentrations and weight status were evaluated using binary logistic regression. Increased exposure was associated with a trend toward excess weight. Among the compounds analyzed, only ethylparaben showed a significant association, particularly in younger children (<6 years) (OR = 1.06; 95% CI: 1.00–1.13; $p < 0.050$), suggesting greater susceptibility during early developmental stages. Concentrations found were high for all compounds, varying by age and sex. Overall, these findings indicate that recent exposure to parabens may increase slightly the risk of childhood obesity, with a more pronounced trend in younger children. Urinary biomonitoring via UHPLC-MS/MS proved effective for assessing recent exposure in children. Larger studies are warranted to confirm these preliminary findings.

Acknowledgments: This study has been funded by the Carlos III Health Institute (ISCIII) through Project PI23/01359 and co-financed by the European Union.

References

1. Boudalia, S. et al. (2021). *BiolImpacts*, 11(4), 289.
2. Dualde, P. et al. (2021). *Int J Environ Res Public Health*, 18(17), 8909.

P2-039

Determinación simultánea de N-metilcarbamatos mediante HPLC-UV: optimización y aplicación a muestras reales

Mónica Palomino-Vasco, Miguel Ángel Vicho-Mendoza, María Isabel Rodríguez-Cáceres, Nielen Mora-Diez

Departamento de Química Analítica. Facultad de Ciencias. Universidad de Extremadura. Avenida de Elvas, S/N, 06006 Badajoz (España)

Los carbamatos son compuestos orgánicos derivados del ácido carbámico. Cuando presentan un grupo metilo unido al nitrógeno, se denominan N-metilcarbamatos. Su empleo como insecticidas se basa en su capacidad de inhibición de la enzima acetilcolinesterasa, lo que provoca la acumulación de acetilcolina y una hiperestimulación del sistema nervioso. Estos compuestos presentan toxicidad para el ser humano, por lo que su uso y límites máximos de residuos están regulados por la Unión Europea¹. En el presente estudio se realizó la determinación de cinco compuestos pertenecientes a la familia de los N-metilcarbamatos, en concreto: pirimicarb, bendiocarb, etiofencarb, fenobucarb y carbaril, sobre los que se aplica un límite máximo de residuos por defecto de 0.01 mg/kg¹.

El objetivo del trabajo fue el desarrollo y optimización de un método rápido, sencillo y asequible para la cuantificación de estos pesticidas. Aunque en la bibliografía se han encontrado trabajos que determinan conjuntamente estos analitos mediante detectores de masas, esta es una primera aproximación a su determinación simultánea empleando un detector fotométrico. El uso de este detector simplifica la aplicación del método, reduciendo el costo del equipamiento necesario y el pretratamiento de las muestras, pero manteniendo la fiabilidad analítica.

Tras la optimización de los parámetros cromatográficos, se logró la separación de los cinco analitos en menos de 10 minutos, empleando un gradiente de ACN y H₂O, trabajando a un flujo de 0.5 mL min⁻¹ y 15°C. En estas condiciones, se obtuvo una repetitividad adecuada, con valores de RSD comprendidos entre el 1.56 y el 2.45%.

Finalmente, se establecieron las condiciones óptimas para la aplicación del método en dos tipos de matrices: agua de río y mosto blanco. Para ambas muestras, se definieron las condiciones de pretratamiento, obteniéndose recuperaciones medias comprendidas entre el 93,05 y el 99,05 %; y entre el 95,3 y el 108,6 %, respectivamente.

Agradecimientos

Los autores agradecen la financiación a Ayuda a Grupos de Investigación de la Junta de Extremadura (GR24111), 85% co-financiada por los Fondos Europeos para el Desarrollo Regional y la Junta de Extremadura. Autoridad de Gestión, Ministerio de Hacienda.

Referencias: [1] Legislación de la UE sobre LMR. <https://ec.europa.eu/food/plant/pesticides/eu-pesticides-database/start/screen/mrls> (último acceso: 13/04/2026).

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-040

Non-invasive early prediction of embryo developmental competence by multi-platform metabolomics of low-volume culture media

Cristina Muñoz-San Martín^a, Isabel Fernández-Prades^a, Miguel Fernández-García^a, Daniel de la Fuente-Toro^b, Laura Amorós-Fernández^a, M^a Fernanda Rey-Stolle^a, Antonia García^a, Alfonso Gutiérrez-Adán^b, Coral Barbas^a, Víctor González-Ruiz^a

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

^bDepartamento de Reproducción Animal, INIA-CSIC, Ctra de la Coruña Km 5.9, 28040 Madrid (Spain)

The early estimation of embryos' developmental fate enables remarkable savings in the resources to culture them *in vitro*. Nevertheless, the analysis of low-volume biological samples (such as embryo culture media, ECM) represents a significant challenge in metabolomics, demanding sensitive and reliable analytical workflows. In this study, we developed dedicated sample preparation strategies followed by a multi-platform MS-based approach for the metabolic profiling of 18 µL-ECM samples collected after 24 h of morula formation during *in vitro* embryo culture, with the goal to identify early discriminant metabolic signatures associated with embryo developmental outcome.

Embryos were classified into three groups according to the eventual outcome of their development: degenerated (D), blastocyst (B) and hatched (H). Given the limited sample volume, sample preparation protocols were specifically optimized to enhance analytical sensitivity and metabolite detection. Untargeted metabolomic analyses of the ECM were initially performed using CE-MS and LC-MS, providing complementary coverage of polar metabolites and lipid species. In addition, a selected metabolite panel was evaluated by GC-MS to enable the isomeric discrimination of key features. Following data preprocessing, multivariate analysis (PCA and OPLS-DA) enabled clear separation between the three developmental groups even at the early chosen sampling timepoint. Feature selection based on combined univariate and multivariate approaches allowed the identification of discriminant metabolites, including amino acids and derivatives and polyunsaturated fatty acids. Additionally, Receiver Operating Characteristic (ROC) analysis highlighted the high classification performance of selected variables, particularly combined indexes such as those involving ketoleucine (kLeu), and glutamic acid (AUC > 0.9), which improved discrimination compared to individual metabolites. These results underline the value of combining complementary analytical techniques with optimized sample preparation strategies for the study of low-volume culture media samples.

Overall, our work demonstrates that optimized multi-platform mass spectrometry workflows enable sensitive and broad metabolomic profiling of low-volume samples, becoming a powerful analytical strategy for early embryo classification and non-invasive assessment of their developmental competence.

Agradecimientos: Atracción de Talento 2022-T1/BMD-23961 (Comunidad de Madrid, Spain) and PID2023-153088NA-I00 (Ministerio de Ciencia, Investigación y Universidades, Spain)

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-041

Physicochemical and Nanostructural Characterization of Astaxanthin-Loaded Chitin/Chitosan/Pectin Nanoparticles Optimized via Box-Behnken Design

Natalia Villamayor^{a,b}, Manuel Bartolomé^{a,b}, María Jesús Villaseñor^{b,c}, and Ángel Ríos^{a,b}

^aDepartment of Analytical Chemistry and Food Technology, Faculty of Chemical Science and Technology, Ciudad Real, Spain

^bRegional Institute for Applied Chemistry Research (IRICA), Ciudad Real, Spain

^dDepartment of Analytical Chemistry, Industrial Engineering School, University of Castilla-La Mancha, Ciudad Real, Spain

Astaxanthin (ASTX) is a high-value carotenoid with exceptional antioxidant capacity, though its application in the food industry is limited by its hydrophobicity and instability¹. Nanoencapsulation systems currently arise as a promising approach to afford this challenge. This study presents the analytical characterization of a nanodelivery system based on polyelectrolyte complexes (PECs) of chitin (CH), chitosan (CHS), and pectin (PE). Nanocomplexes were synthesized via electrostatic interactions and optimized using a Box-Behnken design (BBD) to assess the influence of critical processing variables on their physicochemical properties².

Dynamic Light Scattering (DLS) and Scanning Electron Microscopy (SEM) confirmed the formation of spherical, monodisperse nanoparticles with an average size of 119.5 ± 1.1 nm. A high encapsulation efficiency ($85.3 \pm 3.0\%$), determined by UV-Vis spectroscopy, indicated strong affinity between ASTX and the biopolymeric matrix. Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy identified electrostatic interactions between protonated amino groups of deacetylated CH (CHS) and carboxylate groups of PE, confirming complex formation. X-ray Diffraction (XRD) revealed increased structural order, suggesting enhanced storage stability, while Thermogravimetric Analysis (TGA) demonstrated improved thermal stability, evidenced by a shift in ASTX degradation temperature due to the protective effect of the polymeric coating.

The analytical evidence demonstrates that the CH/CHS/PE system provides an effective long-term protective environment, enhancing the photochemical, thermal, and aqueous stability of ASTX, thereby preserving its beneficial properties. These findings highlight the potential of such biopolymeric nanocomplexes as functional nanodelivery carriers for bioactive supplementation in nutraceutical and food applications.

Acknowledgments. This work was supported by Spanish Ministry of Science and Innovation [grant number PID2022-138761NB-I00], by Junta de Comunidades de Castilla-La Mancha [grant number JCCM SBPLY/24/180225/000162] and by Castilla-La Mancha University [Ref. 2025-GRIN-38523 FEDER-UCLM project]. N. Villamayor Moreno would like to express her gratitude to Research Commission of Castilla-La Mancha University for their pre-Ph.D. contract (2023-PRED-21318).

References: [1]. Shu et al. (2018). Food Chem, 255, 67. [2]. Yu et al. (2009). Colloids Surf. B Biointerfaces, 68(2), 245.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Análisis multivariante automatizado: Estudio comparativo de modelos de lenguaje de gran escala de última generación

J.R. Belmonte-Sánchez^a, R. Romero-González^a, A. Garrido Frenich^a

^aQuímica Analítica de Contaminantes, Departamento de Química y Física, Centro de Investigación en Agrosistemas Intensivos Mediterráneos y Biotecnología Agroalimentaria (CIAIMBITAL), Universidad de Almería, Campus de Excelencia Internacional Agroalimentario ceiA3, E-04120 Almería, España. *jbs324@ual.es

Los modelos de lenguaje de gran escala (*Large Language Models*, LLMs) están transformando el modo en que se abordan las tareas científicas, incluida la química analítica. Su capacidad para ejecutar análisis complejos mediante instrucciones en lenguaje natural abre nuevas posibilidades para facilitar el análisis quimiométrico sin necesidad de conocimientos de programación especializada [1]. El presente trabajo evalúa comparativamente la capacidad de cinco LLMs de última generación (*Claude Opus 4.6*, *Gemini 3.1 Pro*, *Grok-4*, *ChatGPT 5.6* y *Qwen 3.5*) para ejecutar flujos de trabajo quimiométricos completos sobre datos espectroscópicos reales, comparándolos con el *software* de referencia *SIMCA*®.

Para ello, se empleó un conjunto de datos de RMN-¹H (100 MHz, campo bajo) de aceites vegetales comestibles: aceite de oliva virgen extra (AOVE), aceite de girasol (AG) y aceite de girasol alto oleico (AGAO), con 57 muestras etiquetadas y 9 muestras sin asignar. Cada modelo fue evaluado mediante una secuencia estandarizada de instrucciones en lenguaje natural que abarcó: carga y revisión de datos, pretratamiento espectral, análisis exploratorio mediante Análisis de Componentes Principales (PCA), clasificación no supervisada (*K-means*), clasificación supervisada (PLS-DA, SVM, *Random Forest*), validación de modelos, interpretabilidad y autoevaluación crítica. La selección de modelos se realizó en base a las puntuaciones Arena de Imarena.ai [2].

Los resultados revelan una jerarquía de rendimiento clara. *Claude Opus 4.6* fue el único modelo capaz de cargar nativamente el fichero de datos, aplicar un flujo de trabajo de preprocesamiento de seis etapas con justificación química, y realizar una validación estadística rigurosa incluyendo test de permutaciones ($p < 0,002$), prediciendo correctamente las 9 muestras sin asignar mediante la convergencia de tres métodos de importancia de variables. *Gemini 3.1 Pro* y *ChatGPT 5.6* también lograron resultados excelentes, alcanzando una precisión de clasificación del 100% en modo asistido por código, con predicción correcta de todas las muestras sin asignar. *Grok-4* obtuvo resultados próximos al 100%, aunque con menor profundidad exploratoria. Finalmente, *Qwen 3.5*, el único modelo de código abierto evaluado, sufrió un error interno irreparable en la fase de clasificación supervisada tras más de 20 minutos de intentos fallidos, impidiendo la finalización del flujo de trabajo.

Los LLMs líderes han alcanzado un nivel de competencia quimiométrica funcionalmente comparable al del *software* especializado, siendo *Claude Opus 4.6* el modelo más completo y autónomo. Sin embargo, la fluidez lingüística por sí sola no garantiza competencia analítica, y la supervisión humana sigue siendo indispensable para el despliegue fiable de estas herramientas en flujos de trabajo espectroscópicos.

Referencias

- [1] Duponchel, L. et al. (2025). *Anal. Chem.*, 97, 6956
- [2] Chiang, W.L. et al. (2024). *Proc. Mach. Learn. Res.*, 235, 8359

Development of a derivatization method for the analysis of sugar acids

A. Martín-Ortiz^a, M. Díez^{a,b}, A.I. Ruiz-Matute^a, M.L. Sanz^a ^aInstituto de Química Orgánica General (CSIC), (Spain) ^bMicroalgae Solutions S.L., (Spain)

Sugar acids (aldonic, uronic, and aldaric acids) are oxidized derivatives of monosaccharides in which one or both terminal groups of the sugar have been transformed into carboxyl groups. Some of these sugar acids can be found in free form or as lactones, whereas others occur as constituents of plant, animal, and microbial polysaccharides. In certain cases, such as aldaric acids, they are generally obtained by synthesis. Sugar acids have broad applications mainly due to their antioxidant, acidifying and chelating properties which are useful in food and pharmaceutical products (1).

Gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) is the technique of choice for the analysis of sugar acids; however, the procedure is not straightforward. Although derivatization methods are well established for neutral sugars, their application to acidic sugars remains challenging due to poor reproducibility and/or partial derivatization problems (2). Therefore, the main objective of this study was to develop and optimize a derivatization method for sugar acids (uronic, aldonic and aldaric acids) to enable their accurate analysis by GC-MS.

Trimethylsilylation is the most widely used derivatization reaction for the GC analysis of sugars. Accordingly, several derivatization reagents were evaluated, including TMSI:TMCS (1:1, v/v), HMDS + 10% TFA, BSTFA + 1% TMCS, HMDS + TMCS (1:1, v/v), and MSTFA + TMCS (1:1, v/v), under different temperatures (25, 45, and 60 °C) and reaction times (15, 30, 45, and 60 min).

Accurate and reproducible results were obtained using HMDS + TMCS (1:1, v/v) at 45 °C for 30 min. Lower temperatures and shorter reaction times resulted in incomplete derivatization, while higher temperatures or prolonged reaction times led to partial degradation of the derivatives. Prior to silylation, an oximation step was included to reduce the number of chromatographic peaks of reducing sugars, with an optimized temperature of 75 °C. The optimized method was then successfully applied to the analysis of sugar acids of polysaccharides from different macroalgae species (*Ulva spp.* and *Laminaria ochroleuca*) and plants (*Turnera diffusa*), providing a reliable, reproducible, and efficient approach for the analysis and valorization of sugar acids in food, pharmaceutical, biotechnological or cosmetic applications.

Acknowledgments: This work has been funded by the Industrial Doctorate grant IND2023/BIO-27055 awarded to IQOG-CSIC and Microalgae Solutions S.L. by the Comunidad de Madrid. This study is also part of the Grant PID2023-149799OB-C21 funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and by ERDF/EU.

References

1. J.S. Walters *et al.* (1988). *Anal. Chem.*, 60, 988.
2. Ruiz-Matute *et al.* (2011). *J. Chromatogr. B*, 879(17-18), 1226.

P2-044

Natural deep eutectic solvents as modifier of molecularly imprinted polymers for the determination of chloromethcathinones in forensic samples

D. Gallart-Mateu^a, D. Dejoz-Diez^a, M. Muñoz-Bartual^a, S. Garrigues^a

^a Department of Analytical Chemistry, Chemistry Faculty, University of Valencia, Jeroni Muñoz Building, 19th Vicent Andrés Estelles Avenue, 46100 Burjassot, Valencia (Spain)

Over the past decades, a wide range of innovative microextraction approaches has been developed, including the use of deep eutectic solvents (DES), ionic liquids (IL), and smart materials such as molecularly imprinted polymers (MIPs) or metal-organic frameworks (MOFs). These strategies, such as those based on the use of MIPs, have been frequently employed in various fields, including forensic sciences. Following this idea, in this contribution the synthesis of molecularly imprinted stationary phases based on the use of natural deep eutectic solvents (NADES) as functional monomers, and their use as solid-phase extraction (SPE) for the determination of chloromethcathinones (CMC) in biological fluids (urine and oral fluids) and river waters by ion mobility spectrometry (IMS) is presented. In this study, the effect of different propylene glycol:choline chloride (1:2 ratio) NADES percentages for MIP synthesis was studied, evaluating experimental parameters like the influence of sample pH, washing solvent type, and elution solvent. The extraction capability of synthesized material has been studied and for the selected conditions, involving the complete substitution of methacrylic acid (MAA) by NADES, accuracy values from 89 to 99 % and 20 to 50 enrichment factors depending on the sample type were obtained for CMCs. Their use enabled the analysis of biological and water samples, achieving good linearity and limits of quantification in sample ranged between 0.7 $\mu\text{g L}^{-1}$ for urine and water samples and 1.7 $\mu\text{g L}^{-1}$ for oral fluids, with a close-to-100 % IMS selectivity in presence of other illicit substances. The green character of the methodology was assessed by the AGREE criteria, showing an improvement of green scores from 0.46 (UHPLC-MS/MS) to 0.57 (SPE-traditional MIP-IMS) and 0.66 (SPE-(NADES-MIP)-IMS). The study also revealed that the use of MIPs synthesized using NADES showed a good chemical stability and repeatability for CMC determination in complex matrices.

Acknowledgments

Projects PID2023-148947OB-I00 financed by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and PID2024-162569OB-I00 financed by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and both by FEDER, UE.

P2-045

Validación y aplicación de kits ELISA comerciales para la determinación rápida de antibióticos en aguas y lodos de depuradora

Héctor Navarro^a, Samuel Moles^b, Pilar Goñi^b, Francisco Laborda^a

^a Grupo de Espectroscopía Analítica y Sensores (GEAS), Instituto U. de Inv. en Ciencias Ambientales de Aragón (IUCA), Universidad de Zaragoza, Pedro Cerbuna 12, 50009 Zaragoza (España).

^b Grupo Agua y Salud Ambiental. Instituto U. de Inv. en Ciencias Ambientales de Aragón (IUCA), Universidad de Zaragoza, Pedro Cerbuna 12, 50009 Zaragoza (España).

La emisión descontrolada de antibióticos procedentes de ciclos urbanos, agrícolas y ganaderos a la hidrosfera puede estar ligada al desarrollo de bacterias multirresistentes, una de las amenazas más importantes para la salud pública en la actualidad. La implementación de procesos de eliminación eficaces para este grupo de contaminantes emergentes en las estaciones depuradoras de aguas residuales (EDAR) está ligada a los avances en las técnicas para su detección. Los métodos analíticos basados en ensayos por inmunoabsorción ligado a enzimas (ELISA) tiene una serie de ventajas que incluyen: rapidez, bajo coste, bajos límites de cuantificación, elevada selectividad y capacidad de analizar grandes grupos de muestras de forma simultánea. En el caso de la determinación de antibióticos, se han desarrollado distintos kits ELISA comerciales orientados a su determinación en muestras biológicas y alimentarias, pero no para el análisis de aguas u otras muestras medioambientales.

El objetivo de este trabajo es la validación de kits ELISA comerciales para su aplicación en la determinación de tres familias de antibióticos (sulfonamidas, beta-lactámicos, fluoroquinolonas), así como de azitromicina, en aguas naturales y residuales y lodos de depuradora. Las prestaciones analíticas de estos kits han permitido cuantificar los antibióticos a concentraciones por encima de 1.0 ng mL⁻¹ con una precisión mejor del 30% y recuperaciones entre 60 y 110%. También ha sido posible el análisis de muestras sólidas haciendo uso de una extracción sólido-líquido con metanol.

Los kits seleccionados se han aplicado al análisis de muestras procedentes de diversos puntos del territorio POCTEFA en sur de Francia y norte de España dentro del proyecto EMERGENTcy (<https://www.emergentcy.eu/es>), logrando resultados satisfactorios como método de detección rápida.

Agradecimientos: Este trabajo ha sido financiado por el proyecto EMERGENTcy (EFA37/01, cofinanciado al 65% por la Unión Europea a través del programa Interreg VI-A España-Francia-Andorra (POCTEFA 2021-2027). El objetivo del POCTEFA es reforzar la integración económica y social de la zona fronteriza entre España, Francia y Andorra.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Ionic and nanoparticulated copper bioaccumulation in seafood monitored by ICP-MS and sp-ICP-MS: evaluation of their associated human health risks.

Manuel Bartolomé^{a,b,*}, María Jesús Villaseñor^{b,c}, Ángel Ríos^{a,b}

^a Department of Analytical Chemistry and Food Technology, Faculty of Chemical Science and Technology, University of Castilla-La Mancha, 13071, Ciudad Real, Spain.

^b Regional Institute for Applied Chemistry Research (IRICA), 13071, Ciudad Real, Spain.

^c Department of Analytical Chemistry, Industrial Engineering School, University of Castilla-La Mancha, 13071, Ciudad Real, Spain

Bioaccumulation of metals and their corresponding nanoparticles (NPs) in marine organisms is an emerging concern, herein addressed through a multidisciplinary strategy combining elemental and nanoparticulate analyses. Conventional ICP-MS was applied to quantify total copper in samples, yielding concentrations from 0.22 to 14.2 mg kg⁻¹. Single particle inductively coupled plasma mass spectrometry (sp-ICP-MS) was employed for characterization of CuONPs in diverse seafood samples with concentrations ranging from 2.7×10^8 to 1.0×10^9 part kg⁻¹. Both analytical methodologies were extensively characterized in terms of precision, sensitivity, dynamic linear range, accuracy and matrix effects. Findings provide alarming bioaccumulation evidence of ionic Cu and CuONPs in marine organisms. Therefore, the health risks associated with seafood-mediated bioaccumulation were assessed using Estimated Daily Intakes (EDIs), Target Hazard Quotients (THQs), and Maximum Allowable Consumption Rates (CR_{lim} and CR_{mm}). This study considered different seafood consumption patterns and potential health conditions related to copper retention, establishing four risk scenarios for each target. EDI, THQ, and CR values indicate that consumption of certain seafood samples may pose health risks under high-intake scenarios and specific health conditions for ionic Cu. In contrast, dietary exposure to CuONPs through seafood appears initially safe, although there is a meaningful research gap in oral reference doses terms from official regulatory agencies.

Acknowledgments

This work was supported by Spanish Ministry of Science and Innovation [PID2022-138761NB-I00], by JJCC Castilla-La Mancha [JCCM SBPLY/24/ 180225/000162] and by Castilla-La Mancha University [2025- GRIN-38523 -UCLM project].

References

1. T. L. Rocha et al. (2015). *Ecotoxicological impact of engineered nanomaterials in bivalve molluscs: An overview (Mar. Environ. Res.)*, 111, 74.

Degradación química de la triptamina mediante reacción con el ácido ascórbico

Ismael Picazo-Arijón^a, Juan José Rodríguez-Bencomo^a

^aDepartamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid (España)

En los últimos tiempos, la presencia de aminas biógenas (BA) (histamina, putrescina, triptamina, etc.) en alimentos ha aumentado la preocupación global, debido a que concentraciones elevadas de BA pueden saturar vías metabólicas enzimáticas y derivar en problemas de salud. Su origen procede de la descarboxilación enzimática bacteriana de aminoácidos precursores, siendo alimentos fermentados, como el vino o el queso, más susceptibles de presentar niveles altos de estos compuestos [1]. En consecuencia, se han desarrollado diversas estrategias de mitigación que abarcan desde enfoques preventivos (p.ej. selección de microorganismos fermentadores) hasta métodos de reducción del contenido de BA [2]. Por lo tanto, este estudio propone una estrategia novedosa de degradación química controlada con el objetivo de reducir el contenido de triptamina en un medio sintético, fundamentada en su reacción con ácido ascórbico [3].

La metodología consiste en la degradación de triptamina mediante reacción con ácido ascórbico, catalizada por hierro (II) en medio sintético (ácido tartárico 3.5 g/L; pH = 3.5; triptamina 10 mg/L) bajo diferentes tratamientos térmicos. La triptamina presente en las muestras se analizó por cromatografía líquida de alta eficacia acoplada a un detector de matriz de diodos (HPLC-DAD), previa derivatización con etoximetilenmalonato de dietilo, empleando 1,7-diaminoheptano como patrón interno. Asimismo, se identificó el posible producto de degradación mediante HPLC acoplado a espectrometría de masas en tandem (MS/MS).

Se optimizaron las condiciones de degradación de triptamina mediante un diseño central compuesto (tres factores: temperatura, tiempo y concentración de ácido ascórbico), maximizándose su degradación a una temperatura de 50°C. Después, se estudió la cinética de la reacción hasta 24 h, superando el 50 % de degradación tras 4 h, llegando finalmente hasta 95 %. Por otro lado, mediante de comparación de cromatogramas, se observó un posible producto de degradación, que presentó dos máximos de absorbancia a 222 y 274 nm. Además, el análisis por HPLC-MS/MS en polaridad negativa permitió identificar una señal de 215 m/z correspondiente a dicho compuesto, cuya fragmentación dio lugar a dos iones mayoritarios con relaciones m/z 169 y 143. En conclusión, estos resultados conducen a un primer acercamiento para poder degradar químicamente la triptamina en matrices alimentarias, registrando grados altos de degradación en condiciones térmicas suaves. Actualmente, se está trabajando en la elucidación completa de la estructura de los productos de degradación formados, así como la evaluación de su absorción, estabilidad y toxicidad.

Agradecimientos: Esta investigación está enmarcada en el proyecto CNS2024-154539 financiada por MICIU/AEI/10.13039/501100011033.

Referencias

1. Naila et al. (2010). *J. Food Sci.*, 75(7), R139–R150.
2. Moniente et al. (2022). *Food Res. Int.* 160. 111735.
3. Larisch et al. (1996). *J. Agric. Food Chem.* 44, 1630-1634.

P2-048

Evolución de algunos de los aspectos de la Química Analítica en España en los últimos años.

Miquel Esteban, José Manuel Díaz, Núria Serrano

Departamento de Ingeniería Química y Química Analítica, Facultad de Química. Universidad de Barcelona. Martí i Franquès 1-11, 08028-Barcelona, España.

Esta comunicación es una adaptación de un artículo recientemente publicado en la revista de la Sociedad Española de Química Analítica (SEQA) [1] donde se intenta dar una visión histórica muy sintética de la evolución de la enseñanza de la Química Analítica en España, de las sociedades científicas que convergen en ella, o en algunos de sus aspectos más destacados, y sobre la investigación en dicha disciplina.

La enseñanza de la Química en España se inició en las Sociedades económicas de amigos del país creadas en el siglo XVIII. Entre dichas sociedades podemos destacar la Junta de Comercio del Principado de Barcelona, la Real Sociedad Vascongada de Amigos del País y la Real Sociedad Económica de Amigos del País en Asturias [2], además del Real Colegio de Medicina y Cirugía de Cádiz y el Real Laboratorio de Química de Madrid - Casa de la Química en el Alcázar de Segovia. Las primeras cátedras de Química, primero, y de Química Analítica, posteriormente, no aparecieron hasta mediados del siglo XIX.

Se comenta la evolución de la enseñanza de la Química Analítica, donde se constata que la creación de la Sociedad Española de Química Analítica (SEQA) ha desempeñado un papel muy relevante en todos los procesos de renovación de contenidos didácticos [3].

Dada la gran amplitud de contenidos que abarca la Química Analítica hay diversas sociedades científicas que convergen en ella, como pone de manifiesto este congreso.

Respecto a la investigación en Química Analítica en España, para un observador externo tener una imagen de conjunto sobre lo que se hace en las universidades no presenta una gran dificultad puesto que en la práctica totalidad de universidades hay Departamentos/Secciones/Unidades de Química Analítica. Fuera de la universidad ya no es tan fácil.

En esta comunicación se pretende dar una visión de conjunto de los distintos organismos públicos, ya sea de ámbito estatal, autonómico o más local, en los que se hace investigación en Química Analítica.

Finalmente se aportan algunos datos sobre la situación, en general, de la universidad en España en la actualidad.

Agradecimientos

Este trabajo está financiado por el proyecto PID2022-136709OB-C22, financiado por AEI/10.13039/501100011033/Unión Europea NextGenerationEU/PRTR.

Referencias

1. Esteban (2026). *Actualidad Analítica*, 93, 11.
2. Arribas (1985). Introducción a la Historia de la Química Analítica en España, Conferencia en la V Reunión Nacional de Química Analítica, Servicio de Publicaciones de la Universidad de Oviedo, Oviedo, 1985.
3. Barrado (2013) *Actualidad Analítica*, 44, 9.

Estrategias multimodales para el cribado de la enfermedad renal crónica mediante análisis directo de orina: ATR-FTIR y voltamperometría con electrodos serigrafiados

Ángel Sánchez Illana^a, Víctor Navarro-Esteve^a, Jaume Béjar-Grimalt^a, Paula Sánchez-Briales^b, Antonio J. Sánchez López^{c,d}, Antonio Doménech-Carbó^a, Francisco A. Bernabeu-Andreu^e, José Pórtol^{b,f}, María Marques-Vidas^b, David Pérez-Guaita^a

^aDepartamento de Química Analítica, Universitat de València, Burjassot (España)

^bServicio de Nefrología, RICORS 24/0004, HU. Puerta del Hierro, Majadahonda (España)

^cBiobanco del IDIPHISA, Majadahonda (España)

^dUnidad de Neuroinmunología del IDIPHISA, Majadahonda (España)

^eServicio de Bioquímica-Análisis Clínicos, HU. Puerta del Hierro, Majadahonda (España)

^fDepartamento de Medicina, Universidad Autónoma de Madrid, Madrid (España)

La espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier en modo de reflexión total atenuada (ATR-FTIR) y las técnicas electroquímicas faradaicas, como la voltamperometría de onda cuadrada (SWV) con electrodos de carbono, han demostrado un notable potencial como herramientas analíticas para el análisis directo en aplicaciones clínicas. En el contexto del análisis de orina, una matriz biológica de gran interés clínico, ambas técnicas permiten un perfilado químico directo mediante mecanismos complementarios: mientras que ATR-FTIR proporciona información global sobre los principales constituyentes moleculares, las técnicas electroquímicas permiten explorar de forma selectiva las especies electroactivas presentes en la muestra. Asimismo, la combinación de estas técnicas con herramientas quimiométricas ha permitido el desarrollo de métodos para la evaluación de la función renal y otros parámetros fisiológicos mediante modelos como PLS, PLS-DA o SVM, así como la detección de patrones redox asociados a procesos patológicos mediante HCA^{1,2}.

En este trabajo se propone un enfoque analítico multimodal que integra ATR-FTIR (tanto en orina líquida directa como en películas secas) y medidas electroquímicas basadas en electrodos serigrafiados de carbono mediante SWV, con el objetivo de abordar la detección y monitorización de la enfermedad renal crónica (ERC). Para ello, se ha analizado una cohorte de 128 muestras de orina con amplia representación de estadios de ERC, disponiendo además de parámetros clínicos de referencia como albuminuria y creatinina. Los datos obtenidos de cada plataforma se modelaron de forma independiente mediante regresión PLS para la predicción de albuminuria y creatinina, y mediante PLS-DA para la clasificación del riesgo de ERC. Asimismo, se exploró la integración multimodal mediante fusión de datos a bajo nivel seguida de PLS-DA.

Referencias

1. Navarro-Esteve, V. et al. *Microchemical J.* **215**, 114193 (2025).
2. Doménech-Carbó, A. et al. *Sensors and Actuators B: Chemical* **265**, 346–354 (2018).

P2-050

A Greener Approach for determining Cyanotoxins in Vegetables: From NADES-Air-Assisted Dispersive Liquid-Liquid Microextraction to Capillary Electrophoresis–Mass Spectrometry Analysis

Rocío Carmona-Molero, Laura Carbonell-Rozas, Francisco J. Lara, Ana M. García-Campaña, Monsalud del Olmo-Irueña

Department of Analytical Chemistry, University of Granada, Av. Fuente Nueva s/n, 18071 Granada, Spain

This study presents a sustainable analytical method for the determination of 12 cyanotoxins including 10 microcystins, MC (-LR, -YR, -LF, -LW, -LA, -HilR, -HtyR, -LY, -WR, [D-Asp3]MC-LR), nodularin, and anabaenopeptin A in vegetables, based on air-assisted dispersive liquid-liquid microextraction (AA-DLLME) using a thymol:menthol natural deep eutectic solvent (NADES) in a 1:1 molar ratio. Analyte separation and detection were performed using capillary zone electrophoresis coupled with tandem mass spectrometry (CZE-MS/MS), a technique that allows analysis with minimal solvent consumption and low waste generation, reducing the environmental impact as well as lowering costs. The injection solvent was carefully studied to ensure the compatibility of NADES-extraction with CZE-MS/MS analysis. The method demonstrated high linearity and extraction efficiency for apolar cyanotoxins, achieving satisfactory recoveries and detection limits suitable for their monitoring in vegetable samples. In pepper samples, low limits of quantification (1.5–12.4 ng/g, fresh weight), and satisfactory recoveries (63–105%) were obtained. Matrix effects were generally below 16%, and both intra- and inter-day precision remained under 15%. Application to tomato and cucumber samples confirmed the fit-for-purpose of the method in other high-water-content vegetable matrices. MC-HilR was detected at 0.9 ng/g in a field-grown pepper sample. The greenness of the method was evaluated using AGREE (0.52), AGREEprep (0.58), SPMS (7.68), and ComplexGAPI metric tools, confirming substantial improvements over conventional and regulatory protocols. Overall, the method represents a miniaturized, efficient, and environmentally friendly approach for monitoring cyanotoxins in vegetables, aligned with the principles of green analytical chemistry.

Acknowledgements

This research was funded Project PID2024-162715OB-I00, funded by MICIU /AEI /10.13039/501100011033 / FEDER, UE

References

Carmona-Molero et al. (2025). *Microchem J.*, 218, 115244.

P2-051

Aseguramiento de la inocuidad en cosméticos infantiles mediante la determinación multicomponente de alérgenos por HPLC y calibración multivariada de segundo orden

Laura Antivero Luengo^{a*}, Elisabet Martín Tornero^a, Isabel Durán Martín-Merás^a, Mirta Raquel Alcaraz^a ([*laurantivero@unex.es](mailto:laurantivero@unex.es))

^aDepartamento de Química Analítica, Universidad de Extremadura (España)

La legislación europea vigente relativa al etiquetado de los alérgenos de fragancias en productos cosméticos contempla 81 sustancias, tanto naturales como sintéticas. De acuerdo con esta normativa, algunas de ellas deben declararse en el etiquetado cuando su concentración supera el 0.001% en productos que no requieren su posterior enjuague y el 0.01% en productos que sí lo requieren. Estas medidas tienen como objetivo prevenir reacciones alérgicas por contacto y minimizar los síntomas en individuos sensibilizados.

En este contexto, resulta necesario desarrollar metodologías analíticas integrales que permitan determinar estos compuestos en productos de alto consumo, garantizando su inocuidad y seguridad. Si bien la determinación de alérgenos se realiza convencionalmente mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS), la complejidad de las matrices cosméticas y la diversidad de propiedades fisicoquímicas de estos compuestos impulsan el desarrollo de estrategias alternativas.

En este trabajo se presenta una plataforma analítica-quimiométrica basada en cromatográfica líquida con detección espectral dual (absorbancia y fluorescencia), combinada con análisis quimiométrico de segundo orden, para la determinación simultánea de 21 compuestos alergénicos en productos cosméticos infantiles.

La separación se realizó empleando una columna ZORBAX Bonus-RP Narrow Bore 150 (Agilent) bajo elución en gradiente ternario (H_3PO_4 0.1%:ACN:MeOH) con un tiempo total de análisis de 23 min. Para cada tiempo de elución se registraron espectros UV-Vis y de fluorescencia mediante detectores DAD y FSD, generando datos de segundo orden. A partir de estos, se construyeron modelos de calibración multivariada utilizando herramientas como MCR-ALS y UPLS/RBL.

La metodología fue validada en términos de precisión (repetibilidad e intermedia), exactitud, sensibilidad, y límites de detección y cuantificación. Asimismo, se desarrolló y optimizó un procedimiento de pretratamiento de muestra con diseño experimental.

Los resultados demostraron la factibilidad y eficiencia del método propuesto para la determinación de alérgenos de diversa naturaleza en productos cosméticos, presentándose como una herramienta robusta para el análisis de inocuidad de productos de uso cotidiano.

Agradecimientos

Ayuda a Grupos de Investigación de la Junta de Extremadura (GR24111), 85% cofinanciada por Fondos Europeos de Desarrollo Regional y la Junta de Extremadura. Autoridad de Gestión, Ministerio de Hacienda / MRA y LAL: Ayuda Programa Ramón y Cajal (RYC2023-043324-I) financiada por MICIU/AEI /10.13039/501100011033 y por el FSE+

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Caracterización de (bio)envases alimentarios y evaluación de la toxicidad de micro(bio)plásticos mediante ensayos *in vitro*

Miguel Klaiber^a, Dolores Marazuela^a, Adrián Domene^b, Raquel Mateos^b, Sonia Ramos^b

^aDepartamento Química Analítica, Facultad de Químicas (UCM), (España)

^bDepartamento de Metabolismo y Nutrición, CSIC-ICTAN, (España)

Introducción: El uso de envases alimentarios plásticos contribuye a la contaminación por microplásticos (MPs) en alimentos y en el medioambiente. Aunque la sustitución por bioenvases sostenibles forma parte de las estrategias de economía circular, existe un creciente riesgo de su etiquetado fraudulento (*greenwashing*) [1].

Objetivos: El objetivo de este estudio ha sido caracterizar la composición de diferentes (bio)envases alimentarios comerciales y evaluar la respuesta citotoxicológica de los micro(bio)plásticos derivados de estos.

Metodología: Se analizaron diferentes envases alimentarios de origen fósil y vegetal adquiridos a través de plataformas de venta online. Los envases se caracterizaron mediante espectroscopía ATR-FTIR y microscopía electrónica de barrido (SEM). Por otra parte, se realizaron ensayos *in vitro* con cultivos celulares Caco-2 para evaluar la viabilidad celular y el estrés oxidativo en presencia de micro(bio)plásticos (50-100 μm) procedentes de los (bio)envases. Por último, se estimó el contenido total fenólico de los microbioplásticos (MBs) obtenidos de los envases de hoja de palma y caña de azúcar mediante LC-QTOF-MS/MS.

Resultados: El análisis por ATR-FTIR reveló un incumplimiento del marco normativo de la UE en varios envases etiquetados como *eco-friendly* o biodegradables, cuya composición real se trataba de polipropileno (PP) con aditivos vegetales. En los ensayos celulares, ninguno de los MPs redujo significativamente la viabilidad celular; sin embargo, se observó un incremento del estrés oxidativo (25%) con los MPs convencionales, mientras que los MBs redujeron los niveles de ROS entre un 20-25%. Particularmente, los obtenidos del envase de hoja de palma, mostraron un efecto citoprotector, neutralizando el estrés oxidativo externo inducido. Este efecto antioxidante se podría atribuir a su contenido en compuestos bioactivos (polifenoles totales: $448 \pm 25 \mu\text{g/g}$) de principalmente flavonoles y ácidos hidroxycinámicos (110 ± 7 y $297 \pm 15 \mu\text{g/g}$, respectivamente).

Conclusiones: El estudio demuestra la utilidad de las técnicas instrumentales para detectar fraudes en el etiquetado de envases. Asimismo, los envases alimentarios biodegradables pueden ser una alternativa para evitar la contaminación por MPs persistentes, que además podrían actuar como envases activos con propiedades antioxidantes beneficiosas para la salud humana.

Agradecimientos: Este trabajo ha sido financiado por el Ministerio de Ciencia e Innovación (España) (Referencia de proyectos: PID2020-116067RB-100/AEI/10.13039/50110001103, PID2021-125259OB-100 y PID2024-158138OB-100), y al Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC) (PIPF-2022/SAL-GL-25227). M.K agradece a la Comunidad Autónoma de Madrid (CAM) por la ayuda del contrato de Personal Investigador Predoctoral en Formación (PIPF-2022/SAL-GL-25227), al *Joint Research Center* (JRC-Geel, Bélgica) por proporcionar material de referencia de microplásticos, y al Departamento de Ingeniería Química de la Universidad Autónoma de Madrid (UAM) por la crio-molienda de los envases alimentarios.

Referencias: [1] Tang et al. (2024) Safety of plant fiber-based food contact materials, 43, 101281.

P2-053

Determinación de cannabinoides en gominolas comerciales: desarrollo, optimización y aplicación a muestras reales

Elsa Carmen Maroto-Melle, Elena Espada-Bernabé, Emma Gracia-Lor

Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid, (España)

En los últimos años, el consumo de productos comestibles que contienen cannabinoides ha aumentado notablemente, favorecido por su amplia disponibilidad, especialmente a través de internet, y su promoción por sus supuestos efectos sobre el estrés, la ansiedad o el sueño. Entre ellos, destacan las gominolas (“gummies”), que pueden contener tanto cannabinoides naturales como semisintéticos. Este crecimiento plantea importantes retos en términos de control analítico, veracidad del etiquetado y seguridad del consumidor. En este contexto, resulta esencial disponer de métodos analíticos fiables para la determinación de cannabinoides en matrices alimentarias complejas.

En este trabajo se ha desarrollado y validado un método analítico para la determinación simultánea de siete cannabinoides, incluyendo compuestos como tetrahidrocannabinol (THC), cannabidiol (CBD), cannabinol (CBN) y cannabigerol (CBG), en gominolas comerciales, mediante cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas en tándem (HPLC-MS/MS). Para ello, se ha optimizado el procedimiento de preparación de las muestras mediante la comparación de dos disolventes de extracción (metanol y acetonitrilo) y el uso de muestras liofilizadas y no liofilizadas, obteniéndose mejores resultados con metanol y muestras no liofilizadas. Asimismo, se ha evaluado la calibración en disolvente y en matriz, así como el uso de estándares internos, seleccionando las condiciones que proporcionaron mayor precisión y exactitud.

El método se ha validado a un nivel de 1 mg/kg ($n = 3$), obteniéndose recuperaciones entre 80–110 %, coeficientes de variación inferiores al 20 % y una adecuada linealidad ($r^2 \geq 0,99$) en todos los compuestos. El método optimizado se ha aplicado al análisis de nueve muestras de gominolas adquiridas a distintos proveedores a través de internet, analizadas por triplicado, con el fin de cuantificar la concentración de cada cannabinoide y evaluar la concordancia con la información declarada en el etiquetado en aquellas muestras en las que venía indicado. Dada la elevada concentración de cannabinoides en algunas muestras, ha sido necesario diluir los extractos para su adecuada cuantificación dentro del rango de calibración.

El método desarrollado puede utilizarse como una herramienta útil para el control de la calidad y la evaluación de la seguridad de comestibles con cannabinoides contribuyendo a mejorar la vigilancia del mercado y la protección del consumidor frente a la creciente comercialización de estos productos.

Agradecimientos: Este trabajo ha sido financiado por la Delegación del Gobierno para el Plan Nacional sobre Drogas (proyecto 2025I041).

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Machine Learning classification of pure and adulterated lavender essential oil by simulated mass spectral fingerprinting

Pablo A. Cabanillas-Ocampo^a, Nancy Ortega^b, Alex Ruiz^b, Rosa Lebrón-Aguilar^a, Jesús E. Quintanilla-López^a

^a Institute of Physical Chemistry Blas Cabrera (IQF-CSIC), Serrano 119, Madrid (Spain)

^b ChromEssence S.L., Pompeu Fabra 25, La Garriga, Barcelona (Spain)

The global essential oils market represents a sector of substantial economic significance, with an estimated value of €29 billion by 2025, making product authentication a major challenge for the industry. Adulteration, driven by high demand and rising prices of these natural products, is a widespread practice that significantly affects product quality, consumer safety, and market confidence. Recent studies have reported that up to 27% of commercial samples show some degree of adulteration. Dilution with low-cost vegetable oils, addition of synthetic compounds to mimic aromatic profiles, substitution with cheaper chemically similar oils, and use of plasticizers or glycols to increase total volume are among the most common forms of adulteration [1].

Extending our previous fingerprinting work on honey botanical classification [2], this study explores the use of simulated mass spectral fingerprints (MSFs) for detecting adulteration in lavender essential oils (*Lavandula angustifolia*), addressing a more challenging scenario [3].

Based on GC-MS data from 172 samples (pure and adulterated), averaged mass spectra were generated to represent the volatile profile of each sample. These simulated MSFs were used to train a discriminant model based on a support vector machine (SVM) with a polynomial kernel. A focused training strategy was applied, including both pure and adulterated samples at low, medium, and high levels (spanning 5-80%), to ensure that the model captured subtle chemical variations arising from low-level adulteration. The model performance was evaluated using an external validation set enriched with low-level adulterations.

The developed discriminant model achieved an overall accuracy of 82%, similar to or exceeding that of conventional chromatographic approaches, while requiring significantly less time and post-processing effort. Moreover, this model proved particularly valuable as a confirmation tool for borderline samples, improving decision confidence after an initial screening step and reducing the need for manual review. Overall, these findings support the use of simulated MSF-based models as a scalable and efficient alternative to traditional chromatographic data for the rapid authentication of essential oils.

Acknowledgements: This work is part of the I+D+I projects CPP2023-010451 and PID2023-149799OB-C22 funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and by ERDF/EU.

References

1. Sharmeen et al. (2021). *Molecules*, 26, 666.
2. Quintanilla-López et al. (2022). *LWT*, 169, 114017.
3. Malik et al. (2023). *Plants*, 12, 3146.

P2-055

Green analytical strategies and sustainable extraction media to enhance phytoestrogen accessibility in soybean-derived products

Kemi Funmi-Oriade, Álvaro Castillo-García, José Bernal, Ana M. Ares, Silvia Valverde

¹ Analytical Chemistry Group (TESEA), I. U. CINQUIMA, Faculty of Sciences, University of Valladolid, 47011 Valladolid, Spain

Soybean (*Glycine max*) and its derived products represent an important source of isoflavones, a class of phytoestrogens associated with significant nutritional benefits, particularly for women's health during the climacteric stage¹. However, the accessibility of these bioactive compounds strongly depends on extraction and processing conditions. Sustainable strategies to improve the recovery of isoflavones from soybean matrices are therefore essential for the development of value-added legume-based foods.

In this work, an analytical methodology based on ultra-high-performance liquid chromatography coupled to tandem mass spectrometry (UHPLC–MS/MS) was developed and validated for the determination of different phytoestrogen families in soybean-derived matrices, including isoflavone glycosides, aglycones, methoxylated derivatives, coumestans, and hydroxy- and dihydro-metabolites. Different extraction approaches were comparatively evaluated, including conventional organic solvents, sugar-based natural deep eutectic solvents (NADES)², and selected natural matrices as alternative extraction media.

The greenness and practical applicability of the approach were assessed using analytical chemistry metrics³, highlighting the potential of these systems as sustainable extraction media. This strategy provides a reliable and environmentally friendly analytical tool to evaluate isoflavone accessibility in soybean-derived products and supports the development of greener methodologies in food analysis.

Acknowledgments

The authors thank the Women's Institute belong to the Spanish Ministry of Equality for funding through the project nº13-10-ID25.

References

1. Lin et al. (2022). Food Chem., 373, 131483.
2. Qi et al. (2023). Sustain. Chem. Pharm., 35, 101218.
3. Cvjetko Bubalo et al. (2018). Green Chem., 20, 493.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-056

Glycopeptide-based classification of erythropoietin biopharmaceuticals by microseparation techniques coupled to mass spectrometry and multivariate analysis

Helena Tejero^a, Montserrat Mancera-Arteu^a, Laura Pont^{a,b}, Fernando Benavente^a, Estela Giménez^a

^aDepartment of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, Institute for Research on Nutrition and Food Safety (INSA-UB), University of Barcelona, 08028, Barcelona (Spain)

^bSerra Hùnter Program, Generalitat de Catalunya, 08007, Barcelona (Spain)

In the present study, a bottom-up approach was followed to characterize three recombinant human erythropoietin (rEPO) biopharmaceuticals: two commercially available drugs (EPO cim and EPO crs) and one currently under clinical evaluation for neurodegenerative diseases (NeuroEPO plus). After tryptic digestion, the resulting glycopeptides were analyzed using two complementary microseparation techniques: capillary electrophoresis and capillary liquid chromatography, both coupled to mass spectrometry (CE-MS and capLC-MS, respectively). These techniques enabled the detection of glycopeptide glycoforms displaying different degrees of sialylation and branching. CE-MS provided faster analyses and higher peak efficiency, whereas capLC-MS offered greater sensitivity, allowing the identification of a larger number of glycoforms¹. Given the complexity of the generated CE-MS and capLC-MS data, unsupervised and supervised multivariate data analysis was applied to facilitate sample classification and to explore glycosylation differences among the biopharmaceuticals². Principal component analysis (PCA) and partial least squares-discriminant analysis (PLS-DA) provided a clear separation of the three rEPOs and revealed batch-to-batch variability with both microseparation techniques. In addition, the glycopeptide glycoforms that most strongly contributed to the recombinant formulation's differentiation were identified. Specifically, EPO cim and EPO crs displayed higher relative abundances of tri- and tetra-sialylated structures, whereas NeuroEPO plus was characterized by a greater proportion of less-sialylated glycoforms. Moreover, EPO cim and EPO crs differed in their glycolylneuraminic acid content, despite being considered very similar rEPOs. These results demonstrated that the established methodologies show great potential for applications in quality control, biosimilar assessment, and the characterization of glycoprotein-based therapeutics.

Acknowledgments

This study was supported by grants PID2021-127137OB-I00, PID2024-160071OB-I00 and María de Maetzu Unit of Excellence (Grant CEX2021-001234-M) all funded by MICIU/AEI /10.13039/501100011033.

References

1. Pont et al. (2024). *Microchem. J.*, 200, 110386.
2. Barroso et al. (2016). *Talanta*, 160, 614.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-057

Optimización y validación de un método LC-MS/MS para la cuantificación de compuestos fenólicos y su aplicación en matrices alimentarias

Ana Castillo-Luna^{ab}, Feliciano Priego-Capote^{ab}

^aDepartamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias, Universidad de Córdoba, Córdoba, (España)

^bInstituto Químico para la Energía y el Medioambiente, Campus Rabanales, Universidad de Córdoba, (España)

El creciente interés por los beneficios saludables del Aceite de Oliva Virgen Extra (AOVE), vinculados a su perfil fenólico, exige métodos analíticos que permitan cuantificar de forma exacta, precisa y selectiva estos compuestos. Actualmente, métodos de cuantificación relativa como Folin-Ciocalteu o el método oficial del Consejo Oleícola Internacional (COI) presentan limitaciones de selectividad, al expresar resultados basados en un único patrón (tirosol), lo que puede derivar en una cuantificación inexacta. El objetivo de este trabajo es la optimización y validación de un método de alta precisión mediante cromatografía de líquidos acoplada a espectrometría de masas de triple cuadrupolo (LC-MS/MS).

La validación se realizó mediante el análisis de 100 muestras (Top 100 Guía EVOOLEUM), comparando el método optimizado frente al de Folin-Ciocalteu. Los resultados revelaron una notable discrepancia en la clasificación de las muestras según el Reglamento Europeo nº432/2012 (EFSA): mientras que con Folin-Ciocalteu un 59% de las muestras se situaron por debajo del límite de 250 mg/kg para alegar propiedades saludables, el método específico por LC-MS/MS permitió confirmar que un 74% de las muestras sí alcanzaban dicho umbral, evidenciando la infra-cuantificación de los métodos colorimétricos tradicionales.

Asimismo, el método fue aplicado para evaluar la estabilidad fenólica en aceites de variedades Arbequina y Picual sometidos a fritura y confitado. La variedad arbequina es caracterizada por un alto contenido en oleaceína y oleocantal respecto a oleuropeína y ligustrósido aglicona, mientras que la variedad picual es caracterizada por su alto contenido en oleuropeína y ligustrósido aglicona. La selección de estas dos variedades ha permitido demostrar que las formas agliconas y sus isómeros (oleomissional y oleokoronal) actúan como primera barrera frente a la oxidación térmica. La degradación fue más acusada en la variedad Arbequina, debido a su mayor contenido relativo de oleaceína y oleocantal frente a la mayor presencia de formas ligustrósido y oleuropeína aglicona en la variedad Picual.

Finalmente, se analizó la transferencia fenólica del AOVE a seis alimentos (con y sin rebozado) tras 10 ciclos de cocinado. Los resultados demuestran que la incorporación de fenoles al alimento es un proceso multifactorial dependiente de la técnica culinaria, la composición del aceite y la estructura de la matriz alimentaria.

Referencias: [1] Castillo-Luna et al. (2026). *Absolute Quantitation of Phenolic Compounds in Olive Oil for Health Claim Recognition*, 15, 511.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Development of antisense complementary DNA magnetic sorbents for targeted microRNA extraction with CE-UV and MALDI-TOF-MS analysis

Kanan Hatamli ^{a,b}, Estela Giménez ^{a,b}, Raimundo Gargallo ^a, Fernando Benavente ^{a,b}

^aDepartment of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, University of Barcelona, 08028, Barcelona, Spain

^bInstitute for Research on Nutrition and Food Safety (INSA-UB), University of Barcelona, 08028, Barcelona, Spain

MicroRNAs (miRNAs) are single-stranded non-coding RNAs of 19-23 nucleotides that are relevant biomarkers in molecular diagnostics. However, their analysis remains challenging, mainly due to their low concentration in biological fluids and tissues. Therefore, accurate, sensitive, and reproducible miRNA detection requires appropriate purification and enrichment from these complex sample matrices, for example using solid-phase extraction (SPE) [1]. In this study, we present the development of a magnetic-particle-based sorbent for the selective dispersive solid phase extraction (dSPE) of miR-21, a biomarker associated with different cancers. Agarose magnetic particles activated for binding molecules containing amino groups were derivatized with a DNA-amino strand bearing an antisense complementary sequence to miR-21 (cDNA). Preliminary experiments using individual standards and 1:1 mixtures in solution were performed by circular dichroism (CD) to confirm miRNA-cDNA hybridization and determine duplex melting temperatures. Different variables affecting the dSPE method were then optimized using capillary electrophoresis with ultraviolet detection (CE-UV) for the analysis of miR-21 in the extracts [2, 3]. Under the optimized dSPE conditions, miR-21 (200 μ L in 15 mM phosphate buffer, pH 7.4) was hybridized with cDNA magnetic beads (20 μ L) at 37°C for 30 min. After washing with 200 μ L of phosphate buffer, elution by thermal dehybridization was performed by incubation with water (20 μ L) at 77 °C in several consecutive 30 min steps, which enhanced miR-21 recovery. Chemometric deconvolution of multiwavelength CE-UV electropherograms enabled confirmation of sorbent stability and miR-21 detection in the extracts down to 0.1 μ M [3]. MiRNA detection in the extracts was further confirmed by matrix assisted laser desorption ionization time-of-flight mass spectrometry (MALDI-TOF-MS). Overall, this study demonstrates the development of a cDNA magnetic sorbent for the purification and preconcentration of miR-21 by dSPE, combining selective bead-based hybridization with complementary analytical verification. This approach will be further explored for the analysis of miR-21 at concentrations expected in serum and extended to the targeted analysis of other miRNAs.

Acknowledgements

This study was supported by grants PID2021-127137OB-I00, PID2024-160071OB-I00 and María de Maetzu Unit of Excellence (Grant CEX2021-001234-M) all funded by MICIU/AEI /10.13039/501100011033. Kanan Hatamli acknowledges the “State Program on increasing the international competitiveness of the higher education system in the Republic of Azerbaijan for 2019-2023” for a PhD fellowship.

References

- 1) Salim et al. (2022). *Microchem. J.*, 182, 107849.
- 2) Vázquez et al. (2020). *Talanta*, 219, 121263.
- 3) Hatamli et al. (2025). *Talanta*, 288, 127616.

Comparación y estandarización de herramientas *in silico* para la elucidación estructural en análisis no dirigido por HRMS

Iker Alvarez-Mora^a, Maddi Salvach^a, Maitane Olivares^a, M. Musatadi^a, Eneritz Anakabe^b, Olatz Zuloaga^a

^aGrupo de Investigación IBeA, Centro de Investigación en Biología y Biotecnología Marinas Experimentales (PIE-UPV/EHU) y Departamento de Química Analítica, Universidad del País Vasco / Euskal Herriko Unibertsitatea (UPV/EHU), Bilbao, País Vasco, España

^bGrupo de Investigación IBeA, Departamento de Química Orgánica e Inorgánica, Universidad del País Vasco / Euskal Herriko Unibertsitatea (UPV/EHU), Bilbao, País Vasco, España

La expansión de la espectrometría de masas de alta resolución ha consolidado el análisis de sospechosos y no dirigido (SNTS, *suspect and non-target screening*) como complemento a los análisis dirigidos, ampliando el espacio químico identificable. En este enfoque, los *features* detectados se procesan y se asignan a posibles estructuras mediante comparación con librerías o herramientas *in silico* como FISH Scoring (Compound Discoverer, CD) y SIRIUS con CSI:FingerID. Sin embargo, la elucidación estructural sigue siendo uno de los principales cuellos de botella. FISH Scoring ofrece resultados intuitivos a costa de un mayor tiempo de procesamiento, mientras que CSI:FingerID es más rápido, pero requiere criterios objetivos para interpretar sus resultados. Por ello, este trabajo busca i) establecer umbrales de confianza para CSI:FingerID y ii) comparar su rendimiento frente a FISH Scoring.

Como referencia se utilizó una mezcla de 220 contaminantes emergentes analizada por HPLC-Q-Exactive Orbitrap. Tras la deconvolución en CD, los *features* se exportaron a SIRIUS para comparar ambos flujos de trabajo (Figura 1A). Se evaluaron las tres métricas de confianza de CSI:FingerID y se observó que el *Tanimoto Similarity* presentaba la distribución más consistente, proponiéndose un umbral $\geq 0,6$ como criterio de aceptación.

Finalmente, ambas herramientas se aplicaron a 265 *features* de 55 muestras de orina sin coincidencia en librerías espectrales. Solo el 17% de los *features* presentó un candidato aceptado por ambos métodos, evidenciando que la herramienta empleada influye notablemente en las identificaciones. No obstante, más del 90% de esos candidatos compartidos superó el umbral de *Tanimoto Similarity* $\geq 0,6$, respaldando su utilidad como criterio de filtrado.

Agradecimientos: El estudio ha sido financiado por el proyecto CUTE (PID2024-156804B-31) y el proyecto Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades – Instituto de Salud Carlos III (Proyecto PI24/00704).

Referencias

1. Hollender et al. (2023). *NORMAN guidance on suspect and non-target screening in environmental monitoring*, 35.
2. Schymanski et al. (2014). *Identifying Small Molecules via High Resolution Mass Spectrometry: Communicating Confidence*, 48, 2097-2098.
3. Dührkop et al. (2019). *SIRIUS 4: a rapid tool for turning tandem mass spectra into metabolite structure information*, 16, 299-302

P2-060

Papel de filtro modificado con polipirrol para la determinación de drogas ácidas en muestras de saliva.

Marina Bascón-Humanes, Carlos Calero-Cañuelo, M. Laura Soriano, Rafael Lucena, Soledad Cárdenas.

Affordable and Sustainable Sample Preparation research group, Departamento de Química Analítica, Instituto Químico para la Energía y el Medioambiente (IQUEMA), Universidad de Córdoba, Spain

El papel de filtro es un material natural, sostenible y de bajo impacto ambiental que puede emplearse como soporte para técnicas como en microextracción en película delgada (TFME). En esta comunicación, se ha utilizado papel de filtro modificado con polipirrol (PPy) para la extracción de antiinflamatorios no esteroideos (AINEs) en base a las propiedades de intercambio aniónico de modo mixto que presenta. La selección de los AINEs como compuestos modelo responde a su consumo habitual en la población, variando las dosis en función del tipo de AINE prescrito. Esto resulta en concentraciones variables en los fluidos biológicos, requiriendo de una etapa de preparación analítica de la muestra para su determinación instrumental, para adecuar tanto la sensibilidad como la selectividad de la medida. Para evaluar el rendimiento del método propuesto se seleccionó como problema analítico modelo la determinación de diclofenaco, ketoprofeno, tolmetina y naproxeno en muestras de saliva mediante espectrometría de masas trabajando en la modalidad de infusión directa (DI-MS/MS).

La síntesis del material consiste en la inmersión del papel en una disolución acuosa de FeCl_3 y posterior adición del pirrol, lo que permitió la síntesis *in-situ* del polímero sobre las fibras de celulosa. La fase sorbente se caracterizó mediante microscopía de barrido electrónico, espectroscopía Raman y espectroscopía infrarroja. El procedimiento analítico consistió en sumergir la unidad de extracción en 1.5 mL de muestra a pH neutro y se agitó a 500 rpm durante 45 minutos para llevar a cabo la extracción. La elución se realizó con 100 μL de metanol/ácido fórmico (99/1 v/v) durante 10 minutos a 500 rpm. Se optimizaron las diferentes variables involucradas en el proceso de extracción. El efecto del pH y el tipo de eluyente demostraron la capacidad de intercambio aniónico. Se realizó una validación en matriz obteniendo límites de detección de $3 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ para todos los analitos. La precisión en el día y entre días, expresada como desviación estándar relativa (RSD), fue inferior al 8,4% y 15,3%, respectivamente, así como la exactitud, expresada como recuperación relativa, se mantuvo en el intervalo de 90-115%. El método se aplicó en muestras reales de saliva fortificadas con los analitos seleccionados. La metodología propuesta es más sostenible puesto que la síntesis se realiza de forma simple y en condiciones suaves, se reduce el consumo de disolventes y se minimiza los tiempos de análisis ya que se realiza la determinación de los cuatro AINEs sin separación cromatográfica.

Agradecimientos: Este trabajo ha sido financiado por el proyecto PID2023-146313OB-I00 (MICIU/AEI/10.13039/501100011033)

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-061

Armonización del procesamiento de datos en single particle ICP-MS y validación de software

Francisco Laborda, Isabel Abad-Alvaro, Eduardo Bolea

Grupo de Espectroscopía Analítica y Sensores (GEAS), Instituto U. de Inv. en Ciencias Ambientales de Aragón (IUCA), Universidad de Zaragoza, Pedro Cerbuna 12, 50009 Zaragoza (España)

El uso de un espectrómetro de masas con plasma de acoplamiento inductivo en modo de detección de partículas individuales (single particle ICP-MS) permite obtener información relacionada con la concentración en número y el tamaño de suspensiones de micro y nanopartículas a partir del conteo del número de eventos y de su intensidad, respectivamente. Uno de los talones de Aquiles de la técnica es el procesamiento de los datos, que implican en una primera etapa la diferenciación entre lecturas de línea de base y las debidas a las propias partículas. A pesar de que los fabricantes incorporan módulos específicos en el software de sus equipos, su grado de fiabilidad es cuestionable, ya que no han sido validados adecuadamente. En este trabajo se han evaluado distintas estrategias para el procesamiento de datos, prestando especial atención a los criterios y expresiones utilizados en el cálculo de valores críticos (parámetro que permite discriminar lecturas de línea de base y de partículas), al conteo de eventos de partículas y a la determinación de sus intensidades totales, con el fin de contribuir a la armonización de dichas estrategias. Concretamente, la intensidad de la línea de base ha demostrado ser la variable más crítica, ya que determina la estrategia a aplicar en el cálculo de los valores críticos. La aplicación a estos valores críticos de un factor de cobertura de 5 permite eliminar, prácticamente en su totalidad, la incidencia de falsos positivos (lecturas de la línea de base consideradas como partículas) en una variedad de condiciones experimentales.

En una siguiente fase se ha validado el software de acceso libre y código abierto SPCal (<https://github.com/djdt/spcal>), procesando datos procedentes de suspensiones de nano y micropartículas, medidas con diferentes tiempos de lectura y niveles de línea de base. Finalmente, el software Syngistix Nano-Application (Perkin Elmer) se ha validado frente a SPCal a modo de prueba de concepto. Utilizando las opciones implementadas en el software comercial para el cálculo de valores críticos no fue posible obtener resultados satisfactorios en todas las situaciones estudiadas. Sin embargo, los resultados obtenidos con ambos programas fueron comparables cuando se aplicaron valores críticos armonizados, excepto en el conteo de eventos de partículas para intensidades de línea de base elevadas o al utilizar tiempos de lectura muy bajos.

Los resultados obtenidos han demostrado que el software SPCal, utilizado adecuadamente, puede ser usado como referencia para el procesamiento de datos en single particle ICP-MS y para la validación de otros softwares.

Agradecimientos: Este trabajo ha sido financiado por el Ministerio de Ciencia e Innovación (MCIN/AEI/10.13039/501100011033), proyecto PID2021- 123203OB-I00, "FEDER una forma de hacer Europa".

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Disolventes supramoleculares para simplificar la preparación de muestras en la detección de péptidos pequeños en DBS.

Alejandro Pulido-Zurera^a, María Fernández-Álvarez^b, Noelia Caballero-Casero^a, Carolina González-Riaño^b, Gloria Muñoz^b, Soledad Rubio^a

^aDepartamento de Química Analítica, Instituto Químico para la Energía y el Medioambiente (IQUEMA), Universidad de Córdoba, (España)

^bLaboratorio de Control del Dopaje, Instituto de Salud Carlos III, Madrid (España)

La presente investigación aborda el desarrollo de una plataforma analítica de alto rendimiento para la identificación y cuantificación de pequeños péptidos (*small peptides*, *SPs*) en muestras de gotas de sangre seca (*dried blood spots*, *DBS*). Para ello, se propone una estrategia basada en la combinación de disolventes supramoleculares (SUPRAS), capaces de realizar simultáneamente la extracción y la purificación del extracto, con la cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas (LC-MS).

Se evaluaron seis SUPRAS sintetizados a partir de alcoholes y alcanodiolos, autoensamblados en estructuras cubosómicas, tipo esponja y hexagonales invertidas, para extraer 58 SPs (log P entre -8,6 y 4,2) a partir de muestras DBS. Estos compuestos pertenecen a cinco grupos de la lista de sustancias prohibidas de la Agencia Mundial Antidopaje (WADA), incluyendo 22 metabolitos. El SUPRAS más hidrofílico, basado en cubosomas formados mediante procesos de autoensamblaje y coacervación de moléculas de 1,2-hexanodiol y sulfato sódico, cuyo contenido de agua es de aproximadamente del 60 % p/p; proporcionó los mayores rendimientos de extracción.

Para la mayoría de los SPs disueltos en SUPRAS se observó un aumento importante de la señal (hasta siete veces superior) en comparación con medios hidroorgánicos. Asimismo, el ácido fórmico mejoró la sensibilidad, empleado tanto como aditivo de la fase móvil como en los patrones de calibración. El procedimiento consistió en la extracción de 20 µL de una muestra DBS depositada en tarjetas Whatman DMPK-C con 80 µL de SUPRAS y 30 minutos de centrifugación (21000g, 10°C) en medio ácido. Los extractos se analizaron mediante LC-MS sin etapas adicionales de limpieza. Tanto la acidez como el sulfato sódico presente en el SUPRAS permitieron la eliminación eficiente de proteínas. Aproximadamente el 69 % de los 58 SPs estudiados se extrajeron con recuperaciones entre 70 y 120 %, al valor MRPL (20 ng/mL). Un 29 % mostró recuperaciones entre 30 y 69 %, y solo tres compuestos presentaron valores inferiores al 30 %. La selectividad del método se confirmó mediante el análisis de 10 muestras DBS (combinando hombres y mujeres), sin detectarse señales interferentes.

En conclusión, el método basado en SUPRAS es simple e integra en una sola etapa la extracción de SPs y limpieza del extracto. Como pasos futuros, se validará conforme a las directrices de la WADA y se aplicará a estudios de administración controlada.

Agradecimientos: Ayuda DBS23SP02SR financiada por la Agencia Mundial Antidopaje (WADA). NCC agradece la ayuda RYC2023-045005-I financiada por MICIU/AEI/10.13039/ 501100011033 y por el ESF+. APZ agradece la ayuda Dotación-de-Refuerzo_RYC2023-045005-I financiada por Universidad de Córdoba.

P2-063

Covering the chemical space in the rivers of Catalonia using target and non-target approaches

Maria Olivella-Martí^a, Xavier Ortiz Almirall^a, Cristian Gómez-Canela^a

^aDepartment of Analytical and Applied Chemistry, School of Engineering, IQS-Ramon Llull (Spain)

Target analysis of contaminants in environmental matrices such as freshwater is inherently limited to predefined compound lists, potentially overlooking a significant fraction of the chemical space. In contrast, non-target screening using high-resolution mass spectrometry (HRMS) enables broader identification of known, unknown, and transformation compounds, enabling a more comprehensive characterization of complex samples, although its performance strongly depends on instrumental conditions, particularly in QTOF systems. An analytical method was developed and optimized on a SCIEX X500B QTOF system operating in both positive and negative electrospray ionization modes (ESI+/-) using data-independent acquisition with quadrupole precursor isolation (SWATH). Key parameters (spray voltage, source temperature, and TOF-MS acquisition range) were evaluated to improve signal intensity, feature detection, and chemical coverage. The optimized method was applied to 52 samples belonging to 14 different rivers.

A target LC-MS/MS method using ESI was used to quantify selected pharmaceuticals, while non-target screening relied on accurate mass and MS/MS spectral matching for compound detection and tentative identification. Most target compounds were also detected by the non-target workflow, confirming method robustness. Notably, compounds such as rasagiline, 4-aminoantipyrine, tyrosine, propranolol, and bisoprolol were consistently detected by both approaches, while non-target analysis revealed additional compounds not included in the target list, expanding chemical coverage. Differences in compound detectability between ionization modes highlighted the importance of dual-mode acquisition. Overall, non-target analysis using QTOF proved to be a complementary tool to conventional LC-MS/MS targeted analysis for an improved coverage of the chemical space in freshwater samples.

The aim of this study was to optimize a QTOF-based analytical method and compare target and non-target screening approaches for comprehensive characterization of contaminants in water samples from 14 rivers located in Catalonia.

Acknowledgments

This work was supported by grant PID2023-148502OB-C22. M. Olivella acknowledges an AGAUR-FI fellowship (2025 FI-1 01089, Joan Oró), co-funded by the European Social Fund Plus.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-064

Electrodos serigrafiados de oro comerciales como sensores miniaturizados de pH

Díaz-Cruz José Manuel^{a,b}, Campos Àlex^a, Pérez-Ràfols Clara^{a,b}, Serrano Núria^{a,b}

^aDepartamento de Ingeniería Química y Química Analítica, Universidad de Barcelona (UB), España.

^bInstituto de Investigación del Agua (IdRA), Universidad de Barcelona (UB), España.

El pH es un parámetro fundamental en las ciencias químicas, ya que determina los equilibrios químicos, la reactividad, la química ácido-base, la electroquímica y la solubilidad. Desde su introducción a principios del siglo XX, el electrodo de vidrio se ha consolidado como el estándar de referencia para la medida de pH debido a su fiabilidad y precisión. No obstante, su tamaño relativamente grande ha impulsado el desarrollo de sensores de pH miniaturizados, adecuados para muestras de pequeño volumen, la monitorización local del pH y la integración en plataformas microfluídicas. Muchas de las alternativas descritas se basan en electrodos fabricados artesanalmente que requieren experiencia especializada en modificación y mantenimiento, lo que limita su adopción generalizada.

En este contexto, los electrodos serigrafiados (SPE) constituyen una plataforma atractiva para la detección electroquímica miniaturizada, ya que integran la celda electroquímica completa en un área pequeña y bien definida, fácilmente adaptable a distintas geometrías. Además, la disponibilidad de SPE comerciales fabricados con materiales diversos facilita su implementación en laboratorios analíticos no especializados.

En este trabajo evaluamos el rendimiento de SPE comerciales de oro (AuSPE) para aplicaciones de medida de pH. Se demuestra la necesidad de una etapa de activación mediante ácido clorhídrico y se analiza su efecto en la forma de la señal y en el desempeño analítico, obteniéndose una respuesta cercana a la nernstiana. Asimismo, se estudian las principales figuras de mérito analíticas, incluyendo reproducibilidad, repetibilidad, durabilidad y reversibilidad. Finalmente, se demuestra la aplicabilidad del sensor de pH propuesto en presencia de interferentes comunes como cloruro y bromuro.

Agradecimientos

Este trabajo está financiado por el proyecto PID2022-136709OB-C22, financiado por AEI/10.13039/501100011033/Unión Europea NextGenerationEU/PRTR.

P2-065

Hacia la armonización universal: agnostización de huellas cromatográficas digitales para la autenticación de aceite de oliva - "many labs, a single model"

Celia Cabeza-Rodríguez^a, Francisco Ballesteros-Moreno^b, Luis Cuadros-Rodríguez^a, Ana M. Jiménez-Carvelo^a

^aDepartamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias, Universidad de Granada, Av. Fuente Nueva s/n, E-18071, Granada (España)

^bConsejo Regulador de la Denominación de Origen Protegida "Sierra de Segura", Polígono Industrial Llanos de Armijo s/n, E-23360, La Puerta de Segura, Jaén (España)

Las estrategias analíticas no dirigidas (*non-targeted*), como las huellas digitales cromatográficas, requieren tratamiento quimiométrico (*data mining, machine/deep learning*) para extraer información relevante no explícita y generar modelos predictivos fiables. A pesar de su potencial en el campo de la calidad y autenticación de alimentos, su aplicabilidad permanece restringida debido a la dependencia de las señales analíticas adquiridas con el sistema instrumental y las condiciones particulares del laboratorio donde se adquieren. Esta falta de armonización impide la creación de bases de datos universales de huellas instrumentales digitales y el desarrollo de modelos únicos.

Para abordar esta limitación, se propone una estrategia basada en la "agnostización" de señales cromatográficas para generar huellas cromatográficas digitales independientes del sistema instrumental. Se utilizó un sistema doble de patrones químicos de referencia: (i) una referencia interna para normalizar la intensidad y (ii) una mezcla patrón como referencia externa para estandarizar el tiempo de retención, logrando trasladar el dominio de tiempos/intensidades a un dominio de índices de retención estandarizados. Como caso de estudio, se analizó la fracción metil-transesterificada de aceites vegetales comestibles mediante cromatografía de líquidos (LC) acoplada a un detector de absorción ultravioleta (LC-UV) y a un detector de fila de diodos (LC-DAD), empleando dos sistemas distintos. Tras aplicar la agnostización, se evaluó la similitud entre huellas cromatográficas y su capacidad para discriminar aceites de oliva de otros aceites vegetales.

Los resultados demuestran que la agnostización reduce eficazmente la variabilidad instrumental, posibilitando el desarrollo de bases de datos universales de huellas cromatográficas digitales. Asimismo, la combinación de huellas instrumentales digitales y quimiometría se consolida como una herramienta robusta para autenticar y clasificar aceites vegetales.

Agradecimientos: AMJC agradece la subvención (RYC2021-031993-I) financiada por MCIU/AEI/501100011033 y "European Union NextGenerationEU/PRTR".

Financiación: Proyecto innovador cofinanciado por el Fondo Europeo Agrícola de Desarrollo Rural (FEADER) y la Junta de Andalucía a través de la Consejería de Agricultura, Pesca, Agua y Desarrollo Rural (ref: GOPO-JA23-0001).

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Estudio metabolómico *in vitro* de catinonas sintéticas

Marta Lafarga-Nicolau^a, Víctor Navarro-Esteve^a, Ángel Sánchez-Illana^a, David Pérez-Guaita^a, Francesc A. Esteve-Turrillas^a

^aDepartamento de Química Analítica, Universitat de València, Burjassot, España

Las nuevas sustancias psicoactivas (NPS) constituyen un desafío analítico y toxicológico debido a su rápida aparición, amplia distribución y la limitada información disponible sobre su efecto en el metabolismo humano. En este contexto, los estudios metabolómicos son esenciales para comprender cómo se descomponen y procesan las NPS en el organismo e identificar biomarcadores de consumo. En este trabajo se llevaron a cabo estudios metabolómicos con catinonas sintéticas, sustancias derivadas de compuestos encontrados en las hojas de la planta *Chata edulis* que presentan efectos psicoestimulantes similares a los de las anfetaminas. (1)

En concreto, en este proyecto se estudió el metabolismo *in vitro* de las catinonas sintéticas 2-metilmetcatinona (2-MMC) y 3-metilmetcatinona (3-MMC) entre otras como base para el desarrollo de biomarcadores en orina y el estudio de sus efectos a nivel toxicológico. Para ello, se incubaron microsomas hepáticos humanos (HLM) con catinonas sintéticas en presencia de cofactores de Fase I/II. Los metabolitos generados se caracterizaron mediante cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas de alta resolución en tándem (LC-HRMS/MS), aplicando un enfoque tanto dirigido como no dirigido (data mining) para maximizar la cobertura metabólica. Los resultados obtenidos en HLM se compararon con resultados obtenidos en modelos celulares hepáticos (HepG2) con el fin de evaluar posibles diferencias en los compuestos generados durante la metabolización hepática en ambos sistemas.

Este enfoque integrado de LC-HRMS/MS y data mining permitió establecer perfiles metabólicos detallados de ambas catinonas, proporcionando información relevante para el desarrollo de biomarcadores en orina y contribuyendo a la mejora de la vigilancia analítica y la interpretación toxicológica en casos de exposición a NPS.

Agradecimientos

Los autores agradecen el apoyo financiero del proyecto PID2023-148947OB-I00 financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033 y por FEDER, UE y de la ayuda CNS2023-145528 financiada por MICIU/AEI /10.13039/501100011033 y por la Unión Europea NextGenerationEU/PRTR.

Referencias

1. United Nations Office on Drugs and Crime. (2025). *Informe Mundial sobre las Drogas 2025*. <https://www.unodc.org/unodc/en/data-and-analysis/world-drug-report-2025.html>.

P2-067

Síntesis, caracterización y evaluación de nanoclústeres de rutenio y rodio como marcadores en bioanálisis

Clara de Lorenzo^{a,b}, Jaime Martínez-García^a, Alejandro Rodríguez-Penedo^a, Lydia Álvarez^c, Héctor González-Iglesias^b, M Teresa Fernández-Abedul^a, Beatriz Fernández^a, Rosario Pereiro^a

^a *Departamento de Química Física y Analítica, Universidad de Oviedo, Oviedo, España*

^b *Instituto de Productos Lácteos (IPLA-CSIC), Oviedo, España*

^c *Fundación de Investigación Oftalmológica Fernández-Vega, Oviedo, España*

En la última década, los nanoclústeres metálicos (MNCs), con tamaños comprendidos entre 0,2 a 3 nm, han emergido como una nueva clase de marcas en nanotecnología. Sus superficies funcionalizables y sus excelentes propiedades, como fluorescencia, fotoestabilidad y buena biocompatibilidad, los convierten en una alternativa prometedora a los marcadores fluorescentes convencionales en aplicaciones bioanalíticas. Además, los MNCs ofrecen una elevada amplificación de señal para su detección por ICP-MS y pueden presentar actividad catalítica permitiendo también el empleo de técnicas electroanalíticas.

En estudios previos, MNCs estables de Au, Ag, Pt, Ir y Pd se han aplicado con éxito en plataformas analíticas por su buen rendimiento en ICP-MS, así como propiedades fluorescentes y electroquímicas [1]. La combinación de múltiples MNCs y detección por ICP-MS, especialmente empleando analizadores de masas tipo tiempo de vuelo, permite la determinación simultánea de varios analitos, lo que resulta especialmente útil en muestras de bajo volumen. Además, la posibilidad de realizar una detección multimodal (combinando fluorescencia, espectrometría de masas y electroanálisis) ofrece un enfoque analítico versátil y robusto, con una sensibilidad y fiabilidad mejoradas.

En este trabajo se describe la síntesis, caracterización y evaluación analítica de RuNCs y RhNCs estabilizados con ácido lipoico como nuevas marcas multimodales. El uso de ácido lipoico como ligando permite llevar a cabo un control del tamaño de los NCs, así como una alta estabilidad coloidal y una funcionalización compatible con la bioconjugación directa de anticuerpos, facilitando su aplicación en inmunoensayos. Ambos NCs han sido caracterizados en términos de propiedades fluorescentes, actividad catalítica y amplificación de la señal mediante detección por ICP-MS. Como caso de estudio, se han evaluado dos proteínas diana en muestras de suero y extractos celulares.

Agradecimientos: Este trabajo ha sido financiado a través de los proyectos PID2022-137319OB (-C21 y -C22), financiado por MCINN/AEI/10.13039/501100011033/FEDER, UE, y del proyecto IDE/2024/000694, financiado por el Gobierno del Principado de Asturias y el Programa FEDER de la Unión Europea a través de la Agencia SEKUEENS. Clara de Lorenzo agradece la ayuda FPI con referencia PREP2022-000181.

Referencias

1. A. Lores et al. (2020). Anal. Chim. Acta, 1128, 251–268.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Estudio, a nivel de metaloproteínas, del efecto de la exposición crónica a Zn en tejido hepático de un modelo murino APP/PS1

Marta Marina-Latorre^a, Lara Lobo^a, Enol Artime^b y Rosario Pereiro^a

^a Departamento de Química Física y Analítica, Universidad de Oviedo (España)

^b Fundación de Investigación Oftalmológica Fernández-Vega, Oviedo (España)

El Zn es un elemento esencial que desempeña un papel clave en numerosas funciones biológicas, incluyendo la regulación de la señalización celular y las respuestas frente al estrés oxidativo e inflamatorio. Alteraciones en la homeostasis del Zn se han relacionado con procesos asociados al envejecimiento y a la patología neurodegenerativa; sin embargo, la exposición crónica a concentraciones elevadas de este elemento puede también inducir desequilibrios en los mecanismos que regulan su homeostasis. Estos efectos son especialmente relevantes debido a su íntima relación con otros metales esenciales como el Cu, ya que exposiciones elevadas a Zn puede comprometer su biodisponibilidad y homeostasis. En este sentido, es necesario evaluar los efectos a largo plazo de exposiciones crónicas a Zn sobre la homeostasis de estos metales, dado que su desregulación puede contribuir al desarrollo de alternaciones metabólicas secundarias.

En este contexto, y empleando un modelo murino doble transgénico APP/PS1 caracterizado por patología amiloide cerebral, así como su cepa control, se ha realizado un estudio a nivel de metaloproteínas asociadas al metabolismo del Cu y de Zn. El objetivo fue investigar el impacto de una exposición crónica a Zn sobre el tejido hepático de animales de edad avanzada (16 meses), seleccionado como órgano diana debido a su papel en la regulación, almacenamiento y redistribución de metales esenciales. A tal fin, se realizaron estudios de la eficacia de la extracción de las proteínas del tejido hepático para a continuación realizar el análisis de metaloproteínas de Cu y Zn mediante (SEC)-HPLC-ICP-MS empleando dilución isotópica post-columna. A partir de los resultados obtenidos en la especiación de Cu, se aisló una fracción correspondiente a proteínas de un tamaño aproximado de 70 kDa y se identificaron las proteínas presentes mediante LC-MS/MS. Además, se realizó la cuantificación mediante kits Elisa comerciales de dos metaloproteínas de interés como son la albúmina y la ceruloplasmina. Este enfoque permitió una caracterización de las alteraciones en la regulación metaloprotéica de Cu y Zn inducidas por la exposición crónica a Zn en tejido hepático, aportando información relevante sobre los mecanismos de control metaloprotéico en modelos murinos transgénicos envejecidos.

Agradecimientos: Se agradece la financiación recibida en los proyectos PID2022-137319OB-C21 y C-22 del Ministerio de Ciencia e Innovación e IDE/2024/000694 del Gobierno del Principado de Asturias y el Programa FEDER de la EU a través de la Agencia SEKUENS. Marta Marina-Latorre agradece al Principado de Asturias la beca Severo Ochoa PA-23-BP22-183.

P2-069

A multi-analytical strategy for evaluation of quality and authenticity of damiana (*Turnera diffusa*) food supplements for sexual enhancement

Marta Rivas Piña^{(1,2)*}, Adal Mena-García⁽¹⁾, Ana Isabel Ruiz-Matute⁽²⁾, María Luz Sanz⁽²⁾

⁽¹⁾ Pharmactive Biotech Products S.L.U., Spain; Instituto de Química Orgánica General (CSIC), Spain.

*marta.rivas@iqog.csic.es

Damiana (*Turnera diffusa* Willd.) is a plant widely used in traditional medicine due to its multiple ethnobotanical and phytopharmacological properties, including antioxidant, anti-inflammatory, antidepressant, among others. However, its most popular application is associated with its aphrodisiac activity to improve sexual health [1]. These properties are attributed to the high diversity and concentration of flavonoids present mainly in the leaves (e.g. apigenin, acacetin, luteolin), and their corresponding glycosylated derivatives. In addition, the presence of other bioactive metabolites commonly found in plants, have been reported, including arbutin, phenolic acids (caffeic and ferulic acids), terpenoids, and inositols (e.g. *myo*-inositol) [2].

The growing interest in natural products as alternatives to synthetic substances has promoted the use of damiana based dietary supplements (DDSs). However, their authenticity and quality standardization are not completely guaranteed, and different frauds have been reported [3]. In this context, the aim of the present study was to develop a multi-analytical methodology based on GC-MS and LC-DAD-ToF for assessing the quality and authenticity of DDSs. For this purpose, 15 dietary supplements and 8 commercial extracts were analysed; 10 extracts obtained from *T. diffusa* leaves were used as reference samples. Different solvents (i.e. dichloromethane and methanol) were evaluated to extract the volatiles compounds which were directly analyzed by GC-MS. Aqueous methanolic extracts were analyzed by LC-DAD-ToF for flavonoids and by GC-MS, after derivatization, for carbohydrates and other small polar compounds.

These analyses revealed the presence of the main characteristic compounds of damiana, such as flavonoids, phenolic glycosides, and inositols, in most commercial products, confirming their natural origin. For volatiles, methanol was selected as the most suitable solvent, as it enabled the extraction of compounds such as oplopanone and p-cymene, whereas dichloromethane was not efficient for this purpose. Nevertheless, non-characteristic compounds of *T. diffusa* were detected in specific samples, suggesting possible fraudulent practices. Excipients, like glucose and maltose from maltodextrins were also detected in commercial products. The overall evaluation of the chemical profiles by principal component analysis (PCA) enabled discrimination between authentic and fraudulent samples, proposing the developed multi-analytical methodology as an effective tool for quality control and fraud detection in DDSs.

Acknowledgements: Grant PID2023-149799OB-C21 funded by MICIU/AEI/ 10.13039/501100011033 and by "ERDF/EU".

References: 1. Parra-Naranjo, et al. (2023). *Pharmaceuticals*. 16, 1573. 2. Reyes-Becerril, et al. (2021). *Aquaculture Research*. 52, 3391. 3. Yéléhé-Okouma M et al. (2021). *Fundam Clin Pharmacol*. 35(5),792.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-070

Enhancing bioaccessibility assays of phenolic compounds in food commodities through suspect screening

Mikel Musatadi^{a,b}, Ali Sahragard^c, Rosa Maria Alonso-Salces^d, Juan Francisco Ayala-Cabrera^a, Ailette Prieto^a, Maitane Olivares^a, Olatz Zuloaga^a, Manuel Miró^c

^a *IBeA group, Research Centre for Experimental Marine Biology & Biotechnology (PiE-UPV/EHU) and Department of Analytical Chemistry, University of the Basque Country, Leioa (Spain)*

^b *Toxicological Center, Department of Pharmaceutical Sciences, University of Antwerp, Antwerp (Belgium)*

^c *FI-TRACE Group, Department of Chemistry, Faculty of Science, University of the Balearic Islands, Palma de Mallorca (Spain)*

The knowledge of oral bioaccessibility of phenolic compounds through food intake in the human gut is essential to assess their potential health benefits. To this end, advanced analytical methodologies are needed to expand the chemical space beyond targeted approaches. Suspect screening workflows using high-resolution mass spectrometry can reveal the diversity of phenolic compounds in food that may be released into gut fluids. In this study, targeted and suspect screening assays of phenolic substances in gastric extracts were performed to evaluate their relative bioaccessibility in crushed solid fruit compared to fruit juice intake. The analytical method was validated for 30 phenolic compounds, with dynamic linear ranges from 1.0 to 4000 ng/mL and repeatability above 86% using matrix-matched calibration. Validation in a pH-adjusted gastric extract showed that the negative mode provided the highest sensitivity for real sample analysis. Subsequently, suspect screening was applied in juiced and crushed fruits after gastric extraction. The workflow confirmed 8 compounds with reference standards (level 1) and provided 24 additional tentative annotations (levels 2–4). Results showed that 59% of annotated phenolic compounds exhibited higher relative acid bioaccessibility in solid fruit, 34% in juice, and 6% showed no difference. Furthermore, both targeted and suspect analyses revealed a significant correlation between the number of phenolic hydroxyl groups and compound bioaccessibility. In contrast, the classification of compounds as flavonoid or non-flavonoid was not statistically significant. Overall, this study provided insight into how the form of food intake can be selected to optimize the bioaccessibility of specific phenolic compounds for nutritional and food industry applications.

Acknowledgments: Authors acknowledge financial support from the Spanish State Research Agency (AEI), the Spanish Ministry of Science, Innovation and Universities (MICIU), and the European Union (NextGenerationEU) through projects PID2020-117686RB-C31, PID2020-117686RB-C33, PID2024-156804OB-C31, PID2024-156804OB-C33 and TED2021-131303B-I00. The authors extend their appreciation to MICIU for granting the Spanish Network of Excellence on Sustainable sample preparation (RED2022-134079-T) and the Basque Government for recognition of a consolidated group of the Basque Research System (IT-1446-22). A.S. acknowledges the Government of the Balearic Islands for the postdoctoral fellowships, PD/003/2022 and POSTDOC2024_19, and M. M is grateful to Basque Government for the postdoctoral fellowship (POS_2024_1_0009).

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-071

GC-HRMS for breast cancer exposomics: An automated high-throughput workflow for targeted and non-targeted analysis

Delia Castilla-Fernández^{a, b}, Klemens Knapp^{a, c}, Benedikt Warth^{a, c}

^aDepartment of Food Chemistry and Toxicology, University of Vienna, Vienna, (Austria).

^bDepartment of Analytical Chemistry, University of Granada, 18071 Granada, (Spain).

^cExposome Austria, Research Infrastructure and National EIRENE Node, Vienna, (Austria).

Exposomics is a data-driven field that aims to understand the impact of exogenous factors, like environmental chemicals, on human health, especially considering that the exposome is responsible for up to 90% of chronic disease risk. Mass spectrometry is the key technology to characterize chemical compounds and their biological responses on a holistic scale, and gas chromatography is crucial to analyze hazardous persistent organic pollutants (POPs).

This work consisted of the development and optimization of a robotic online liquid-liquid extraction gas chromatography coupled to high-resolution mass spectrometry (LLE-GC-HRMS) method for analyzing human plasma. Here, we propose a comprehensive quality assurance and quality control (QA/QC) strategy, utilizing reference standards to monitor the robustness, ensure accurate quantification of analytes, and maintain high data quality for future non-targeted analysis. The online robotic LLE required a sample amount of 0.1 mL plasma, extracted with 0.2 mL of isooctane after acidification with formic acid, performed by a SMART TriPlus autosampler mounted on a GC-Orbitrap Exploris 240 MS.

The total analysis time was 25 minutes per sample, utilizing a full scan HRMS acquisition (resolution 60,000; 70-700 m/z) for a targeted panel of >100 PAHs and POPs (including PCBs, PBDEs, PCDDs, and OCPs) combined with non-targeted screening. Among the four extraction solvents evaluated, isooctane exhibited the best performance, yielding a mean recovery of 80% and limits of quantification ranging 0.2-2.0 ng/mL. Method robustness was demonstrated through the measurement of >900 unique samples analyzed in the breast cancer retrospective EXPOMET study across 13 analytical batches (2.6 days of continuous operation each). Every batch included 52% of injections from cohort samples, 22% dedicated to QA/QC and calibration standards, and the rest for cleaning purposes. The <30% RSD of the normalized area of 28 chemicals from the NIST Standard Reference Material 1958 demonstrates the robustness over the acquisition of >1800 injections. Preliminary results on highly detected compounds in plasma, such as PCB-153, lindane, and 4,4'-DDT, are presented, reflecting the feasibility of this workflow for large-scale exposomics.

Acknowledgments

The authors acknowledge the Exposome Austria Research Infrastructure and the European Research Council (ERC) project EXPOMET ID: 101043321. DCF thanks her Juan de la Cierva contract (JDC2024-053772-I) funded by MCIU/AEI/10.13039/501100011033 and ESF+.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Microplastics in the Environment: Studying Their Interaction with Aclonifen and Bifenox Using In-Tube SPME Coupled to Miniaturized LC

Yolanda Moliner-Martínez^a, Aymara Aranguren-Pereira^a, Emanuele Marrano^a, Lorenzo Sanjuan-Navarro^a, Miguel Ángel Marazuela-Calvo^b, Rosa Herraéz-Hernández^a, Pilar Campins-Falcó^a.

^aMINTOTA Research Group, Departament de Química Analítica, Facultat de Química, Universitat de València, 46100 Burjassot, Spain.

^bGroundwater and Hydrochemistry Group. IDAEA-CSIC. 08034 Barcelona, Spain.

Micro- and nanoplastic contamination has emerged as a significant environmental concern due to its persistence, widespread distribution, and capacity to interact with coexisting pollutants such as pesticides [1,2]. In this study, the interaction between polystyrene (PS) microplastics and two herbicides, aclonifen and bifenox, was investigated using in-tube SPME coupled to capillary liquid chromatography (in-tube SPME-CapLC) [3]. The aim was to assess how microplastics influence the stability and persistence of these compounds in aqueous environments. Key variables examined included microplastic concentration, aging state, water type, and exposure time.

Results demonstrated that both herbicides showed affinity for PS microplastics, with bifenox exhibiting stronger interaction due to its higher hydrophobicity. Sorption increased with microplastic concentration, although the effect became less significant beyond 0.1 mg. Aged microplastics retained less analyte, indicating that environmental weathering alters surface properties and reduces sorption capacity. Water composition was also critical: in complex matrices such as ditch water, interactions decreased, likely due to competition with dissolved organic matter. Regarding persistence, bifenox remained at higher concentrations in solution in the presence of microplastics, suggesting enhanced stability, whereas aclonifen was minimally affected. In natural water, no significant differences were observed, indicating that microbial degradation dominates pollutant fate.

In conclusion, these results reveal that microplastics act not only as passive sorbents but as active modulators of pesticide fate in aquatic systems. However, a deeper understanding requires further investigation under diverse environmental conditions, including different polymer types, solar radiation, and temperature.

Agradecimientos

Authors acknowledge EU FEDER and the Gobierno de España MCIU-AEI (PID2021-124554NB-I00 and PID2024-160795OA-I00) and to the Generalitat Valenciana (PROMETEO CIPROM/2023/46 and EU FEDER- Generalitat Valenciana (ID-FEDER/2018/049).

Referencias

1. Duncan, TV. et al (2024). Anal Chem 96, 4343.
2. Yang, Y. et al (2022) Environm. Sci. Technol 56, 13.
3. Moliner-Martínez, Y. et al (2020). Handbook of Separation Science. Chapter 14, 387.

Aplicaciones de la impresión 3D en estrategias de análisis voltamperométricas y espectroelectroquímicas

Bastos-Arrieta Julio^{a,b}, Blanch Rubio Meritxell^a, Rocha-de-Oliveria Rodrigo^a, Checa Garcia Míriam^a, Huang Jing^{a,b}, Cutillo-Foraster Alessandra^{a,b}, Serrano Núria^{a,b}, Díaz-Cruz José Manuel^{a,b}.

^aDepartamento de Ingeniería Química y Química Analítica, Universidad de Barcelona (UB), España.

^bInstituto de Investigación del Agua (IdRA), Universidad de Barcelona (UB), España.

La impresión 3D por deposición fundida a partir de filamentos de ácido poliláctico (PLA) y PLA conductor (cargado con grafito) es de gran interés en Química Analítica por su capacidad para generar dispositivos personalizados, de bajo coste, y adaptables a necesidades experimentales concretas. En este trabajo se presentan aplicaciones orientadas al desarrollo de plataformas analíticas miniaturizadas, con especial énfasis en la impresión 3D de electrodos y de celdas de medidas espectroelectroquímicas (SEC) con geometrías no accesibles con métodos convencionales.

Los electrodos fabricados por modelado 3D permiten un control preciso de parámetros geométricos y estructurales, como el porcentaje de relleno o el área expuesta, facilitando la optimización del rendimiento analítico. Asimismo, su activación química y electroquímica mejora la conductividad superficial y la disponibilidad de sitios electroactivos, lo que se traduce en respuestas voltamperométricas más definidas y en un incremento del área electroactiva. La caracterización combinada mediante microscopía óptica, imagen hiperespectral en el infrarrojo cercano y técnicas electroquímicas permite el control de calidad de electrodos fabricados digitalmente, manteniendo buena repetibilidad y reproducibilidad y reduciendo el consumo de material sin comprometer prestaciones analíticas.

La impresión 3D también resulta valiosa para rediseñar celdas SEC en configuración de reflectancia normal. Es el caso de una celda fabricada en PLA basada en la geometría de una celda comercial pero sin imanes, que puede acoplarse a un agitador magnético convencional para usar nanopartículas magnéticas como nanoagitadores [1]. Esto mejora el transporte de materia en volúmenes microlítricos (régimen convectivo-difusivo) y aumenta las respuestas electroquímica y óptica. Además, la versatilidad del diseño aditivo 3D abre la puerta a otras configuraciones SEC alternativas, incluyendo celdas de transmisión que permitan mejorar la sensibilidad de las medidas.

Agradecimientos: Este trabajo está financiado por los proyectos PID2022-136709OB-C22 y PID2023-146465NB-I00, financiados por AEI/10.13039/501100011033/Unión Europea NextGenerationEU/PRTR. J. Huang y A. Cutillo agradecen sus becas predoctorales del *Chinese Scholarship Council* y del programa FI-STEP (2025 STEP 00033) de la Generalitat de Cataluña, cofinanciado por el Fondo Social Europeo Plus, respectivamente.

Referencias: [1] Cutillo-Foraster et. al (2025) *Microchim. Acta*, 192, 546.

P2-074

Evaluación de efectos sinérgicos de elementos traza de relevancia ambiental en bacterias modelo de la microbiota a nivel de célula individual mediante scICP-MS

Lucía Fernández-López^a, Beatriz Gómez-Gómez^a, Yolanda Madrid-Albarran^a

^aDepartamento Química Analítica, Universidad Complutense de Madrid, Avenida Complutense s/n, 28040, Madrid, (España)

La microbiota intestinal desempeña un papel clave en la salud humana; sin embargo, puede verse afectada por la exposición a contaminantes traza ambientales. Por ello, es indispensable el empleo de técnicas analíticas avanzadas y modelos in vitro para evaluar su acumulación e impacto en bacterias modelo, tanto individualmente como mediante efectos sinérgicos derivados de la coexposición [1]. En este trabajo, se evalúa el efecto en la viabilidad y acumulación de distintos elementos traza de interés ambiental (Hg, Cd y Se), tanto de forma individual como en combinación, para la evaluación de posibles efectos sinérgicos, en bacterias modelo de la microbiota intestinal (*L. rhamnosus* y *L. casei*)

En primer lugar, se evaluó el efecto en la viabilidad bacteriana por densidad óptica tras la exposición de los cultivos a los analitos de forma individual y en conjunto a diferentes concentraciones (Hg: 0.5-25 mg L⁻¹; Cd: 1-150 mg L⁻¹; Se: 1-50 mg L⁻¹) durante 26 h a 37°C y 120 rpm. Los resultados permitieron determinar los valores de LD50, encontrándose valores inferiores tras la coexposición de los tres elementos a 1 y 2 mg L⁻¹, lo que sugiere un posible efecto sinérgico entre los tres contaminantes

La bioacumulación total de los metales, tanto de forma individual como en coexposición, se determinó mediante ICP-MS tras digestión ácida. En *L. rhamnosus*, la exposición individual de 1 mg L⁻¹ de cada contaminante dio lugar a acumulaciones máximas del 33% para Cd, 45% para Hg y 64% para Se, mientras que en *L. casei* los valores fueron generalmente inferiores, con la excepción del Hg, que alcanzó hasta un 62% de acumulación. En condiciones de coexposición, las acumulaciones globales fueron comparables a las observadas en exposición individual.

El análisis a nivel de célula individual mediante single-cell ICP-MS (scICP-MS) permitió evidenciar una marcada heterogeneidad en la acumulación de metales dentro de la población bacteriana. Destaca especialmente que la acumulación intracelular de Hg en presencia simultánea de los tres contaminantes aumentó aproximadamente un 30% respecto a su exposición individual, un efecto que no se había detectado al considerar únicamente el contenido medio en los cultivos.

En conjunto, los resultados sugieren un posible efecto sinérgico tanto en la reducción de la viabilidad como en los procesos de acumulación cuando los cultivos bacterianos son expuestos simultáneamente a los tres elementos estudiados.

Agradecimientos: Este trabajo ha recibido apoyo financiero mediante el proyecto PID2023-148425NB-I00, financiado por el MCIU/AEI/10.13039/501100011033 y FEDER, UE, así como la ayuda predoctoral PRE2023-001081

Referencias: [1] Bolan S., et al. (2022). *Chemosphere*, 303, 134958

P2-075

Metodologías analíticas rápidas para la determinación de contaminantes exógenos y biomarcadores endógenos y su posible correlación

Gabriela Chango, Diego García-Gómez, **Carmelo García Pinto**, Encarnación Rodríguez-Gonzalo, José Luis Pérez Pavón.

Universidad de Salamanca, Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología, Facultad de Ciencias Químicas, 37008 Salamanca, (España).

La exposición a contaminantes ambientales y su impacto en procesos fisiológicos representa un reto relevante en salud pública, especialmente en la identificación de posibles relaciones entre la exposición química y el estrés oxidativo. En este contexto, la determinación simultánea de contaminantes exógenos y biomarcadores endógenos en matrices biológicas requiere metodologías analíticas rápidas y sensibles que superen las limitaciones de los métodos convencionales basados en derivatización y procedimientos complejos. El presente trabajo aborda el desarrollo y validación de estrategias analíticas para la determinación de biomarcadores de estrés oxidativo, como el malondialdehído (MDA), y metabolitos de contaminantes organofosforados, como el fosfato de difenilo (DPhP) y el fosfato de bis(1,3-dicloro-2-propilo) (BDCPP), en muestras de orina humana, así como la evaluación de su posible correlación.

Se desarrollaron y evaluaron cuatro estrategias analíticas complementarias. En primer lugar, un método HILIC-MS/MS para la determinación de MDA en orina, que permite su cuantificación directa, simplificando el tratamiento de muestra. En segundo lugar, una metodología basada en RAM-MS/MS para la determinación rápida de DPhP y BDCPP, integrando limpieza y preconcentración en un único paso. En tercer lugar, una plataforma analítica combinada HILIC-RAM-MS/MS para la determinación en conjunto de MDA y DPhP, que incorpora un análisis estadístico de correlación entre ambos compuestos. Finalmente, se desarrolló un método fluorimétrico en microplaca para el cribado rápido de MDA, orientado a aplicaciones de alto rendimiento.

Las metodologías desarrolladas permiten la determinación rápida y fiable de los analitos en orina, con diferentes enfoques instrumentales que ofrecen un buen equilibrio entre sensibilidad, precisión y rapidez de análisis. Adicionalmente, el método fluorimétrico en microplaca mostró un LOD de 35 y LOQ de 116 ng mL⁻¹, con precisión RSD < 12% y resultados concordantes con HILIC-MS/MS, además de una buena sostenibilidad analítica (AGREE = 0,64).

Referencias

1. Chango et al. (2024). Anal. Chim. Acta, 1311, 342737.
2. Chango et al. (2025). Microchemical J., 208, 112525.
3. Chango et al. (2025). Int J Environ Res Public Health, 22, 1130.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-076

Validation of a LC-QqQ MS method for the determination of real CBD content in commercial food products

Lidia Montero, Stephany Cayro, Miguel Herrero

Laboratory of Foodomics, Institute of Food Science Research, CIAL, CSIC Nicolas Cabrera 9, 28049 Madrid, Spain ^bAffiliation, (Country)

The market for hemp-based products (*Cannabis sativa* L.) has recently grown in both volume and diversity. Particular interest has focused on products containing cannabidiol (CBD), a cannabinoid that, unlike tetrahydrocannabinol (THC), does not produce psychotropic effects. This growing interest is related to the potential beneficial health effects attributed to CBD, including reduction of anxiety and chronic pain, as well as improvement of sleep, among others.

However, the production of pure CBD is technologically challenging and economically costly, which may lead to potential fraud in food products claiming specific CBD contents on their labels.

Therefore, in this work, different extraction procedures for CBD from food products (such as gummies) were evaluated using blank samples spiked with CBD in order to assess extraction recovery in highly complex matrices.

Subsequently, an analytical method based on LC-QqQ MS was fully validated for the quantification of CBD. The validated method was then applied to determine the actual CBD content in commercially available food products.

Finally, the quantified values were compared with those CBD levels declared on product labels. In this way, the present study assesses the real quality and labeling accuracy of these currently highly valued products.

P2-077

On-line aptamer affinity solid-phase extraction direct mass spectrometry for the rapid analysis of β -lactoglobulin in food

Nicolas Gomez-Alicandro^a, Roger Pero-Gascon^a, Estela Giménez^a, Fernando Benavente^a

^a Department of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, Institute for Research on Nutrition and Food Safety (INSA·UB), Universitat de Barcelona, 08028, Barcelona (Spain)

Bovine milk and derived dairy products are among the most common foods causing allergic reactions in infants, with β -lactoglobulin (β -LG) being the main allergenic protein [1]. As part of our ongoing efforts to develop rapid, simple, selective, and sensitive methods for allergen determination with mass spectrometric confirmation, we present an on-line aptamer affinity solid-phase extraction direct mass spectrometry (AA-SPE-MS) method for the clean-up, preconcentration, quantification, and characterization of β -LG [2]. The proposed valve-free AA-SPE-MS approach, based on an aptamer targeting β -LG, can be easily implemented using the conventional SPE microcartridges and instrumental set-up typically employed for on-line aptamer affinity solid-phase extraction capillary electrophoresis-mass spectrometry (AA-SPE-CE-MS) [3]. The only essential modification is replacing the separation voltage with an applied pressure of 100 mbar to mobilize the eluted protein through the capillary toward the mass spectrometer [2]. After optimization of several parameters, the developed method was validated in terms of linearity range, limit of detection (LOD), limit of quantification (LOQ), and repeatability of migration times and peak areas. Its analytical performance was also compared with that of AA-SPE-CE-MS [3]. Finally, the applicability and versatility of the developed method were demonstrated by analyzing low levels of β -LG in various food matrices, yielding satisfactory results and demonstrating the great potential of AA-SPE-CE-MS for reliable food safety and quality control.

Acknowledgments

This study was supported by grant PID2024-160071OB-I00 and María de Maetzu Unit of Excellence (Grant CEX2021-001234-M) both funded by MICIU/AEI /10.13039/501100011033. Nicolás Gómez-Alicandro acknowledges the financial support provided by MICIU/AEI through an FPI (Formación de Personal Investigador) predoctoral training contract (PREP2024-002883).

Referencias

1. Galan-Malo et al. (2019). *Food Chem.*, 293, 42.
2. Salim et al. (2022). *Anal. Chem.*, 94, 6948.
3. Salim et al. (2025). *Anal. Chim. Acta*, 1373, 344497.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-078

Identificación de los productos de transformación de fármacos en reactores simulando condiciones naturales de los acuíferos mediante HRMS-suspect-screening

Erik Mestanza-Castelltort^a, Sergio Santana-Viera^b, Alejandra Villa^c, Estanislao Pujades^c, Anna Jurado^c, Nicola Montemurro^a, Sandra Pérez^a

^aONHEALTH, Departamento de Química Ambiental, Instituto de Diagnostico Ambiental y Estudios del Agua (IDAEA), CSIC, Jordi Girona 18-26, 08034 Barcelona, España

^bInstituto Universitario de Estudios Ambientales y Recursos Naturales (i-UNAT), Universidad de Las Palmas de Gran Canaria, 35017 Las Palmas de Gran Canaria, España

^c Departamento de Geociencias, Instituto de Diagnostico Ambiental y Estudios del Agua (IDAEA), CSIC, Jordi Girona 18-26, 08034 Barcelona, España

Los productos farmacéuticos están presentes en el medio ambiente debido a fuentes de contaminación antropogénica, ya que su eliminación en estaciones depuradoras de aguas residuales es parcial, llegando al río y desde el río filtrándose a los acuíferos, lo que provoca la contaminación de las aguas subterráneas. Una vez en el subsuelo, su destino depende de los procesos hidroquímicos y de las condiciones ambientales del del acuífero. Estudios previos de muestras de agua subterránea de la ciudad de Barcelona detectan alta frecuencia de fármacos como atenolol, benzotriazol, citalopram, climbazol, gabapentina, iopromida, irbesartan, lamotrigina, lidocaina, losartan, metoprolol, oxazepam, sertralina, sitagliptina, sulfamethoxazola, trimethoprima, valsartan, venlafaxina por infiltración de estos desde el río Besós al agua subterránea colindante al río. Por ello, en este estudio se pretende evaluar la atenuación de estos fármacos y sus posibles transformaciones en estas aguas.

En este contexto, este estudio investiga cómo diferentes condiciones redox y de temperatura afectan a la atenuación natural de los fármacos en el subsuelo. Por ello, se llevaron a cabo experimentos bajo condiciones óxicas y subóxicas, (es decir, hasta condiciones de reducción de nitrato) a dos temperaturas (25 °C y 35 °C). Se tomaron 11mL de muestra durante 21 días, se trataron con evaporación asistida al vacío y se analizaron las muestras con LC-HRMS para un cribado completo de los fármacos y sus productos de transformación (TPs). El análisis de sospechosos se realizó con Compound Discoverer 3.5 y bases de datos de TPs como el BioTransformer y FairTPs. Por el momento, se han detectado 15 TPs de diferentes fármacos entre ellos Venlafaxina N-oxide, lidocaína N-oxide, o-desmetilvenlafaxina, confirmados a nivel 2 de la escala de Schymanski.

Los sistemas de reactores paralelos permitieron investigar bajo reacciones controladas los procesos implicados en el destino de diferentes fármacos y sus productos de transformación, proporcionando información sobre los mecanismos que gobiernan su atenuación. La continuación del estudio conllevará el análisis de estos TPs en muestras reales de la cuenca del río Besós.

Agradecimientos: This work is part of the R+D+i project WATERPOLLUT (PID2022-138556OB-C21), funded by MCIN/ AEI/10.13039/501100011033/.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-079

Retirado

P2-080

Presencia de plaguicidas y sus productos de degradación y evaluación del riesgo asociado en aguas subterráneas de una región con una elevada actividad agrícola

Eliseo Herrero-Hernández^{a,b}, J. Manuel Ordax^a, Jesús M. Marín-Benito^a, M. Sonia Rodríguez-Cruz^a

^a Instituto de Recursos Naturales y Agrobiología de Salamanca (IRNASA-CSIC), Cordel de Merinas 40-52, 37008 Salamanca (España)

^b Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología. Universidad de Salamanca, Plaza de los Caídos s/n, 37008 Salamanca (España)

Preservar las aguas subterráneas, especialmente cuando los núcleos urbanos se abastecen de este tipo de recurso, desempeña un papel fundamental en la sostenibilidad del medio rural. En consecuencia, el objetivo de este trabajo fue evaluar la presencia, distribución estacional y el riesgo asociado de residuos de plaguicidas en aguas subterráneas de la provincia de Salamanca, en una zona con una intensa actividad agrícola basada principalmente en el cultivo de patata y maíz, donde previamente se había detectado la presencia del herbicida metolacoloro en aguas superficiales.

Se evaluaron 40 plaguicidas y 7 productos de degradación en 20 puntos de muestreo durante cuatro campañas, mediante SPE-LC-MS. Veintiuno de los compuestos seleccionados fueron detectados en las muestras analizadas (3 insecticidas, 3 fungicidas, 10 herbicidas y 5 productos de degradación), llegándose a detectar en un mismo punto de muestreo hasta 9 compuestos en el mes de octubre. Esta campaña de muestreo presentó el mayor número de muestras con plaguicidas en concentraciones superiores a $0,1 \mu\text{g L}^{-1}$. Aunque sólo 8 compuestos (1 fungicida, 5 herbicidas y 2 productos de degradación) se encontraron en concentraciones superiores al límite establecido por la UE para aguas destinadas al consumo humano. El plaguicida detectado en un mayor número de muestras y en mayor concentración fue el metolacoloro, correspondiendo las mayores concentraciones a sus dos productos de degradación: ácido etanosulfónico (ESA)-metolacoloro ($3,416 \mu\text{g L}^{-1}$) y ácido oxanílico (OA)-metolacoloro ($2,694 \mu\text{g L}^{-1}$). Los compuestos detectados más frecuentemente se corresponden con aquellos con mayor grado de aplicación según el estudio previo de mercado llevado a cabo en la zona.

Por otro lado, la evaluación del riesgo ecotoxicológico reveló la ausencia de riesgo de toxicidad aguda para cualquiera de los organismos acuáticos en las cuatro campañas de muestreo. Ninguno de los compuestos evidenció un alto riesgo para los tres organismos acuáticos evaluados simultáneamente, aunque varios de los herbicidas detectados presentan un riesgo crónico inaceptable. El OA-metolacoloro registró el mayor valor del cociente de riesgo (RQ) (179,6) y el mayor número de valores inaceptables para *Daphnia magna* y algas en tres campañas de muestreo.

Agradecimientos: Este trabajo ha sido financiado por la Diputación Provincial de Salamanca (Ref. ACAM: 2017020066), el MICIU/AEI/10.13039/501100011033 y ERDF/EU (PID2023-151031OB-I00). Los autores agradecen a los Proyectos "CLU-2025-2-02—Unidad de Excelencia IRNASA_CSIC" (JCyL-UE/FEDER), y "DEEP-MaX-2024_IRNASA_CSIC" (CSIC).

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-081

ESCCAP project -Effect of Drought on Cyanobacterial Communities and Their Cyanotoxin Production in Reservoirs of the Internal Basins of Catalonia

Myrto Lampadariou^a, Xavier Ortiz Almirall^a

^aAnalytical and Applied Chemistry Department, IQS, Via Augusta 390, 08017 Barcelona, Spain

Cyanobacterial blooms in freshwater pose a growing threat to drinking water quality, particularly under climate change conditions that intensify drought, enhance water stagnation, and promote eutrophication. The present project investigates bloom dynamics and cyanotoxin production in Catalanian reservoirs, with a focus on implications for drinking water production. A monitoring network of ten sites has been established across different hydrological regions of Catalonia. The use of aerial drone enhances bloom monitoring by enabling rapid visual inspection, high-resolution imaging, and water sampling in remote areas. This monthly field campaigns include in situ measurements of temperature and pH, along with water sampling for nutrient analysis, chlorophyll-a determination, cyanobacterial taxonomy, and cyanotoxin quantification. Advanced analytical workflows based on aqueous Large-volume injection LC-MS/MS analysis with isotope dilution allow the determination of multiple cyanotoxin classes, including microcystins, saxitoxins, anatoxin-a, homoanatoxin-a, cylindrospermopsin, and emerging compounds such as BMAA-related analogues. Preliminary results (September 2025–February 2026) indicate generally low cyanotoxin concentrations across most reservoirs (<5 ng/L), with 55% of samples showing no detectable cyanotoxins. However, episodic bloom events were identified at specific sites, notably in Riudecanyes reservoir, where microcystin concentrations exceeded 17.0 µg/L, well above the drinking water limit of 1.0 µg/L established for microcystin-LR (RD 3/2023). These events were associated with the dominance of cyanobacterial taxa such as *Woronichinia naegeliana* and *Microcystis spp.* In parallel, a toxic cyanobacterial strain (*Microcystis aeruginosa* CPCC-300) was successfully cultured and scaled under controlled laboratory conditions, exhibiting exponential growth and high toxin production (up to 793 µg/L of microcystin-LR). Overall, the results emphasize the need for enhanced monitoring approaches to better detect and manage cyanobacterial bloom risks, under changing climatic conditions.

Acknowledgments: These results are part of the ESCCAP project -Effect of Drought on Cyanobacterial Communities and Their Cyanotoxin Production in Reservoirs of the Internal Basins of Catalonia-, funded by the Catalan Water Agency (ACA), ref. RDI001/24/000010.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-082

Optimized Determination of Organic Microcontaminants in Wetland Plants Using QuEChERS Extraction and LC-MS/MS Analysis.

I. Fernández-Gómez^a, A. Agüera^a, P. Plaza-Bolaños^a, J.L. Casas López^a

^a Solar Energy Research Center (CIESOL). Joint University of Almería-CIEMAT Center, Almería, Spain.

Constructed wetlands offer a sustainable and promising approach to wastewater treatment. Although their effectiveness in removing organic microcontaminants (OMCs) has been well established, limited information is available regarding their retention within plant biomass. In this study, several extraction methodologies were evaluated for the analysis of 80 OMCs in wetland plants. The optimized protocol involves ultrasound-assisted QuEChERS extraction followed by analysis using liquid chromatography coupled to tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) (see Figure 1).

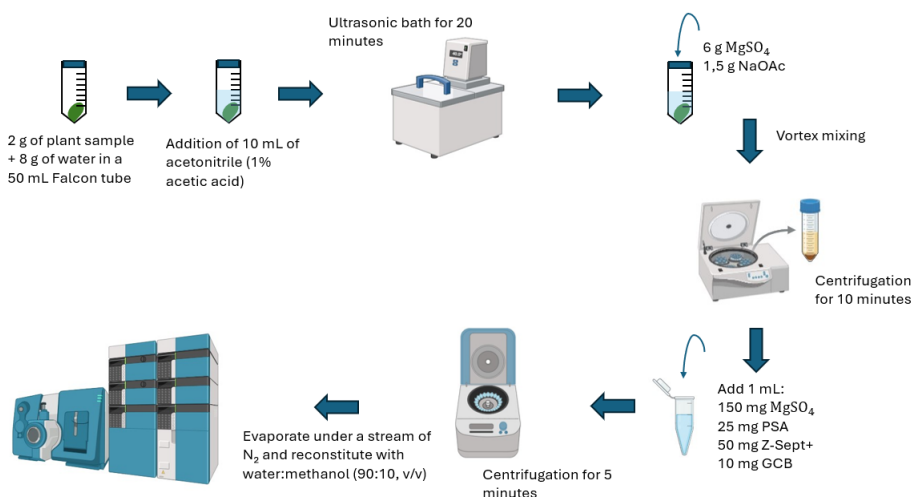


Figure 1. Scheme of the selected method for the extraction of wetland plants.

The method was validated at three concentration levels, yielding satisfactory results for at least one level in 70 of the compounds analyzed. This validated approach was then applied to the analysis of OMCs in plant samples from two wetland sites. A total of 31 contaminants were detected, with concentrations ranging from 28 ng/kg for tebuconazole to 35315 ng/kg for sulfamethoxazole. These findings highlight the ability of wetland systems to accumulate OMCs and underscore the need for further research into their behavior within plant matrices.

Agradecimientos

This work has been partially funded by the project: CAFIRA (PID2023-152519OB-I00), funded by MCIU/ AEI / 10.13039/501100011033 / ERDF, EU. I. Fernández-Gómez acknowledges the Ministry of Universities for the award of an FPI predoctoral contract (PREP2023-001480).

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-083

Analytical Detection of Urinary Metabolite Biomarkers for Colorectal Cancer Screening: The METAspread Project

Maria Llambrich^a, Pilar Cervelló-Aran^b, Laia Fortuny-Parull^b, Annabel Margalef^b, Rocío López-Rubio^b, Josep Gumà^{b,c}, Raquel Cumeras^{b,d}

^a Bioinformatics and Statistics Platform, IRB Catalunya Sud (IRBCatSud), CERCA, Reus (Spain)

^b Oncology Department, IRB Catalunya Sud (IRBCatSud), CERCA (Spain)

^c Medicine and Surgery Department, Universitat Rovira i Virgili (URV), (Spain)

^d Department of Electronics, Electrical and Automatic Control Engineering, Universitat Rovira i Virgili (URV), (Spain)

Metabolomics is increasingly recognized as a robust source of rapid and reliable biomarkers for disease detection and patient stratification. Significant efforts are currently directed toward translating metabolomics-based discoveries into precision medicine and routine clinical practice. However, this transition demands rigorous analytical validation, harmonized methodologies, regulatory compliance, and clear demonstration of cost-effectiveness without compromising diagnostic performance.

Cancer remains a major focus of biomarker research, attracting substantial investment. Among malignancies, colorectal cancer is the second leading cause of cancer-related mortality and the third most diagnosed cancer worldwide. Current early detection strategies, largely based on fecal immunochemical testing (FIT), have shown limited impact on mortality reduction due to suboptimal adherence, social barriers, and increasing pressure on healthcare systems.

The METAspread project aims to address these limitations by developing a rapid, non-invasive, urine-based test for colorectal cancer screening and metastatic risk assessment. METAspread is a multiplex lateral flow assay designed for the early detection of metastatic progression through the quantification of urinary metabolic biomarkers. The method targets three specific metabolites that have demonstrated an overall diagnostic accuracy of 86% (83% sensitivity and 87% specificity), validated in a cohort of 800 samples using complementary analytical platforms, including 1H-NMR spectroscopy and ELISA (patent WO/2025/157843).

METAspread addresses an unmet clinical need by providing an analytically validated, user-friendly diagnostic tool capable of detecting metabolic signatures associated with metastatic progression. In this contribution to the CAI conference, we present the complete analytical workflow, validation strategy, and quantitative performance of the selected urinary biomarkers. Particular emphasis will be placed on the integration of instrumental techniques and their translation into a rapid point-of-care format, including a comparative evaluation of the analytical methodologies used for metabolite quantification in biological matrices.

Acknowledgments:

This study has been funded by AGAUR (2024 PROD 00115). The Miguel Servet Program from ISCIII supported R.C. (CP25/00036). The technical program staff from Spanish State Research Agency (AEI) supported M.L. (PTA2023-023401). The predoctoral training contracts in health research from ISCIII supported P.C.-A. (FI25/00255).

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Analytical method development for critical quality attributes determination of liposomal formulations

Ángeles López^{a,b}, Irene Latorre^{a,b}, Montserrat Mancera-Arteu^a, Oumaima El Ouahabi^{a,b}, Jorge Plaza^b, Sílvia Rodríguez-Vidal^b, Victoria Sanz-Nebot^a

^a Department of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, Institute for Research on Nutrition and Food Safety (INSA-UB), University of Barcelona, Barcelona (Spain)

^b Ahead Therapeutics SL, Barcelona (Spain)

Liposomes are gaining attention as Drug Delivery Systems (DDS) due to their biocompatibility and low immunogenicity. In this regard, Ahead Therapeutics is developing a pioneering nanotechnology approach based on phosphatidylserine-liposomes (PS-liposomes) encapsulating specific autoantigens for autoimmune diseases (AIDs) treatment. By mimicking the membrane composition of apoptotic cells, PS-Liposomes promote peripheral immunotolerance through interactions with phagocytic cells, inducing long-term specific tolerance against the encapsulated antigen (1). This strategy has demonstrated efficacy in several AIDs such as Rheumatoid Arthritis (RA) and Myasthenia Gravis (MG).

In this context, the development of robust analytical methods for the determination of critical quality attributes (CQAs) of liposomal formulations is essential. Among them, encapsulation efficiency (EE), lipid content, and particle size can be considered key parameters, which influence therapeutics efficacy, liposome stability, biodistribution, and drug release profile.

In this work, different methodologies based on reverse-phase liquid chromatography with ultraviolet detection (RP-HPLC-UV) were developed for the identification and quantification of both free and encapsulated antigenic peptide within PS-liposomes (2). Likewise, methods for the extraction and subsequent analysis of the lipids that conform the liposomal membrane were also developed by reverse-phase liquid chromatography with evaporative light scattering detection (RP-HPLC-ELSD) (3). Particle size distribution was characterized in-depth using complementary techniques including Dynamic Light Scattering (DLS), Nanoparticle Tracking Analysis (NTA), and Laser Diffraction. PS-liposomes intended for RA and MG treatment were used as model formulations. This study aims to provide a comprehensive evaluation of analytical methodologies for the characterization of liposomal CQAs.

References

1. Vives-Pi et al (2015). *Apoptosis*, 20, 263.
2. Latorre et al (2026). *Anal Bioanal Chem.*, in press.
3. El Ouahabi et al., (2024). *Microchem J.*, 206, 111420.

P2-085

Migración de metales asociada al empleo de envases alimentarios de silicona, melamina y de origen vegetal

Estefanía Moreno-Gordaliza, Miguel Klaiber, M^a Dolores Marazuela, Milagros Gómez-Gómez.

Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias Químicas, Avda. Complutense s/n, 28040 Madrid (España). Email: emorenog@ucm.es

Los artículos en contacto con alimentos (FCAs) pueden representar una fuente de contaminación por sustancias que migren a los alimentos. El empleo de envases de silicona, melamina y bioenvases de uso alimentario ha aumentado en los últimos años como alternativa al uso de envases plásticos tradicionales. La presencia de metales en los mismos y su uso continuado podría constituir un riesgo para la salud a largo plazo.

En este estudio se evaluó la presencia y liberación de metales (Al, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Cu, Zn, Ga, As, Sr, Cd, Ni, Sn, Sb, Ba, Pb, Pt, Ag) en envases comerciales de silicona, melamina y bioenvases (caña de azúcar, bambú, ácido poliláctico (PLA), hoja de palma) adquiridos en tiendas minoristas o en comercio electrónico. La diversidad de envases estudiados incluye: aptos para el cocinado y calentamiento de alimentos en horno y microondas; para uso infantil; reutilizables o de un solo uso.

Se estudió la migración de metales empleando simulantes alimentarios (10%/50%/95% EtOH, 3% HAc, aceite vegetal) en las condiciones de tiempo y temperatura recomendadas por el JRC (EU) para ensayos en siliconas y plásticos de uso alimentario [1]. En el caso de envases reutilizables, se evaluó su migración en condiciones de uso repetido (n=3). También se determinó el contenido total de metales en los envases, previa digestión ácida de los materiales.

El análisis mediante ICP-MS mostró la presencia de metales en los envases, tales como Al, Ti, Cr, Fe, Cu, Zn, Cd, V, Cr, Mn, Co, Ni, As, Ga, Sr, Sn, Sb, Pb; a nivel de $\mu\text{g-mg kg}^{-1}$ envase. En general, la migración de metales es superior para el simulante ácido. Los niveles de migración para siliconas y envases de melamina son bajos, del orden de $\mu\text{g kg}^{-1}$ alimento, mientras que, para los bioenvases, en algunos casos se alcanzan mg kg^{-1} alimento. En general, se observa una menor migración para envases reutilizables y/o aptos para cocinado. Es destacable la presencia de Pt en recipientes de silicona (residuo del catalizador empleado en su producción) a nivel de mg kg^{-1} envase; y su migración del orden de $\mu\text{g kg}^{-1}$ alimento [2].

Referencias

1. Beldi, G. et al. (2025) Testing conditions for kitchenware articles in contact with foodstuffs, Publications Office of the European Union.
2. Klaiber, M. et al. (2025) Food Packag. Shelf Life 50, 101552.

Agradecimientos: Proyecto PID2024-1581380B-I00 financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033. MK agradece a la CAM por su contrato predoctoral (PIPF-2022/SAL-GL-25227).

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Tracking organic pollutant sources in the Mar Menor lagoon using GC and LC-HRMS combining targeted and non-targeted analysis

Alfonso Fernández-García*^{a b} and Juan F. García-Reyes ^{a b}

^a Grupo de Investigación Química Analítica. Departamento de Química Física y Analítica. Universidad de Jaén (España).

^b Instituto Universitario de Investigación en Olivar y Aceites de Oliva (INUO). Universidad de Jaén (España). e-mail: fernandez@ujaen.es

One of the major environmental challenges of our time is the presence of organic contaminants in aquatic ecosystems. The toxic nature of these compounds, together with their persistence and high mobility, entails a potential hazard for both human and environmental health. Organic pollutants encompass a wide range of chemical substances, including pesticides, pharmaceuticals, and industrial chemicals, among others. The main sources of these pollutants are agricultural activities and urban and industrial waste.

In particular, coastal areas are especially vulnerable due to the high population density they support. This is the case of the Mar Menor coastal lagoon, located in the Region of Murcia, where nearby municipalities experience a substantial increase in population during the tourist season. Likewise, this ecosystem is significantly impacted by agricultural activity in the Campo de Cartagena, which is characterized by intensive agriculture. Despite being the largest saltwater lagoon in Europe and a protected natural area, the Mar Menor is continuously exposed to multiple sources of organic pollution derived from both agriculture and tourism.

This study aims to evaluate the presence of organic contaminants in the Mar Menor, as well as their potential sources and seasonal variability. To characterize analytes with diverse physicochemical properties, a comprehensive analytical methodology based on gas chromatography and liquid chromatography coupled to high-resolution mass spectrometry (GC-HRMS and LC-HRMS) was developed, enabling the simultaneous quantification of nearly 400 compounds. Furthermore, to maximize the number of identifiable compounds and obtain a broader overview of the chemical contamination profile, a non-target screening strategy using LC-HRMS was implemented.

Through targeted analysis, combining both chromatographic approaches, more than 30 analytes were detected, including organochlorine pesticides, polycyclic aromatic hydrocarbons, pharmaceuticals, PCPs, and drugs of abuse. These results indicate that the contamination originates from both agricultural and urban sources. In addition, the non-target LC-HRMS strategy enabled the identification of further compounds that would have remained undetected using targeted analysis alone.

Agradecimientos: A.F.G acknowledges funding from the University of Jaén for the predoctoral contract (Acción 8a, ref. RYC_2_2022). The authors also thank Servicios Centrales de Apoyo a la Investigación from the University of Jaén (SCAI-UJAEN) and INUO for research support.

Ceramic passive samplers for targeted and non-target monitoring of contaminants in the Besòs river and groundwater

Giacomo Moro^a, Sergio Santana-Viera^a, Silvia Lacorte^a, Sandra Pérez^a

^a Department of Environmental Chemistry, Institute of Environmental Assessment and Water Research (IDAEA-CSIC), Barcelona, (Spain)

Assessing trace organic contaminants in rivers and hydraulically connected groundwater is complicated by temporal variability, which can make point sampling (e.g., grab samples) unrepresentative and motivates time-integrative approaches. Ceramic passive samplers (CPSs) provide a practical solution by combining multi-week exposure with sorbent-based enrichment: porous ceramic cylinders packed with sorbent are deployed in situ for 2–3 weeks, during which contaminants diffuse through the ceramic membrane and are retained on the sorbent, yielding time-integrated extracts suitable for both quantitative and discovery-oriented mass spectrometry [1].

Here, a single field campaign was conducted in the Besòs catchment (Barcelona, Spain), deploying CPSs in 14 groundwater wells and two river locations. After retrieval, sorbents were solvent-extracted, concentrated, and analysed using complementary LC–MS platforms. Targeted quantification was performed by LC–MS/MS on a triple quadrupole (Waters Xevo TQ-S) using a method covering 60 contaminants of emerging concern (CECs), with sampler-derived water concentrations (ng/L) back-calculated using calibrated uptake rates (R_s) [2]. In parallel, extracts were analysed by LC–HRMS (Orbitrap Eclipse™ Tribrid™) in both ESI+ and ESI–, and processed in Thermo Scientific Compound Discoverer using a non-target screening workflow (feature detection/alignment, background filtering, and candidate annotation supported where available by MS/MS) [3].

Targeted analysis provided a quantitative contamination profile across the 16 locations; the highest-average analytes were cyclamate, trifluoromethanesulfonic acid, benzotriazole, valsartan acid and tolyltriazole. Preliminary HRMS non-target screening broadened the chemical space and enabled confirmation of additional anthropogenic markers, including mono(2-ethylhexyl) phthalate, venlafaxine N-oxide, vildagliptin, N-ethyl-N-methylcathinone, and PEG-related oligomers. Overall, CPS-based monitoring couples preconcentration with time-integrated sampling, making it highly effective for expanding chemical coverage by LC–HRMS while also supporting quantitative, ng/L-level estimates via calibrated uptake (R_s). This combination positions CPSs as a powerful and scalable tool for routine contaminant surveillance across river–groundwater systems and for prioritising compounds for subsequent confirmation and targeted method refinement.

References

1. Lacorte et al. (2022). *Bol. Soc. Esp. Cerám. Vidr.*, 61, S1.
2. Fontanals et al. (2023). *Sci. Total Environ.*, 889, 164267
3. Hollender et al. (2023). *Environ. Sci. Eur.*, 35, 75.

From FFPE Blocks to Reliable DNA: Tissue-Driven Variability in Colorectal Polyp Analysis

Pilar Cervelló-Aran^{a,b}, Alina I. Onoiu^{b,c}, Sara Fernández-Castillejo^{a,b}, Bàrbara Roig^{a,b}, Karla B. Peña^{a,b,c}, Josep Gumà^{a,b,d}, Marta Rodríguez-Balada^{a,b}, Raquel Cumeras^{a,b,e}

^a Oncology Department, Institut de Recerca Biomèdica Catalunya Sud (IRBCatSud), Reus (Spain).

^b Institute of Oncology of Southern Catalonia (IOCS), Sant Joan University Hospital of Reus (HUSJR), Reus (Spain). ^c Pathology Service, Sant Joan University Hospital of Reus (HUSJR), Reus (Spain).

^d Medicine and Surgery Department, Universitat Rovira i Virgili (URV), Reus (Spain). ^e Department of Electronics, Electrical and Automatic Control Engineering, Rovira i Virgili University (URV), Tarragona (Spain)

Formalin-fixed paraffin-embedded (FFPE) samples are widely used for molecular analysis; however, their analytical reliability is often compromised by pre-analytical variability. In colorectal polyps, this limitation is particularly relevant due to pronounced heterogeneity in tissue composition and cellularity, which may affect DNA extraction performance beyond the extraction chemistry itself.

In this study, we evaluated the analytical performance of a magnetic bead-based DNA extraction workflow (MagMax, Thermo Fisher Scientific) applied to FFPE colorectal polyps. The aim was to identify tissue- and method-related factors influencing DNA yield and integrity. DNA was extracted using a standardized protocol, and concentration, purity, and integrity (DNA Integrity Number, DIN) were assessed as key quality metrics for downstream whole exome sequencing (WES). These parameters were analyzed in relation to tissue characteristics, including size, cellularity, and histological heterogeneity.

A high variability in DNA yield and integrity was observed across samples. Macroscopic tissue size was not a reliable predictor of DNA integrity as several large polyps yielded highly fragmented DNA with low DIN values, whereas smaller but more homogeneous samples often showed better integrity. Although DNA concentration varied substantially, it was not necessarily limiting for downstream applications when minimum thresholds were achieved. Increased tissue input and cellularity improved DNA recovery and facilitated reaching concentration requirements; however, these factors did not consistently predict DNA integrity, which remained highly variable. Technical steps such as deparaffinization and low-input handling contributed to variability, although their impact was lower than that of tissue-related factors.

Overall, these findings indicate that tissue characteristics -particularly cellularity and heterogeneity- are major determinants of analytical performance in FFPE DNA extraction from colorectal polyps, outweighing the influence of extraction chemistry alone. While sufficient input material improves DNA yield, it does not ensure adequate integrity. These results highlight the need for tissue-aware strategies, including careful sample selection and pre-analytical assessment, to improve reproducibility and reliability in downstream molecular analyses.

Acknowledgments: This study has been funded by *Instituto de Salud Carlos III* (ISCIII) through the project PI24/00794 and co-funded by the European Union. It has received also support from AGAUR (2024 PROD 00115). The *Miguel Servet* Program from ISCIII supported R.C. (CP25/00036). The predoctoral training contracts in health research from ISCIII supported P.C.-A. (FI25/00255).

Miniaturized plasma-based ionization source in negative ionization mode for PFAS analysis using LC-HRMS

Irene Caño-Carrillo^a, Francisco José Díaz-Galiano^a, Bienvenida Gilbert-López^a, Joachim Franzke^b, Juan F. García-Reyes^a

^aAnalytical Chemistry Research Group, Department of Physical and Analytical Chemistry, University of Jaén, Campus Las Lagunillas, Edif. B3, Jaén, 23071, Spain

^bLeibniz Institut für Analytische Wissenschaften (ISAS e.V), 44123 Dortmund, Germany

Dielectric barrier discharge (DBD) ionization has emerged as a versatile ionization technique adaptable to different analytical platforms, including liquid and gas chromatography interfaces. In general, DBD techniques can generate positive or negative ions via multiple processes such as Penning ionization, electron capture, proton transfer, among others.¹ Nevertheless, research has predominantly focused on positive ion mode, and the mechanisms involved in negative ion formation are still not fully elucidated. In this work, flexible microtube plasma (FμTP) source was evaluated for negative ionization in a liquid chromatography-high resolution mass spectrometry (LC-HRMS) system. Per- and polyfluoroalkyl substances (PFAS) were selected as model analytes due to their environmental relevance as persistent contaminants, including both compounds typically analyzed by electrospray ionization (ESI), such as perfluoroalkyl carboxylic acids and sulfonates, and less ESI-amenable compounds, such as perfluoroalcohols and olefins. The ionization performance of FμTP was compared with conventional LC ionization sources (ESI and atmospheric pressure chemical ionization (APCI)), with ion assignment confirmed by Orbitrap-HRMS. Distinct ionization and fragmentation patterns were observed across sources, reflecting differences in ionization mechanisms. For carboxylic and sulfonated PFAS, FμTP showed gas-phase-like behavior with enhanced in-source fragmentation compared to ESI and APCI. For neutral PFAS, not efficiently detected by ESI, FμTP enabled ionization via -HF loss and subsequent fragmentation, generating diagnostic fragment ions. Overall, FμTP represents a promising alternative ionization source for PFAS analysis, providing characteristic ionization fingerprints and enhanced suitability for full-scan screening approaches, with reduced reliance on tandem mass spectrometry (MS/MS) experiments for compound identification.

Acknowledgements: The authors acknowledge funding from Project PID2021-123307OB-I00 supported by MICIU/AEI/10.13039/501100011033. I.C.C acknowledges funding support from the State Investigation Agency (AEI) of Spain and the Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades through the FPU program (ref FPU20/02933). F.J.D.G acknowledges the Juan de la Cierva grant (reference JDC2023-052763-I) awarded by the Spanish Ministry of Science, Innovation and Universities, and the Spanish State Research Agency.

References: [1] Dryahina et al. (2024). *Mass Spectrom. Rev.*, 45, 193.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-090

A centrifugation-free smartphone-based microplate approach for reducing sugar determination in beverages

Irati Berasarte^a, Gorka Albizu^a, Haizea Belaunzaran^a, Rosa Garcia-Arrona^a, Ane Bordagaray^a, Maider Vidal^a, Miren Ostra^a

^aDepartment of Applied Chemistry, Faculty of Chemistry, University of the Basque Country (EHU), Spain

Reducing sugars are key analytes in food quality control, process monitoring, and nutritional evaluation. However, conventional titrimetric and spectrophotometric methods are laborious, they generate considerable waste and rely on specific instrumentation. This work aims to develop rapid, miniaturized, and sustainable procedures for the determination of reducing sugars in beverages by combining classical colorimetric reactions with smartphone-based digital image analysis (DIA). Benedict and 3,5-dinitrosalicylic acid (DNS) assays were adapted to a 96-well microplate format using 200 μL of reagent and 200 μL of sample per well. The reactions are carried out at 80 $^{\circ}\text{C}$ for 20 min, acquiring images with a smartphone under controlled illumination, and RGB signals are processed using a home-made MATLAB function. Fructose was selected as the model reducing sugar because it provides the highest sensitivity. The optimized procedures eliminate centrifugation, boiling, and aliquot transfer steps, thereby simplifying the workflow of reference Lane-Eynon method and considerably increasing method throughput. The Benedict method shows linearity from 1.0 to 7.0 g/L ($R^2 = 0.9876$), whereas the DNS method is linear from 1.0 to 10.0 g/L ($R^2 = 0.9926$). Detection limits are 0.81 g/L and 0.92 g/L, respectively, while intra- and inter-day precision values remain below 10%. The methods were applied to syrups, soft drinks, and beer, showing good agreement with the reference method. Relative errors remain below 12.4% and no statistically significant differences were detected. In addition, analytical greenness is assessed using the AGREE score, yielding a score of 0.72 for DIA procedures and 0.43 for the classical titration method. These results demonstrate that microplate-based Benedict and DNS assays coupled with smartphone imaging provide fast, inexpensive, high-throughput, and greener alternatives for routine reducing sugar determination in beverage analysis.

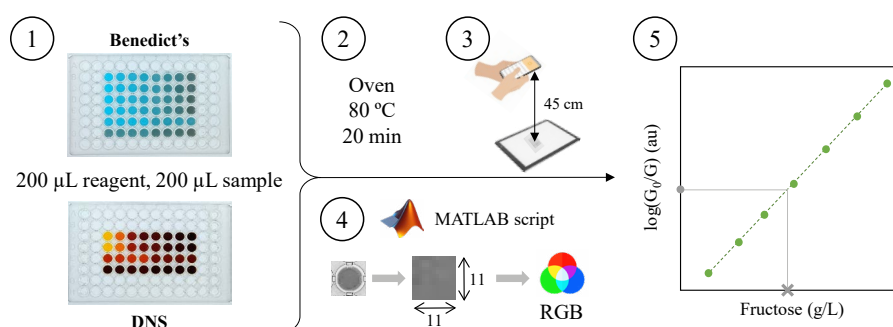


Figure 1. Schematic illustration of the proposed colorimetric methods.

References: [1] Albizu et al. (2026). *Food Control*, 188, 112196. [2] Pena-Pereira et al. (2020). *Anal. Chem.*, 92, 10076.

P2-091

Análisis de la adulteración en muestras de whiskies comerciales y su relación con compuestos fenólicos

Sara Soriano-Hernández^a, Giulia Mengozzi^a, Rafael Ballesteros-Garrido^b, Roberto Sáez-Hernández^a

^aDepartament de Química Analítica, Universitat de València (España)

^bDepartament de Química Orgànica, Universitat de València (España)

La presencia de compuestos fenólicos en los whiskies ha sido ampliamente conocida y estudiada en el ámbito de la Química Analítica y el análisis alimentario [1]. El perfil de fenoles influye de manera característica en las propiedades organolépticas de la bebida, y varía en función del tratamiento al que se someta la muestra a lo largo de su proceso de elaboración. Entre otros, el proceso de ahumado puede incrementar de manera significativa el valor del whisky y, en consecuencia, su precio. Se genera, por tanto, la posibilidad de fraude alimentario mediante el ahumado posterior de whiskies de menor precio, con el objetivo de hacerlos pasar por whiskies de mayor valor económico [2,3].

En este trabajo se ha llevado a cabo un análisis del perfil de fenoles presentes en muestras de whiskies comerciales tanto ahumados como no ahumados. Para ello se han empleado técnicas como la cromatografía de gases con detección de ionización en llama (GC-FID) y la espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FT-IR). Se ha obtenido el perfil de fenoles característico de cada una de las clases (ahumados, y no ahumados), y se ha comparado con el perfil obtenido tras ahumar artesanalmente muestras originalmente no ahumadas. Mediante análisis quimiométrico multivariante (tanto exploratorio como discriminante) se han evaluado los datos obtenidos mediante ambas técnicas.

Los resultados han permitido obtener no sólo el perfil fenólico propio de las diferentes clases de whiskies, sino además caracterizar el resultado del proceso de ahumado artesanal. Gracias a la metodología aplicada, se propone una distinción objetiva de muestras de los diferentes tipos, suponiendo un avance significativo en el ámbito del fraude alimentario.

Agradecimientos

Los autores y las autoras agradecen a la Conselleria d'Educació, Cultura i Universitats – Generalitat Valenciana por la financiación (CIPROM2023/037).

Referencias

1. Kahn et al. (1969). *J Food Sci*, 34(6), 587
2. Bigão et al. (2024). *Food Chem*, 447, 139023
3. Power et al. (2020). *Beverages*, 6(3), 49

Metal-organic framework-coated vials for monitoring catecholamines and metabolites in human urine

María J. Trujillo-Rodríguez^{a,b}, Santiago D. Cabrera-González^{a,b}, Federica Lusi^{a,c}, Sergio Luis-Lima^{d,e}, Alessandra Gentili^c, Jorge Pasán^a, Verónica Pino^{a,b,f}

^aLaboratorio de Materiales para Análisis Químico (MAT4LL), Facultad de Ciencias, Universidad de La Laguna (ULL), (Spain). ^bUnidad de Investigación de Bioanalítica y Medio Ambiente, Instituto Universitario de Enfermedades Tropicales y Salud Pública de Canarias (IUETSPC), ULL, (Spain). ^cDepartment of Chemistry, Sapienza University, (Italy). ^dLaboratory of Renal Function (LRF), Facultad de Medicina, Complejo Hospitalario Universitario de Canarias (HUC), ULL, (Spain). ^eDepartment of Laboratory Medicine, HUC, ULL, (Spain). ^fCentro de Investigación Biomédica en Red de Enfermedades Infecciosas (Ciberinfec), Instituto de Salud Carlos III, (Spain)

Catecholamines (e.g., dopamine, adrenaline, and noradrenaline) are highly interesting diagnostic biomarkers of neuroendocrine diseases. Novel bioanalytical methods also pay attention to their methylated metabolites (e.g, normetranephrine, metanephrine, and 3-methoxytyramine). In comparison to their parent catecholamines, metanephrines are present at higher urinary levels and exhibit superior diagnostic performance, being more reliable indicators for clinical assessment. Commercial kits for their determination based on solid-phase extraction require 13 steps and ~20 min/set of extractions.

The use of vials as thin-film solid-phase microextraction (TF-SPME) devices when internally coated with metal-organic frameworks (MOFs) [1,2] could be a useful tool as the in vial TF-SPME imparts simplicity, and the MOF provides high efficiency.

This study shows a TF-SPME-LC-MS/MS method with MOF-coated vials to monitor catecholamines and their metabolites in human urine, thus demonstrating the validity of this approach for this biological sample. The proposed strategy only requires 750 µL of urine and 500 µL of methanol (70%, v/v), and it enables rapid (4 steps, ~16 min/set of extractions) and high-throughput parallel extraction (~0.75 samples/min). The method is highly sensitive (LODs lower than 0.30 µg·L⁻¹), reproducible (inter-day RSD below 7.1%). In addition, urine analysis revealed concentrations of the targets ranging from 6.2-419 µg·L⁻¹, with comparable results to those of the commercial kit.

Acknowledgments

Project PID2023-147246OB-I00 funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033/ERDF, EU. M.J.T.-R. thanks her contract RYC2021-032502-I, funded by MICIU/AEI/ 10.13039/501100011033 and «NextGenerationEU»/PRTR. S.D.C.-G. thanks his FPI contract, funded by MICIU, Culture of Government of the Canary Islands and ESF+, integrated operation program Canary Islands 21-27, Axis 3 topic priority 74 (85%).

References

1. Taima-Mancera et al. (2024), *Adv. Funct. Mater.*, 34, 2402517.
2. Taima-Mancera et al. (2025), *Anal. Chim. Acta*, 1345, 343663.

Microextracción dispersiva por sorción sobre barra agitadora miniaturizada en plataforma de 96 posiciones para la determinación de biomarcadores de cáncer de vejiga.

Guillem Peris-Pastor, Carla Clemente-Pechuán, Juan L. Benedé, Alberto Chisvert
GICAPC, Departamento de Química Analítica, Universidad de Valencia (España)

En el campo del bioanálisis se requiere de metodologías con una elevada productividad, ya que se precisa realizar el análisis de un gran número de muestras diariamente y así obtener los resultados en el menor tiempo posible y poder actuar cuanto antes ante una posible patología. En este sentido, una excelente estrategia es el empleo de plataformas que permitan el tratamiento de diversas muestras en paralelo. De este modo, en este trabajo se ha utilizado una plataforma de 96 posiciones que permite llevar a cabo la microextracción dispersiva por sorción sobre barra agitadora miniaturizada (*Miniaturized Stir Bar Sorptive Dispersive Microextraction*, mSBSDME) [1, 2] para la determinación de dos acilcarnitinas de cadena corta (isobutiril-L-carnitina (isoC4) y valeril-L-carnitina (C5)) en muestras de suero, cuyos niveles pueden aportar información sobre el cáncer de vejiga [3]. Como material extractante se ha empleado un composite magnético formado por nanopartículas magnéticas de ferrita de cobalto incrustadas en un polímero de intercambio catiónico fuerte (*Strong Cation Exchange*, SCX) ($\text{CoFe}_2\text{O}_4\text{-SCX}$). Se ha empleado calibración externa con isobutiril-L-carnitina deuterada (isoC4- d_9) como patrón surrogado. Utilizando condiciones de extracción previamente optimizadas se han obtenido buenos parámetros analíticos para ambos analitos en términos de límites de detección (0.1 y 0.3 ng mL^{-1}), rendimientos de extracción (32 y 37%) y precisión ($5\text{-}14 \%$). Se han calculado los coeficientes de recuperación relativa a dos niveles de concentración obteniendo valores entre 95 y 120% , demostrando que el efecto matriz es despreciable. Para demostrar la utilidad del método desarrollado se han analizado muestras de cinco voluntarios, cuantificándose ambos analitos en todas ellas. Además, el método se ha comparado con otros publicados previamente con la misma finalidad, obteniendo mejoras significativas en términos de número de muestras tratadas por unidad de tiempo. El bajo volumen de muestra y de reactivos requerido, junto con el reducido tiempo que se requiere en el tratamiento de muestra, hacen de este método una clara alternativa para los laboratorios clínicos que requieren de metodologías con una elevada productividad.

Agradecimientos

Esta comunicación es parte del proyecto de I+D+i PID2024-162539NB-I00 financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033/ y por FEDER/UE, por lo que agradecen al Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades (MICIU). G.P-P. también agradece a la Generalitat Valenciana por la beca predoctoral (CIACIF/2021/027).

Referencias

1. Azorín et al. (2023). *Anal. Chim. Acta*, 1238, 340627.
2. Azorín et al. (2024). *Anal. Chim. Acta*, 1329, 343239.
3. Peris-Pastor et al. (2025). *Microchem. J.*, 217, 115058.

P2-094

Sustainable recovery of bioactive phytochemicals from soybean hulls: a dual approach on nutraceutical potential and tropane alkaloid safety

José Ignacio Guerrero-Blanco^a, David Vicente-Zurdo^b, Sonia Morante-Zarcero^b, Isabel Sierra^{b,c}, Noelia Rosales-Conrado^a, Esther Gómez-Mejía^a

^aDept. Analytical Chemistry, Faculty of Chemical Sciences, Complutense University of Madrid, Madrid (Spain)

^bDept. Chemical & Environmental Technology (ESCET), Rey Juan Carlos University, Móstoles (Spain)

^cInst. Investigación de Tecnologías para la Sostenibilidad (IUI-TecS), Universidad Rey Juan Carlos, Móstoles (España)

The valorization of soybean hulls (*Glycine max*), an agro-industrial byproduct, catalyzes the transition toward a circular bioeconomy by enabling the recovery of value-added phenolic compounds [1]. To this end, a synergistic Matrix Solid-Phase Dispersion and Ultrasound-Assisted Extraction (MSPD-UAE) protocol was developed. A Box-Behnken experimental design and Response Surface Methodology were employed to optimize solvent type, ultrasound amplitude, and extraction time, after selecting dispersant and sample-to-dispersant ratio. UHPLC-ESI-IT-MS/MS enabled the identification of over 20 constituents, including daidzin and vitexin; and the antioxidant capacity and protein content were assessed using spectrophotometric assays. Crucially, this study addresses food safety concerns by screening tropane alkaloids (atropine and scopolamine) potentially introduced via adventitious contamination from *Solanaceae* weeds, such as *Datura stramonium* or *Atropa belladonna* [2]. Trace-level safety was validated via HPLC-ESI-TQ-MS/MS to ensure the absence of alkaloid contaminants. Results confirm MSPD-UAE viability for recovering high-purity bioactive extracts, reinforcing soybean hulls extract as a secure nutraceutical.

Acknowledgments: Action funded by the Community of Madrid through the Multiannual Agreement for the regulation of the cooperation framework within the Regional System of Scientific Research and Technological Innovation, signed between the Community of Madrid and the UCM, within the framework of the 6th PRICIT (Regional Plan for Scientific Research and Technological Innovation for the 2022–2025 period), under SUSTAIN-AVOSOY (PR17/24-31956) led by emerging doctoral researchers. Funding was also provided by the Spanish Ministry of Science, Innovation and Universities (MICIU/AEI/10.13039/501100011033) and FEDER/EU through R&D projects PID2023-149424OB-I00 and PID2022-137278OB-I00.

References: [1] Cabezudo et al. (2020). *Food Chem.*, 338, 128131. [2] González-Gómez et al. (2020). *Foods*, 9, 1854.

Enhancing Metabolite Annotation Confidence Using Orthogonal Separation Parameters in CE-MS and GC-MS

Alberto Gil de-la-Fuente^{ab}, Pablo Canadas-Miquel^{ab}, Pilar Bourg^a, Alejandra Oshea-Fernandez^a, Constantino A. Garcia^{ab}, Sergio Saugar^{ab}, Coral Barbas^b, Abraham Otero^{ab}

^aDepartamento de Tecnologías de la Información, Escuela Politécnica Superior, Universidad San Pablo-CEU, CEU Universities, Urbanización Montepríncipe, Boadilla del Monte, Spain

^bCentre of Metabolomics and Bioanalysis (CEMBIO), School of Pharmacy, Universidad San Pablo-CEU, CEU Universities, Urbanización Montepríncipe, Boadilla del Monte, Spain

Metabolite annotation remains a major bottleneck in untargeted mass spectrometry-based metabolomics, limiting the reliability of biological interpretation [1]. In recent years, the integration of orthogonal experimental parameters derived from separation techniques has emerged as a key strategy to increase annotation confidence beyond mass spectral information alone.

In this work, we explore the use of complementary physicochemical descriptors to improve metabolite annotation across different analytical platforms. For capillary electrophoresis-mass spectrometry (CE-MS), migration time (MT), relative migration time (RMT), and effective electrophoretic mobility (μ_{eff}) were evaluated as robust and reproducible parameters for compound characterization [2]. A curated dataset comprising 1,193 compounds analyzed under eight distinct buffer systems was compiled from experimental data and literature, providing a comprehensive reference for CE-MS-based annotation.

For gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), a strategy based on methyl chloroformate derivatization was developed, integrating retention index (RI) and electron ionization (EI) spectral information. The resulting dataset includes 108 derivatives, enabling improved structural elucidation of polyfunctional metabolites in derivatization-based workflows.

The combined use of orthogonal separation parameters and spectral data enhances the robustness and reliability of metabolite annotation, highlighting the importance of integrating complementary physicochemical information across analytical platforms. These approaches have been implemented within CEU Mass Mediator, which is freely available at <http://ceumass.eps.uspceu.es/> [3].

Acknowledgements

Proyecto de la Agencia Estatal de Investigación, Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades (FEDER/MICIU), Ref: PID2024-162248NB-I00.

References

1. Criscuolo et al. (2022). *Nat Commun*, 13, 6547.
2. Schebb et al. (2025). *Sci Signal*, 18, eadw1245.
3. Ni et al. (2019). *Free Radic Biol Med*, 144, 110–123.

MetaboMSDIA: una herramienta para un uso integral del modo de adquisición de datos independiente en metabolómica

Carlos A. Ledesma Escobar^{ab}, Feliciano Priego Capote^{ab}, Mónica Calderón Santiago^{ab}

^a Departamento de Química Analítica, Universidad de Córdoba (España)

^b Instituto Químico para la Energía y el Medio Ambiente, Universidad de Córdoba (España)

La metabolómica actual exige un equilibrio crítico entre la cobertura del metaboloma y la fidelidad de la señal cuantitativa. El modo de adquisición independiente de datos (DIA) surge como una alternativa robusta al modo dependiente de datos (DDA) en espectrometría de masas, aunque su implementación requiere una sintonización fina de parámetros instrumentales a menudo ignorados. Así surge MetaboMSDIA, una herramienta cuyo objetivo es la implementación integral de DIA en el análisis metabolómico, que ha demostrado su utilidad para el agrupamiento y el alineamiento de señales, a fin de obtener espectros MS/MS multiplexados y reducir la pérdida de información espectral frente a DDA [1]. En esta ocasión, se evaluó el impacto del número de canales de adquisición, de la velocidad de escaneo y de la energía de colisión (CE) en la resolución y la sensibilidad de los perfiles metabolómicos complejos. Para ello, se evaluaron configuraciones de 2 a 4 canales de adquisición y diferentes velocidades de escaneo en términos de sensibilidad y resolución cromatográfica, así como la influencia de diferentes CE en un solo análisis, con el fin de maximizar la información espectral en muestras complejas. Además, se indagó sobre la idoneidad de su uso para la cuantificación de metabolitos mediante la selección de los fragmentos de mayor intensidad. Así, se encontró un efecto significativo del número de canales que influye directamente en la sensibilidad; en concreto, la optimización de este aspecto logró mejorar la sensibilidad hasta un 18% y aumentar la capacidad de deconvolución en señales solapadas. Por otro lado, la optimización de la velocidad de adquisición mostró que es posible lograr una convivencia entre la detección de analitos traza, sin comprometer significativamente la relación señal/ruido. En cuanto al uso de CE variable en DIA, se encontró que es posible obtener información espectral de calidad simultánea para metabolitos con diferentes estabilidades térmicas y estructurales, superando las limitaciones de coelución propias del modo DDA. Por último, la optimización estratégica de los parámetros de DIA no solo mejora la robustez cuantitativa mediante la monitorización multifragmento, sino que también permite mitigar las interferencias de matriz. Esto posiciona a DIA como una alternativa viable para el análisis exhaustivo de sistemas biológicos, reduciendo el número de análisis necesarios para obtener la misma información mediante DDA.

1. Ledesma-Escobar et al. (2023). *Anal. Chim. Acta*, 1266, 341308.

P2-097

Efecto del cocinado en la bioaccesibilidad y la especiación del selenio en espinaca biofortificada: estudio mediante HPLC-ICP-MS y trazadores isotópicos.

Marina Rodríguez Marín^a, Gustavo Moreno Martín^a, Yolanda Madrid^a

^aUniversidad Complutense de Madrid (ROR 0290gd045). Facultad de Ciencias Químicas. Ciudad Universitaria, 28040 Madrid, (España)

El selenio es un oligoelemento esencial cuya deficiencia o exceso se asocian a alteraciones metabólicas y problemas de salud. La biofortificación de cultivos es una estrategia eficaz para aumentar su ingesta aunque su impacto nutricional depende de la especie química presente y de los cambios que pueden producirse durante el procesado culinario, especialmente en términos de bioaccesibilidad y especiación tras la digestión gastrointestinal¹.

En este trabajo se ha evaluado la bioaccesibilidad de diferentes especies de selenio en espinacas (*Spinacia oleracea*) enriquecidas vía foliar con ⁷⁶SeMet, ⁷⁷Se(IV) y Ch-SeNPs², así como el efecto del cocinado sobre su liberación y transformación química durante una digestión gastrointestinal simulada. El contenido total de selenio y su bioaccesibilidad se determinaron mediante ID-ICP-MS tras digestión ácida asistida por microondas, mientras que la especiación en muestras crudas, cocidas y en los extractos gastrointestinales se llevó a cabo mediante HPLC-ICP-MS tras hidrólisis enzimática.

Los resultados mostraron que el proceso de cocción no afectó significativamente al contenido total de selenio en las espinacas, observándose una baja lixiviación del (0,37±0,01) % al agua de cocción. La SeMet fue la especie predominante tanto en espinacas crudas como cocidas. Durante la digestión gastrointestinal in vitro, la bioaccesibilidad fue mayor para el selenio procedente de ⁷⁶SeMet en espinacas crudas. Tras el cocinado, la bioaccesibilidad aumentó para ambas especies, ⁷⁶SeMet y ⁷⁷Se(IV), alcanzando valores de hasta (95±4) %, sin diferencias significativas. Asimismo, durante la digestión se produjeron transformaciones relevantes en las especies químicas de selenio: en el extracto intestinal de la espinaca cocida predominó SeMet, mientras que en la espinaca cruda las especies mayoritarias fueron Se(IV) y SeMet. En el caso de las Ch-SeNPs, aunque no fue posible establecer su bioaccesibilidad, el análisis de especiación reveló que durante el proceso gastrointestinal estas nanopartículas se transformaron a formas orgánicas como SeMetSeCys y SeMet.

En conjunto, estos resultados indican que el cocinado de espinacas biofortificadas puede modificar la bioaccesibilidad y la distribución de las especies químicas de selenio durante la digestión, favoreciendo potencialmente su aprovechamiento nutricional.

Agradecimientos: Los autores agradecen al Proyecto PID2023- 148425NB-I00 financiado por MCIU/AEI/10.13039/ 501100011033 and FEDER, EU.

Referencias

1. Somagattu et al. (2024). Sci. Total Environ, 949, 175033.
2. Moreno-Martín et al. (2026). Anal. Chim. Acta, 1318, 344791

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-098

Separation of silver nanoparticles in enzymatic digests from foodstuffs using hydrodynamic chromatography prior to ICP-MS analysis

Iván Lozano González^a, María Carmen Barciela-Alonso^a, Paloma Herbello Hermelo^a, Pilar Bermejo Barrera^a, Antonio Moreda Piñeiro^a

^aTrace Elements, Spectroscopy and Speciation Group (GETEE), Institute of Materials (iMATUS). Department of Analytical Chemistry, Nutrition and Bromatology. Faculty of Chemistry. Universidade de Santiago de Compostela. Avenida das Ciencias, s/n. 15782 – Santiago de Compostela, Spain.

The increasing use of inorganic nanoparticles creates a need for robust analytical tools with which to determine and characterise them. Various advanced techniques, such as transmission electron microscopy (TEM) and, more recently, inductively coupled plasma mass spectrometry with single-particle detection (spICP-MS), are currently extremely useful. However, there is also a need for screening methodologies that use simpler instrumentation to separate ionic (dissolved) metal from nanoparticulate metal and determine the latter's content. In this context, developing separation methods is highly valuable, and using Hydrodynamic Chromatography (HDC) could be a viable alternative for separating the dissolved and nanoparticle fractions of a metal.

In this study, we evaluated the efficiency of a patented, laboratory-designed and manufactured HDC column using a soda-lime glass ceramic material as the stationary phase [1] for separating silver ions and silver nanoparticles (Ag NPs).

The Ag NPs were separated using a mobile phase consisting of 0.5 mM Na₂HPO₄, 0.1% Triton X-100, 0.026% SDS and 0.05% formaldehyde, at a flow rate of 1.0 mL min⁻¹ (the Ag NP fraction was collected over the time interval 0.5-2 min). The separated fraction was then analysed using ICP-MS. This methodology was validated by analysing Ag NP standards of different sizes (40 and 60 nm) and concentrations. It was then applied to enzymatic extracts from mussels and seaweed that had been exposed to Ag NPs under controlled conditions, as well as to enzymatic extracts from confectionery products (sugar pearls). In all cases, analytical recoveries in the range of 84–126% were obtained, with relative standard deviations of less than 13%.

Acknowledgment: The authors would like to thank to *Agencia Estatal de Investigación (Prueba de Concepto*, reference PDC2022-133154-I00) and *Xunta de Galicia (Grupo de Referencia Competitiva*, reference ED431C 2022/029).

References

[1] A. Moreda-Piñeiro, P. Bermejo-Barrera, I. Lozano-González, F. Guitián-Rivera, Á Gil-González (2025). *Material de relleno y cartucho o columna de cromatografía que lo contiene para la separación de nanopartículas metálicas* (Spain patent PTC/ES2025/070610) *Oficina Española de Patentes y Marcas*.

Desarrollo de muestreadores pasivos de fase mixta (MAA@DVB) para la monitorización de drogas y psicofármacos en aguas

Alejandro García-Juan^a, Patricia García-Atienza^a, Maaïke Oomen^b, Héctor Martínez-Pérez-Cejuela^a, José Manuel Herrero-Martínez^a, Sergio Armenta^a

^aDepartamento de Química Analítica, Universitat de València, Burjassot, España

^bAvans University of Applied Sciences, Breda, Netherlands

La monitorización de drogas de abuso y psicofármacos en medios acuáticos se ha consolidado como una herramienta fundamental para estimar los patrones de consumo de la población, aportando datos clave para la salud pública [1]. Sin embargo, la cuantificación de estos compuestos resulta compleja, ya que se encuentran en niveles traza y están sujetos a continuas fluctuaciones temporales en los vertidos. Por ello, resulta imprescindible el uso de herramientas de preconcentración que proporcionen información representativa a lo largo del tiempo, como los muestreadores pasivos [2]. En este contexto, el presente trabajo describe el desarrollo y la evaluación de un dispositivo de muestreo pasivo basado en un copolímero poroso de ácido metacrílico y divinilbenceno (MAA@DVB). Este material de fase mixta combina interacciones hidrofóbicas y de intercambio catiónico débil [3], destacando por su elevada afinidad hacia compuestos básicos, naturaleza química que comparten la mayor parte de estas drogas y psicofármacos.

El dispositivo se diseñó integrando el polímero en un formato de disco protegido por una malla. El estudio se centró en la calibración del sistema en laboratorio mediante baños de agua con agitación, empleando una selección de 19 analitos que incluían estimulantes, opiáceos y diversos psicofármacos. El rendimiento analítico se validó mediante ensayos con réplicas (n=6) para evaluar la repetibilidad, y el estudio de la cinética de captación mediante extracciones periódicas durante 5 días. Tras la elución de los compuestos del material sorbente, los extractos obtenidos se analizaron mediante cromatografía líquida de ultra alta eficacia acoplada a espectrometría de masas en tándem (UHPLC-MS/MS).

Los resultados permitieron determinar con precisión las tasas de muestreo (R_s) en la fase lineal de captación, obteniendo valores comparables con los de muestreadores pasivos comerciales de referencia para compuestos polares (POCIS y Chemcatcher). De cara a futuros estudios, se plantea la aplicación directa de estos dispositivos en entradas y salidas de depuradoras, así como en aguas naturales para el muestreo *in situ* de estos compuestos.

Agradecimientos: Este estudio ha sido financiado por el Ministerio de Sanidad, Delegación del Gobierno para el Plan Nacional sobre Drogas, PND2025-I020, y por MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y el “ERDF A way of making Europe” a través del proyecto PID2021-125459OB-I00.

Referencias

- [1] M. Huizer et al. (2021). *Water Res.*, 207, 117789.
- [2] J.A. Baz-Lomba et al. (2017). *Water Res.*, 121, 221.
- [3] A. García-Juan et al. (2026). *Anal- Chim. Acta.*, 1398, 345268.

P2-100

HPLC-ICP-MS for assessing bio-accessible pyrophosphate from nanoparticle-based drugs as delivery systems

María Álvarez-Barciela^a, Alejandro Ogando-Cortés^b, Paloma Herbello-Hermelo^a, Pilar Bermejo-Barrera^a, María Raquel Domínguez-González^a, Pablo Taboada-Antelo^b, Antonio Moreda-Piñeiro^a

^aTrace Elements, Spectroscopy and Speciation Group (GETEE), Institute of Materials (iMATUS). Department of Analytical Chemistry, Nutrition and Bromatology. Faculty of Chemistry. Universidade de Santiago de Compostela. Avenida das Ciencias, s/n. 15782 – Santiago de Compostela, Spain.

^b Colloids and Polymer Physics Group. Institute of Materials (iMATUS). Department of Particle Physics. Faculty of Physics, University of Santiago de Compostela, Spain.

Progeria, also known as Hutchinson-Gilford premature ageing syndrome (HGPS), is an extremely rare progressive genetic disorder that causes accelerated ageing in children. Those affected have an average life expectancy of just 15 to 20 years. While there is currently no cure, recent investigations have found a link between the disease and reduced ATP availability, which is associated with mitochondrial dysfunction and increased alkaline phosphatase activity. Alkaline phosphatase is the enzyme responsible for breaking down pyrophosphate. Consequently, research is being conducted into using pyrophosphate formulations as an experimental treatment to mitigate the effects of progeria, primarily by inhibiting excessive vascular calcification, which is one of the most significant symptoms of the disease.

This study presents an optimised method for the speciation of phosphate and pyrophosphate using high performance liquid chromatography (HPLC) and inductively coupled plasma – mass spectrometry (ICP-MS) to determine the bio-accessible fraction of pyrophosphate in formulations prepared with nanostructures as delivery systems: poly(lactic-co-glycolic acid) (PLGA), liposomes (DPPC-DMPG), and chitosan. The separation of phosphate (a possible degradation product of pyrophosphate under gastrointestinal conditions) and pyrophosphate was achieved using ion-exchange chromatography under isocratic conditions (mobile phase consisting of 50 mM sodium citrate and 1.0 % (v/v) methanol). The flow rate was fixed at 1.0 mL min⁻¹ which allows a suitable separation of both compounds in 5 min.

Acknowledgment

The authors would like to thank *Xunta de Galicia (Grupo de Referencia Competitiva*, reference ED431C 2022/029) and *Agencia Estatal de Investigación* (MICIU/AEI/10.13039/501100011033) and by the European Union NextGenerationEU/PRTR (reference PID2022-142682OB-I00). María Álvarez-Barciela acknowledges *Ministerio de Educación, Formación Profesional y Deportes* for a *Beca-Colaboración* grant (25CO1/004121).

Tracking the Hass Avocado Metabolome across Harvest Season and Ripening using LC–timsTOF MS

Gemma Beiro-Valenzuela^a, Carmen M. Sánchez-Arévalo^a, Elena Entrena-Jiménez^a, José Jorge González-Fernández^b, José Ignacio Hormaza^b, Elena Hurtado-Fernández^c, Romina Pedreschi^d, Jose Camacho^{e,f}, Lucía Olmo-García^a, Alegría Carrasco-Pancorbo^a

^aUniversity of Granada, (Spain)

^bInstitute for Mediterranean and Subtropical Horticulture (IHSM La Mayora-UMA-CSIC), (Spain)

^cUniversidad Loyola Andalucía, (Spain)

^dPontificia Universidad Católica de Valparaíso, (Chile)

^eDatharsis, Granada (Spain)

^fDepartment of Analytical Chemistry, University of Granada, Granada (Spain)

Hass avocado harvest season spans several months, during which physiologically mature fruits are harvested according to market demand. While numerous studies have focused on postharvest metabolic changes during ripening, the metabolic evolution occurring on-tree throughout the harvest season remains less explored.

In this work, *Hass* avocados were collected at six harvest points, spaced 15 days apart, between March and May. Fruits were analyzed at both the green (unripe) and ready-to-eat stages. In addition, three tissues (peel, pulp, and seed) were considered in each case. Methanolic extracts from freeze-dried tissues were analyzed using liquid chromatography coupled with trapped ion mobility and time-of-flight mass spectrometry (LC-timsTOF MS) following a non-targeted metabolomics strategy.

This comprehensive approach enabled the characterization of metabolomic evolution from both a longitudinal perspective (across multiple harvest points) and a ripening perspective (from green to ready-to-eat stages). Approximately 2000 features were detected per sample, with numerous compounds annotated, including phenolic acids and their glycosylated derivatives, flavonoids (including procyanidins), iridoids, amino acids, nucleosides, and phytohormones. Several metabolites stood out for having a marked trend (both upward and downward), such as epicatechin, *p*-coumaric acid, ferulic acid, pantothenic acid, chlorogenic acid and abscisic acid.

These findings provide new insights into the metabolic evolution of avocado during both on-tree maturation and postharvest ripening. Overall, the results establish a robust foundation for optimizing harvest timing and improving postharvest quality management strategies.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Determinación de fluoxetina y su metabolito norfluoxetina para evaluar su bioacumulación mediante líneas celulares

Nuria Martín-Cortés ^a, Paloma De Oro-Carretero^a, Jon Sanz-Landaluze ^a

^aDepartamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid, Av. Complutense s/n 28040, Madrid (España)

En la actualidad existe un gran interés en el desarrollo de métodos alternativos a la experimentación animal, basados en los principios de las 3R (Reemplazo, Reducción y Refinamiento). Las líneas celulares han surgido como una herramienta sólida y eficaz. Diversos organismos internacionales, como la OECD¹, basados en datos de numerosas investigaciones², han desarrollado protocolos para evaluar la bioacumulación, uno de los parámetros necesarios para estimar la ecotoxicidad de cualquier sustancia. La mayoría de estos protocolos se han focalizado en analizar compuestos orgánicos neutros, mientras que los compuestos orgánicos ionizables presentan un comportamiento diferencial debido a su interacción con las membranas y el pH celular³. Por ello, es necesario validar si los modelos *in vitro* son capaces de predecir la actividad de estos analitos. El presente trabajo toma como modelo de estudio la fluoxetina dada su naturaleza básica y su tendencia a presentarse en forma catiónica (pKa 9-10).

La dificultad radica en optimizar un método miniaturizado que permita la determinación en muestras pequeñas como las células y concentraciones bajas como son los metabolitos, necesarios para el cálculo de la bioacumulación. Se desarrolló un procedimiento analítico para fluoxetina y norfluoxetina (metabolito mayoritario) basado en una extracción asistida por sonda de ultrasonidos con tolueno y fluoxetina-d6 como patrón interno. Los extractos se derivatizaron con HFBI (n-heptafluorobutirilimidazol) en seco, previamente al análisis mediante GC-MS; obteniendo finalmente LODs de 5-10 ng/mL y recuperaciones del 70-80% tanto en células como en los medios de exposición.

El método se aplicó al estudio de bioacumulación en las líneas celulares Caco-2 y ZFL. Las células fueron expuestas a fluoxetina durante 72 h a concentraciones que garantizaban una viabilidad superior al 70%, según el ensayo citotóxico previo de MTT. Se determinaron las concentraciones de fluoxetina y norfluoxetina tanto en el medio de cultivo como en el interior de las células, permitiendo el cálculo del factor de bioconcentración (BCF) *in vitro*. Los resultados confirman que el método analítico miniaturizado desarrollado es una herramienta eficaz para el seguimiento de la biotransformación y bioacumulación de compuestos ionizables, reforzando la viabilidad de los modelos celulares como alternativa ética y técnica a los ensayos con animales.

Agradecimientos: La financiación PID2023-148425NB-I00, por el MCIU/AEI/10.13039/501100011033 y el FEDER de la UE. Al MCIU por el contrato de formación de doctores [PRE2021/097956]. A la CAM por financiar el contrato del Programa de Jóvenes Investigadores (CT49/25).

Referencias

- [1] OECD Guidance document N° 280. ENV/JM/MONO(2018)12. (2018).
- [2] De Oro-Carretero and Sanz-Landaluze et al. (2025). *JoX*, 93, 236.
- [3] Huchthausen, J. et al. (2020). *Chem. Res. Toxicol.*, 33, 1845–1854.

Untargeted analysis of partially polar crude oil-derived compounds in water-accommodated fractions by HPLC-IM-HRMS

Carles Moreu-Romero^{a,b,c}, Encarnación Moyano^d, Juan F. Ayala-Cabrera^{a,b}, Mathilde Monperrus^c, F. Javier Santos^d, Mireia Irazola^{a,b}, Ionan Marigomez^{b,e}

^a Department of Analytical Chemistry, Faculty of Science and Technology, University of the Basque Country (UPV/EHU). Leioa, Basque Country, Spain. ^b Research Centre for Experimental Marine Biology and Biotechnology, University of the Basque Country (PiE-UPV/EHU), 48620 Plentzia, Bizkaia, Basque Country, Spain. ^c Université de Pau et des Pays de l'Adour, E2S UPPA, CNRS, IPREM UMR 5254, 64600 Anglet, France.

^d Analytical Chemistry Section, Chemistry Faculty, University of Barcelona. E-08028, Barcelona, Spain. ^e BCTA Research Group, Department of Zoology and Animal Cell Biology, University of the Basque Country (UPV/EHU), 48940 Leioa, Bizkaia, Basque Country, Spain

Usually, the occurrence and toxicity of oil spills are assessed by monitoring a limited number of apolar analytes, mainly polycyclic aromatic hydrocarbons and low-molecular weight monoaromatic hydrocarbons (benzene, toluene, ethylbenzene, and xylenes). However, this simplified strategy has proven insufficient for evaluating and predicting oil spill toxicity¹, highlighting the need for more holistic approaches. To address this limitation, the water-soluble fraction of oil has been studied through the water-accommodated fraction (WAF). WAF is a highly complex mixture containing a wide variety of largely unidentified compounds, known as the unresolved complex mixture (UCM). Although still poorly characterized, it is estimated that a large proportion of the compounds forming the UCM are partially polar, potentially accounting for more than 90% in the case of weathered oils². The characterization of these partially polar compounds is therefore crucial for an accurate assessment of oil spill toxicity.

Taking this into account, the partially polar compounds of the UCM from WAFs prepared from two different crude oils were studied. Samples were acidified, extracted with dichloromethane, and subsequently analyzed by liquid chromatography coupled to an ion mobility and high-resolution time-of-flight mass spectrometer (HPLC-IM-QTOF). Afterwards, suspect and non-target workflows were subsequently applied.

The results revealed marked differences between the WAFs and the control, as well as between the two oils, demonstrating that each crude oil exhibits a distinct UCM composition. Furthermore, given the high chemical complexity of the samples, the low chromatographic resolution, and the presence of positional isomers, ion mobility separation proved to be essential for obtaining a comprehensive picture of the partially polar UCM components.

Acknowledgments: This work has been funded by the Spanish Ministry of Science and Innovation (AMMONTX, PID2021-123945OB-I00, and PID2021-122743NB-I00) and by the Basque Government through Consolidated Research Group Grant (IT1743-22 and IT1446-22). The LC-MS equipment has been supported by the European Regional Development Fund 2019 [EQC2019-005533-P]. CMR acknowledges his predoctoral grant contract from the UPV/EHU. Moreover, JAC acknowledges the European Union for the Marie Skłodowska Curie Actions (MSCA) Postdoctoral Fellowship.

References: [1] Meador et al. (2019). Characterizing Crude Oil Toxicity to Early-Life Stage Fish Based on a Complex Mixture: Are We Making Unsupported Assumptions?, 19, 11080. [2] Sørensen et al. (2024). A simple protocol for estimating the acute toxicity of unresolved polar compounds from field-weathered oils, 34, 245.

Redefining membrane-based pipette-tip extraction using 3D-printing

Francisco Antonio Casado-Carmona^a, Jaime Millán-Santiago^b, Carlos Calero-Cañuelo^b, Enrique Javier Carrasco-Correa^c, Rafael Lucena^b, Manuel Miró^a, Soledad Cárdenas^b

^a University of the Balearic Islands, (Spain).

^b Universidad de Córdoba, (Spain).

^c University of Valencia, (Spain).

The analysis of biological samples remains challenging due to their inherent matrix complexity and limited availability. In this context, miniaturized sample preparation techniques, such as pipette-tip micro-solid phase extraction (PT- μ -SPE), have gained significant attention owing to their low sample consumption and operational simplicity. However, the conventional implementation of PT- μ -SPE presents kinetics limitations when planar sorptive phases are employed, mainly due to suboptimal mass transfer and restricted interaction between the sample and the sorbent material.

To minimize these drawbacks, 3D printing emerges as a powerful tool for the development of ad hoc extraction devices with improved performance. Herein, a 3D-printed pipette tip with planar geometry is introduced, which can be readily coupled to a conventional plastic syringe via a Luer connector. The proposed design enables the integration of a planar sorptive phase based on cation-exchange microparticles supported on aluminum foil aiming at enhancing the accessibility of the sorbent and minimizing flow constraints.

The applicability of the developed device was successfully demonstrated for the extraction of opioids from saliva samples. The results obtained highlight the potential of 3D printing as a versatile approach for the rational design of improved extraction platforms, overcoming the intrinsic limitations of conventional configurations and advancing sample preparation strategies in bioanalytical applications.

Acknowledgments

The authors acknowledge financial support by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 through projects PID2023-146313OB-I00 (MICIU/AEI/FEDER,EU), PID2021-125459OB-I00 (MICIU/AEI/FEDER,EU) and PID2024-156804OB-C33 (MICIU/AEI/FEDER,EU). This article is based upon work carried out within the Sample Preparation Specialized Group of the Spanish Society of Analytical Chemistry (SEQA).

P2-105

Método analítico para la determinación de fármacos citostáticos en aguas residuales y superficiales mediante LC-MS/MS

Marina Arenas, Julia Martín, Juan Luis Santos, Irene Aparicio, Esteban Alonso

Departamento de Química Analítica, Escuela Politécnica Superior, Universidad de Sevilla (España)

El cáncer es una de las enfermedades de mayor impacto en la salud pública a nivel mundial, debido a su alta incidencia e índice de mortalidad [1]. En varones, el tipo de cáncer más diagnosticado es el cáncer de próstata, mientras que en mujeres el de mayor incidencia es el cáncer de mama [2]. No solo es fundamental abordar el impacto epidemiológico de esta enfermedad, sino también el posible impacto ambiental de los agentes terapéuticos que se utilizan en su tratamiento: los fármacos citostáticos. Una fracción de los citostáticos y sus metabolitos es excretada por los pacientes oncológicos y, a través de los efluentes hospitalarios y las aguas residuales domésticas, llegan a las estaciones depuradoras de aguas residuales (EDARS) donde los tratamientos convencionales no logran eliminarlos por completo [3]. En este trabajo, se ha desarrollado un método basado en extracción en fase sólida (SPE) integrada con cromatografía de líquidos acoplada espectrometría de masas en tándem (LC-MS/MS) para la determinación de fármacos citostáticos en muestras de agua. Los fármacos seleccionados pertenecen al subgrupo de citostáticos empleados en el tratamiento de cánceres hormonodependientes como el cáncer de mama y próstata. El método ha sido validado para su aplicación en efluentes hospitalarios, aguas residuales urbanas (influentes y efluentes) y aguas superficiales. Para la SPE se emplearon dos cartuchos en serie (Oasis HLB e ISOLUTE® ENV+), que proporcionaron recuperaciones próximas al 100% para la mayoría de los analitos y matrices. El efecto matriz fue mayor en los efluentes hospitalarios y en influentes de aguas residuales urbanas. Se obtuvieron límites de cuantificación en el rango entre 0,375 y 18,7 ng L⁻¹. La precisión, expresada como desviación estándar relativa, fue inferior al 10 % para la mayoría de los compuestos. El método analítico desarrollado podrá ser empleado para obtener información sobre la presencia de citostáticos en efluentes hospitalarios, su comportamiento en EDARS y su presencia y persistencia en los cauces receptores.

Agradecimientos

Este trabajo es parte del proyecto de I+D+i PID2023-148571OB-I00, financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033/ y por FEDER, UE, y de la ayuda AEI-010500-2025-8 del Programa de Apoyo a las Agrupaciones Empresariales Innovadoras del Ministerio de Industria y Turismo.

Referencias

1. Force et al. (2025). *The global, regional, and national burden of cancer, 1990–2023, with forecasts to 2050: a systematic analysis for the Global Burden of Disease Study 2023*, *Lancet*, 406, 1565.
2. Bray et al. (2024). *Global cancer statistics 2022: GLOBOCAN estimates of incidence and mortality worldwide for 36 cancers in 185 countries*, *CA Cancer J. Clin.*, 74(3), 229.
3. Jureczko et al. (2020). *Cytostatic pharmaceuticals as water contaminants*, *Eur. J. Pharmacol.*, 866, 172816

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-106

Caracterización y estandarización de un sistema de muestreo off-line con control térmico activo para el análisis de aliento mediante SESI-HRMS

Jesús Jiménez^a, Amine Badal^a, Diego García^b, Guillermo Vidal^a

^aFossiliontech, (España)

^bUSAL (España)

Introducción: La ionización por electrospray secundario acoplada a espectrometría de masas de alta resolución (SESI-HRMS) destaca en el análisis del aliento por su excepcional sensibilidad y capacidad de monitorización en tiempo real. No obstante, la necesidad de que el sujeto esté presente en la plataforma analítica limita su integración en la práctica clínica rutinaria. El muestreo off-line mediante bolsas de almacenamiento surge como alternativa, aunque enfrenta desafíos críticos respecto a la estabilidad de los analitos y la reproducibilidad experimental.

Objetivos: Este trabajo describe el diseño y caracterización de un sistema de muestreo basado en bolsas de polímero con control de temperatura y registro de datos. Los objetivos son: 1) cuantificar la variabilidad intrínseca del hardware; 2) evaluar la estabilidad de las señales de m/z en función del tiempo de almacenamiento; y 3) establecer un protocolo que garantice la integridad y reproducibilidad de la muestra recolectada.

Métodos: Se desarrolló un prototipo con monitorización térmica constante. La caracterización consistió en ensayos de estabilidad para identificar factores críticos relacionados con la oscilación térmica. Se analizó la evolución de las intensidades relativas de los compuestos detectados por SESI-HRMS durante diferentes periodos de almacenamiento, comparando estos datos con mediciones directas para identificar puntos de degradación o condensación.

Resultados: Se ha caracterizado con éxito la variabilidad intrínseca del hardware, determinando el nivel de ruido instrumental introducido por el sistema de muestreo. Asimismo, se cuantificó la evolución de las muestras en función del tiempo, identificando las ventanas temporales de estabilidad para las señales de m/z detectadas bajo condiciones controladas. Como hito principal, se ha definido un Procedimiento Normalizado de Trabajo (SOP) centrado en la sistematización de la recolección de la muestra, lo que garantiza la reproducibilidad técnica necesaria para su aplicación clínica.

Conclusiones: La estandarización de la fase pre-analítica mediante la caracterización del hardware y la creación de un SOP de recolección es fundamental para asegurar resultados comparables. Este marco técnico proporciona la base necesaria para extender el potencial diagnóstico del SESI-HRMS a entornos clínicos y estudios multicéntricos, garantizando la robustez y calidad de los datos químicos fuera del laboratorio.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-107

Metal-organic frameworks anchored onto alumina supports for solid-phase microextraction

Nayeli Moya-Viña^a, Santiago D Cabrera-González^a, Verónica Pino^{a,b}, Adrián Gutiérrez-Serpa^{a,b}, Jorge Pasán^a

^a Laboratorio de Materiales para Análisis Químico (MAT4LL), Departamento de Química, Facultad de Ciencias, Universidad de La Laguna (ULL) (Spain)

^bUnidad de Investigación de Bioanalítica y Medio Ambiente, Instituto Universitario de Enfermedades Tropicales y Salud Pública de Canarias (IUETSPC), ULL (Spain)

In the last years solid-phase microextraction (SPME) has been boosted by the integration of advanced functional materials as sorbents, which have pushed the limits of extraction efficiency and selectivity. Among the explored materials, metal-organic frameworks (MOFs) stand out as premier sorbents, offering exceptional surface areas, chemical tunability, and thermal and chemical stability. Despite their potential, the effective immobilization of MOFs onto support for preparing microextraction devices remains challenging due to their crystalline nature. To address this problem, we introduce the use of alumina as a high-performance support for SPME. Unlike conventional fiber-based supports, the interconnected three-dimensional network of the alumina provides easy tunability and a high surface-area-to-volume ratio, facilitating high sorbent loading over the support (1). This study presents the preparation of MOF-coated alumina, ensuring a uniform, mechanically stable MOF layer as SPME coating. The device was evaluated in the removal of a group of organic contaminants from environmental waters.

Acknowledgments

This work was developed within the scope of the project ref. PID2023-147246OB-I00 funded by the Spanish Ministry of Science, Innovation, and Universities (MICIU/AEI/10.13039/501100011033) and the European Regional Development Fund (ERDF, EU). S.D.C.-G. thanks his FPI predoctoral contract, cofinanced by the Research Canary Agency “ACIISI” and by European Social Fund Plus (ESF+), integrated operation program Canary Islands 2021–2027, Axis 3 topic priority 74 (85%). The authors would like to acknowledge the use of the Research Support General Service (SEGAI) of the ULL.

References

1. Betke et al. (2018). *Micropor. Mesopor. Mater.*, 265, 43.

P2-108

Cuantificación de NO_x y CO en Mezclas de Gases de Origen Natural Usadas en Aparamenta Eléctrica de Media Tensión: Espectroscopía Infrarroja vs. Cromatografía Gaseosa

Rosa María Alonso^a, María Luz Alonso^a, Jesus Izcar^b, Ibon Larracoechea^b

^aGrupo FARMARTEM, Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencia y Tecnología, Universidad del País Vasco (UPV/EHU), Barrio de Sarriena, s/n, 48940 Leioa (Bizkaia), (España)

^bOrmazabal Corporate Technology, AIE, Parque Empresarial Boroa, parcela 24, 48340 Amorebieta-Etxano (Bizkaia), (España)

Desde enero de 2026 el Reglamento (UE) 2024/573 que regula los gases fluorados de efecto invernadero prohíbe la comercialización en la Unión Europea de aparamenta eléctrica de media tensión de hasta 24 kV que use el gas hexafluoruro de azufre (SF₆), como elemento de aislamiento e interrupción de corriente. En el caso de la aparamenta eléctrica de media tensión de más de 24 kV y hasta 52 kV la prohibición entrará en vigor en enero de 2030.

Como respuesta a esta prohibición se está investigando la utilización de gases dieléctricos alternativos al SF₆, basados en gases de origen natural (CO₂, N₂, O₂) con un mejor comportamiento medioambiental y económicamente viables en celdas de distribución eléctrica de 24 kV y de 36 kV.

La transición hacia estos nuevos sistemas de aislamiento eléctrico, basados en gases de origen natural sin potencial de efecto invernadero, implica estudiar el comportamiento de estas mezclas de gases cuando se usan en aparamenta eléctrica y se encuentran bajo condiciones de estrés eléctrico y térmico. En particular, es preciso evaluar la posible formación de subproductos de descomposición como el NO, el NO₂ y el CO, para garantizar la seguridad y el estado funcional de la aparamenta eléctrica.

Para la identificación y cuantificación de estos compuestos, se ha desarrollado y validado una metodología analítica cuantitativa basada en espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) acoplada a una celda multipaso para gases de 2 m. Se han seleccionado las bandas espectrales, se han estudiado las estrategias de calibración y la evaluación de interferencias, abordando en particular los posibles solapamientos con las bandas de CO₂ y del agua. Así mismo se ha aplicado la cromatografía gaseosa con detectores de conductividad térmica (GC/TCD) y de espectrometría de masas (GC/MS) para el análisis de estos productos de descomposición.

Se ha realizado un estudio comparativo de las capacidades de ambas herramientas analíticas para la identificación y cuantificación de estos productos de descomposición en muestras de gas extraídas de celdas de media tensión tras ser sometidas a diferentes condiciones operacionales.

El método analítico basado en FTIR ha mostrado su utilidad para la determinación simultánea de los óxidos de nitrógeno (NO, NO₂ y N₂O) y de CO, mientras que GC/MS únicamente permite determinar N₂O, a los niveles de concentración exigidos por la normativa.

Agradecimientos: Los autores agradecen la financiación del Gobierno Vasco (proyecto ELKARTEK KK-2025/00043).

Integrated Multi-Omics Characterization of LPS-Induced Hepatic Metabolic Reprogramming

Sara Moreno Talavera^a, David Chamoso Sánchez^a, Francisco Javier Cueto^b, Eduardo López Collazo^b, Fernando J. Corrales^c, Irene Blázquez García^c, Francisco Javier Rupérez Pascualena^a, María Ángeles López González^a

^aCentro de Metabolómica y Bioanálisis (CEMBIO), Facultad de Farmacia, Universidad San Pablo-CEU, CEU Universities, Urbanización Montepríncipe, 28660 Boadilla del Monte (Spain); ^bThe Innate Immune Response Group & Tumour Immunology Laboratory, IdiPAZ, La Paz University Hospital (Spain); ^cFunctional Proteomics Laboratory, National Center for Biotechnology, CSIC, Darwin, 3; 28049, Madrid (Spain)

Acute systemic inflammation triggers profound disruptions in hepatic metabolism. However, achieving a holistic view of this remodeling is often hindered by the vast chemical diversity of the liver's molecular landscape. This study employs an integrated multi-omics approach—with a primary focus on metabolomics—to map liver remodeling in a murine model of Lipopolysaccharide (LPS)-induced inflammation.

Proteomics was performed via Data-Independent Acquisition (DIA). To ensure maximum metabolite coverage, we utilized a multi-platform analytical workflow including unique homogenization step for all platforms from a single 100 mg liver portion. Lipidomics was conducted using RPLC-MS. Crucially, polar metabolome coverage was expanded through the combination of HILIC-MS, CE-MS, and GC-MS. Data Dependent Acquisition and In-Source fragmentation strategies were used appropriately for the metabolite annotation. This orthogonal strategy allowed for the interrogation of amino acids, organic acids, and central carbon intermediates that are typically underrepresented in single-platform studies.

The results revealed a clear metabolic divergence between inflamed and control groups. We identified over 300 significantly altered metabolites, reflecting a systemic reorganization of redox balance, energy production, and nitrogen processing. Lipidomic profiles showed a distinct shift characterized by reduced levels of lysophospholipids and fatty acids, alongside an increase in acyl-carnitines, suggesting adaptive lipid mobilization. Concurrently, the proteome confirmed the activation of innate immune pathways, including the complement system, phagosome maturation, and leukocyte migration.

By synthesizing proteomics, lipidomics, and polar metabolomics, this work provides a detailed molecular atlas of the inflamed liver. Our findings underscore the necessity of multi-platform metabolomics to capture the complexity of immune-metabolic coupling and offer deeper insights into inflammatory liver dysfunction.

Agradecimientos: P2022/BMD-7232 funded by Comunidad de Madrid; PID2024-162248NB-I00 funded by MICIU/AEI /10.13039/501100011033/ and by FEDER Una manera de hacer Europa

P2-110

Decoding Wheat Complexity: Long-Term Agronomic Drivers of the Grain Phenolic Metabolome Revealed by LC–IMS–HRMS

Giulia Oliveti^a, Lorenzo Negri^a, Sara Bosi^a, Giovanni Dinelli^a, Jose Camacho^{b,c}, Lucía Olmo-García^d, Alegría Carrasco-Pancorbo^d

^a Department of Agricultural and Food Sciences, University of Bologna, Bologna (Italy)

^b CITIC-UGR, University of Granada, Granada (Spain)

^c Datharsis, Granada (Spain)

^d Department of Analytical Chemistry, University of Granada, Granada (Spain)

Understanding how agronomic practices and climate variability shape crop biochemical composition is key to improving food quality and sustainability. In wheat (*Triticum aestivum* L.), phenolic metabolites play an important role in plant resilience and nutritional value, making them relevant targets for metabolomic studies. This work investigates the long-term influence of agronomic management and environmental variability on the wheat grain phenolic metabolome using a unique field experiment spanning 13 years and five harvest seasons, integrating two crop rotation systems and three fertilization regimes under Mediterranean rainfed conditions.

An untargeted metabolomics approach based on UHPLC–timsTOF MS/MS in dual ionization mode was applied. The incorporation of ion mobility provided collision cross section (CCS) values as an additional molecular descriptor, enhancing metabolite annotation confidence and enabling improved resolution of structurally related compounds. To assess the effects of experimental factors, statistical analysis combined multi-factorial ANOVA with variable-selection ANOVA simultaneous component analysis (vASCA) using the DathaTest tool (www.datharsis.com). Complementing qualitative profiling and multivariate exploration, targeted quantification of selected phenolic compounds was performed to evaluate concentration differences across agronomic conditions.

A total of 96 phenolic metabolites were putatively annotated, with phenolic acids and flavonoids as the predominant classes. Interannual variability (Year) emerged as the main driver of metabolic variation, followed by crop rotation and fertilization, with significant interaction effects. Quantitative analysis further supported these findings, revealing factor-dependent differences in key phenolic compounds.

Overall, these results provide a robust long-term perspective on the modulation of the wheat phenolic metabolome and highlight the value of integrating advanced analytical and statistical approaches to disentangle agronomic and environmental influences, with direct implications for sustainable agriculture and crop quality optimization.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-111

Geographic Variability of *Hass* Avocado Lipid Composition revealed by 4D Lipidomics

Ioannis C. Martakos^a, Irene Serrano-García^b, Marilena E. Dasenaki^a, María Gemma Beiro-Valenzuela^b, Carmen M. Sánchez-Arévalo^b, Elena Entrena-Jiménez^b, Elena Hurtado-Fernández^c, Lucía Olmo-García^b, Alegría Carrasco-Pancorbo^b, Nikolaos S. Thomaidis^a

^aNational and Kapodistrian University of Athens, (Greece)

^bUniversity of Granada, (Spain)

^cLoyola Universidad Loyola Andalucía, (Spain)

Hass avocados are widely valued for their nutritional properties and global market relevance, yet the influence of geographic origin on their lipid composition remains poorly understood. This study applied a 4D lipidomics workflow to comprehensively characterize the lipid profiles of 66 *Hass* avocado samples collected from eight locations across Spain and Portugal. Lipid extracts from freeze-dried mesocarp were analyzed using ultra-high-performance liquid chromatography coupled to trapped ion mobility high-resolution mass spectrometry (UHPLC–timsTOF MS).

A total of 196 lipid species across four classes and 14 subclasses, including glycerolipids (GLs), phosphatidylcholines (PCs), sulfoquinovosyldiacylglycerols (SQDGs), and monogalactosyldiacylglycerols (MGDGs) were identified. Triacylglycerols (TAGs) were the most abundant in terms of signal intensity, whereas diacylglycerols (DAGs) were the most structurally diverse subclass (n=78), highlighting the compositional complexity of *Hass* avocado lipidome. Multivariate chemometric analyses, including PCA and OPLS-DA, revealed clear lipidomic signatures associated with cultivation regions. Glycerolipids and MGDGs emerged as key discriminant markers, reflecting regional metabolic and structural variations driven by environmental and agronomic factors. Macro-regional models distinguished northern versus southern Iberian samples, highlighting broad environmental effects, whereas subregional and climate-based models captured finer-scale variations associated with localized pedoclimatic conditions and agricultural practices. Additionally, the climate-based model underscored the role of oceanic and atmospheric factors in shaping lipid metabolism. These complementary models enabled a detailed assessment of environmental impacts on lipid profiles, emphasizing the value of integrated, multi-level analytical strategies.

These findings demonstrate the potential of advanced 4D lipidomics for food quality assessment, geographic origin authentication, and agro-industrial applications. The study highlights the interplay of environmental, agronomic, and metabolic factors in shaping avocado lipid profiles and further supports lipidomics as a powerful tool for food authenticity and the development of traceable, high-quality supply chains.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-112

Estrategias de cuantificación multiparamétrica simultánea en células individuales sin necesidad de calibrado mediante citometría de masas.

Mario Corte Rodríguez^{a,b}, Ángela de la Rosa-Díaz^{a,b}, Carlos López-Portugués^{a,b}, María Montes-Bayón^{a,b}.

Departamento de Química Física y Analítica, Universidad de Oviedo (España).

Instituto de Investigación Sanitaria del Principado de Asturias (ISPA) (España).

La citometría de masas es una herramienta con gran potencial para el análisis multiparamétrico de células individuales al combinar anticuerpos marcados con metales y detección mediante ICP-TOF-MS. Esta tecnología permite monitorizar simultáneamente decenas de biomarcadores celulares sin las limitaciones de solapamiento espectral propias de la citometría de fluorescencia. Sin embargo, la mayoría de los estudios continúan siendo cualitativos, ya que la cuantificación requiere calibraciones externas y correcciones instrumentales que dificultan su implementación rutinaria en el entorno biomédico.

En este trabajo se presenta una estrategia general para la cuantificación de biomarcadores en células individuales mediante citometría de masas, puede aplicarse tanto al citómetro de masas comercial (CyTOF[®]) como en otros sistemas ICP-TOF-MS. La metodología reutiliza las microesferas poliméricas multielementales que se añaden rutinariamente para normalización de la señal en CyTOF, transformándolas en patrones internos de calibración. Al introducirse junto con las células y analizarse bajo idénticas condiciones experimentales, estas microesferas proporcionan una referencia interna ajustada a la matriz y directamente integrada en cada adquisición.

La propuesta combina dos estrategias complementarias y progresivas. BaQS utiliza las microesferas como patrón interno para cuantificar directamente los isótopos presentes en ellas. BiRM emplea su firma elemental para modelizar la respuesta instrumental y estimar la sensibilidad de otros isótopos, ampliando así la cuantificación a nuevos elementos.

Ambas estrategias se validan en células tumorales humanas marcadas con anticuerpos frente a biomarcadores clínicamente relevantes, mostrando una excelente concordancia con métodos convencionales de calibración externa, permitiendo la estimación del número de biomarcadores por célula.

Esta metodología elimina la necesidad de curvas de calibrado y la determinación de la eficiencia de transporte, y permite el reprocesamiento de datos ya adquiridos para su cuantificación. En conjunto, se abre la puerta a una vía práctica hacia la cuantificación de rutina en citometría de masas y amplía las capacidades analíticas del análisis de células individuales en biomedicina.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Analysis of Trace Elements in Human Breast Milk Using LA-ICP-MS

Pilar Bermejo-Barrera^a, Iria Domínguez-Robles^a, Paloma Herbello-Hermelo, Raquel Domínguez-González^a, Antonio Moreda-Piñeiro^a.

^a Trace Elements, Spectroscopy, and Speciation Group (GETEE), Institute of Materials (iMATUS), Department of Analytical Chemistry, Nutrition and Bromatology. Faculty of Chemistry. Universidade de Santiago de Compostela, (Spain).

Laser ablation–inductively coupled plasma–mass spectrometry (LA-ICP-MS) is a well-established analytical technique, widely used in geological sciences for direct solid analysis with high spatial resolution and minimal sample preparation. In recent years, its application has begun to expand into the field of biological matrices, where its use remains comparatively underexplored. However, the analysis of liquid samples still poses a significant challenge, as they must first be transformed into a solid format compatible with laser ablation.

This study develops a strategy to enable the introduction of liquid human breast milk samples for LA-ICP-MS analysis. The proposed strategy is based on the controlled solidification of the sample using gelatine from porcine skin, enabling the production of a homogeneous matrix suitable for direct analysis.

Several stages of methodological optimisation were carried out, including the evaluation of the amount of gelatine added, the ablation energy (fluence), as well as key instrumental parameters such as scan speed and spot size. Furthermore, calibration curves were established using reference material, and the feasibility of ablating the entire droplet was evaluated as an analytical approach.

The method was evaluated in terms of limit of detection (LOD), accuracy, and precision to assess its analytical performance. The results provide an initial assessment of its applicability for breast milk analysis. Overall, the proposed methodology contributes to expanding the use of LA-ICP-MS for the analysis of liquid matrices, broadening the potential application of this technique in biomedical and environmental studies.

From Spectra to Safety: Miniaturized NIR and Raman Systems for Rapid Adulterants Screening in Milk Powder

Candela Melendreras^a, Jesús Montero^a, Lara González Fernández^a, Alfonso Fernández González^a, José M. Costa-Fernández^a, Francisco Ferrero^b, Ana Soldado^a

^aDepartment of Physical and Analytical Chemistry, University of Oviedo, Oviedo, Asturias (Spain).

^bDepartment of Electrical, Electronics, Communications and Systems Engineering, University of Oviedo, Gijón, Asturias (Spain).

Vibrational spectroscopy provides rapid, non-destructive analysis with minimal sample preparation, and recent advances in miniaturization have made compact FTIR, NIR, and Raman systems more accessible. These technologies are particularly useful for food authentication, especially in products such as powdered milk, which is highly vulnerable to adulteration with low-cost flours or nitrogen-rich compounds used to simulate higher protein content. While conventional analytical methods exist, they often require expensive instrumentation and specialized personnel, limiting their applicability in routine industrial workflows. In this context, miniaturized spectroscopic platforms represent a practical and economical alternative.

The objective of this work is to examine the feasibility and practical considerations associated with deploying these miniaturized instruments for rapid screening of milk authentication, contributing to the enhancement of food safety and fraud prevention. To carry out this study, a set of samples containing different adulterants, flours (rice, maize, and soy) or melamine, ammonium, and urea was prepared. These samples were analyzed using different sampling strategies in combination with low-cost NIR and Raman instruments. By integrating spectral data with known adulteration levels, multivariate chemometric models, qualitative (classification) and quantitative (regression), were developed as part of the method development process. These models were used to evaluate the performance of each platform, focusing on spectral variability, extraction of discriminant features, and the estimation of adulterant concentrations under controlled conditions. Emphasis is placed on understanding how instrument characteristics, spectral quality and model robustness influence their suitability for implementation at critical control points.

Acknowledgments: Ministry of Science and Innovation for the project Ref. PID2022-142323NB-I00 and PID2023-149221-B-I00RB-I00 funded by MCIN/AEI/10.13039/501100011033/ and by “ERDF A way of making Europe”. Government of the Principality of Asturias through the Asturias Science, Business Competitiveness and Innovation Agency, SEKUENS for the project Ref. IDE/2024/000752.

P2-115

Label-free Fluorescent aptasensing strategies for salivary cortisol detection

Isabel Ten-Doménech^{a,b}, Keila Castellanos Tébar^a, Marta Castro Puchades^a, Jorge González García^c, José Manuel Herrero-Martínez^a

^aDepartment of Analytical Chemistry, Faculty of Chemistry, University of Valencia, Av. Vicent Andrés Estellés 19, 46100 Burjassot (Spain)

^bNeonatal Research Group, Health Research Institute La Fe, Av. Fernando Abril Martorell 106, 46026 Valencia (Spain)

^cDepartment of Inorganic Chemistry, Institute of Molecular Science (ICMol), University of Valencia, Catedrático José Beltrán 2, 46980 Paterna (Spain)

Cortisol is a relevant biomarker for stress assessment and for monitoring physiological and pathological alterations associated with circadian rhythm disruption, chronic disease, and neurological disorders. Simple and sensitive tools for salivary cortisol quantification are especially attractive due to the non-invasive nature of saliva sampling and its suitability for routine monitoring. The aim of this work is to develop a fluorescent sensing platform for cortisol determination in saliva using an aptamer-based recognition system in combination with fluorescent dyes as signal reporters.

To this end, different dye/aptamer ratios were evaluated using thiazole orange (TO) and thioflavin T (ThT) in combination with the selected aptamer. Steady-state fluorescence measurements were performed in the presence of increasing cortisol concentrations to investigate the fluorescence fold change, and time-dependent experiments were carried out to assess signal stability. The possible contribution of the solvent was also evaluated. In all cases, fluorescence intensity decreased as cortisol concentration increased, consistent with a cortisol-induced conformational change of aptamer that modifies the local environment of the fluorophore. The signal remained essentially stable over the times, and solvent effects were found to be negligible. In a broad cortisol concentration range (1-1000 nM), the fluorescence response (*I*) was consistent with a hyperbolic saturable binding model, yielding apparent *K_a* values between 96.2 and 595.6 nM depending on the dye/aptamer ratio. In the lower range (1-100 nM), excellent linearity (*R*² > 0.9) was observed for 1/*I* versus cortisol concentration. Good inter-day reproducibility was obtained, with RSD values of 1.5% for ThT and 7.5% for TO, respectively. These results support the selected aptamer as a promising recognition element for fluorescent cortisol aptasensor in saliva analysis. Among the evaluated systems, the ThT-based platform emerged as the most promising configuration for low-nanomolar quantification, while TO remained a robust alternative. Future work will focus on the application and validation of the platform in saliva samples.

Acknowledgments: This study was funded by the Spanish State Research Agency of the Ministry of Science and Innovation (MCIN/AEI/10.13039/501100011033; MICIU/AEI/10.13039/501100011033) and by “ERDF A way of making Europe” through projects PID2021-125459OB-I00 and CNS2024-154644.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-116

Untargeted LC-QTOF-MS/MS metabolomics to assess the effects of germination temperature and boiling on *Chenopodium quinoa* Willd. cv. Negra Collana grains

Beatríz Damiano-Vásquez^{a,b}, Rocío Galindo-Luján^b, Roger Pero-Gascon^b, Laura Pont^{b,c}, Ritva Repo-Carrasco^d, Fernando Benavente^b

^aPrograma de Doctorado en Ingeniería Agroindustrial, Universidad Nacional del Santa, 02721, Nuevo Chimbote (Perú)

^bDepartment of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, Institute for Research on Nutrition and Food Safety (INSA-UB), University of Barcelona, 08028, Barcelona (Spain)

^cSerra Húnter Program, Generalitat de Catalunya, 08007, Barcelona (Spain)

^dCentro de Investigación e Innovación en Productos Derivados de Cultivos Andinos (CIINCA), Universidad Nacional Agraria La Molina-UNALM, 15024, Lima (Perú)

Processing strategies strongly influence the chemical composition and nutritional properties of plant-based foods. Quinoa (*Chenopodium quinoa* Willd.), an Andean grain, exhibits a complex profile of primary and secondary metabolites. However, the impact of processing on its metabolome remains poorly characterized¹, particularly in less-studied cultivars such as Negra Collana. This study evaluated the effects of germination temperature and boiling on the metabolome of quinoa cv. Negra Collana grains using an untargeted LC-QTOF-MS/MS metabolomics workflow. Grain germination was conducted at 12-34 °C for 48–96 h at 95% relative humidity. Raw, germinated, and boiled quinoa grains were analysed in both positive and negative electrospray ionisation modes to enable comprehensive metabolite profiling. Major metabolite classes included flavonoids, phenolic acids, triterpene saponins, lipids, amino acids, and vitamins. Multivariate analyses revealed distinct clustering patterns separating raw, germinated, and boiled samples, demonstrating that germination temperature and boiling can significantly impact the quinoa metabolome. Germination induced metabolic shifts consistent with enhanced biochemical activity, whereas boiling was associated with the degradation or reduction of thermolabile compounds. Overall, untargeted metabolomics proved to be a valuable approach for assessing processing-induced metabolic changes in quinoa, providing a foundation for optimizing processing conditions to enhance nutritional quality and support the development of functional foods.

Acknowledgments: This study was supported by CONCYTEC & PROCENCIA grants “E033-2023-01-BM Fase 2”, Contract N° PE501084298-2023, and “E077-2023-01-BM”, N° PE501088824-2024. This study was also supported by grant María de Maetzu Unit of Excellence (Grant CEX2021-001234-M), funded by MICIU/AEI /10.13039/501100011033.

References

1. Younis et al. (2025). Food Chem., 465, 141918.

P2-117

Assessing the presence of glycols and bisphenols in surface waters by continuous solid-phase extraction and gas chromatography–mass spectrometry

Evaristo Ballesteros^a, Laura Ávalos-Monroy^a, Beatriz Puebla-Domínguez^a, Laura Palacios Colón^a, Andrés J. Rascón^{a,b}

^aDepartment of Physical and Analytical Chemistry, E.P.S of Linares, University of Jaén (Spain)

^bAnalytical Chemistry Research Group, Department of Physical and Analytical Chemistry, University of Jaén, Campus Las Lagunillas s/n, 23071 Jaén (Spain)

The release of synthetic substances into the environment, once assumed to pose minimal risk, has resulted in considerable ecological and public health concerns, leading to increased regulatory scrutiny. Bisphenols (BPs)—notably BPA, BPS, and BPF—are extensively utilized in the production of polycarbonate plastics and epoxy resins and have been identified as persistent contaminants, especially in aquatic environments. Similarly, ethylene glycol and other glycols such as propylene glycol, widely used in antifreeze products, are recognized as potential sources of groundwater contamination and are associated with severe toxicological outcomes, including cardiopulmonary and renal dysfunction [1].

The monitoring of this class of compounds in surface waters is essential for evaluating both their environmental occurrence and temporal degradation patterns. In this context, glycols and bisphenols can be reliably identified and quantified using advanced analytical methodologies, as gas chromatography and high-performance liquid chromatography coupled with mass spectrometry. The analytical sensitivity of these techniques is significantly improved through the application of solid-phase extraction (SPE), which facilitates the elimination of matrix interferences and enhances the pre-concentration efficiency [2].

The developed method has been applied for the determination of five bisphenol compounds and six glycols in various water matrices, employing SPE in combination with gas chromatography–mass spectrometry. Method optimization was carried out by systematically evaluating the influence of pH and ionic strength. Validation of the procedure demonstrated robust analytical performance, yielding satisfactory recoveries and precision, with relative standard deviations below 10%. The method proved effective for the quantification of target analytes in superficial water samples.

References:

1. Zhang et al. (2029). *Sci. Total Environ.*, 655, 607-613.
2. Tran et al. (2014). *J. AOAC Int.*, 97, 232-237.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-118

Overcoming Ether-Lipid Annotation Challenges: Characterization and Chromatographic Discrimination of Plasmeryl- and Plasmanyl-PC/PE Species in NIST SRM 1950

Hana Cermakova^a, M. Isabel Alcoriza^b, Celia Regal^b, Zdenka Neuerova^c, Vanesa Alonso^a, Ana Gradillas^a, Antonia García^a

^aCentro de Metabolómica y Bioanálisis (CEMBIO), Facultad de Farmacia, Universidad San Pablo-CEU, CEU Universities, Urbanización Montepríncipe, Boadilla del Monte, 28668 Madrid, Spain

^bBiomarkers and Precision Medicine Unit, Medical Research Institute La Fe, Valencia, Spain

^cDepartment of Chemistry, Faculty of Science, University of Hradec Králové, Rokitsanského 62, 50003 Hradec Králové, Czech Republic

Lipidomic characterization of human plasma has advanced markedly through the development of matrix-curated LC-MS databases, enabling higher-throughput and more reliable lipid identification. Previously, we established a highly reliable lipid annotation workflow for comprehensive profiling of NIST Human Plasma Standard Reference Material (SRM 1950) (1). Despite these advances, accurate discrimination between plasmeryl (plasmalogens; 1-*O*-alk-1'-enyl lipids) and plasmanyl (1-*O*-alkyl lipids) ether glycerophospholipids (ether-GP) remains a major analytical challenge, limiting the understanding of their pathophysiological roles. This is because they are indistinguishable in both accurate mass and MS/MS spectra. Notably, vinyl-ether bonds can induce a characteristic retention time (RT) shift distinct from other double bonds at the *sn*-1 position, enabling chromatographic differentiation of isomeric ether-GP species. However, while derivatization strategies and alkali metal adduct formation have been explored, more advanced approaches are still required.

This work aims to improve the differentiation of plasmeryl and plasmanyl ether-GP by exploiting chromatographic behavior and complementary computational predictive tools. Fifteen commercially available plasmeryl PE(P), LPE(P), PC(P), and LPC(P) standards were analyzed as pure standards and in spiked plasma using an Agilent RP-UHPLC-ESI-QTOF-MS platform (1). The RT behavior was systematically evaluated by the RT mapping tool LipidRT, a new R package for RT-based lipid annotation that models and predicts chromatographic behavior to curate and propagate MS/MS-based high-confidence identifications across lipid datasets, soon available publicly. This approach enabled the extension of annotations across the ether-GP dataset in SRM 1950.

Preliminary data demonstrate the feasibility of this workflow to distinguish plasmeryl and plasmanyl lipids in SRM 1950, covering LPC(O/P), LPE(O/P), PC(O/P), and PE(O/P) subclasses. The observed RT shift associated with vinyl-ether bonds enabled consistent chromatographic differentiation, which, combined with predictive modeling, provides a robust and scalable strategy for ether-GP classification in complex samples. This approach enhances lipidome annotation reliability and supports future research into diseases associated with ether-lipid metabolism.

Acknowledgements

Ministry of Science, Innovation and Universities of Spain PID2024-162248NB-I00 MICIU/AEI /10.13039/501100011033/ and by ERDF 'A way of making Europe'.

References: (1) Martínez et al. (2024). *Journal Lipid Research*, 65(11), 100671.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Towards elemental biomarkers: EV analysis via ICP-MS

Laura Angulo^a, Cristina Fornaguera^a, Ariadna Verdaguer^a

^aInstitut Químic de Sarrià (IQS), Universitat Ramon Llull (Spain)

Introduction: Extracellular vesicles (EVs) have gained increasing attention as carriers of biologically relevant molecular and elemental information, positioning them as promising candidates for biomarker discovery.^[1-2] However, the reliable determination of elemental signatures in EVs remains analytically challenging due to their nanoscale dimensions, compositional heterogeneity and low analyte abundance. Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS), including single-particle approaches, offers high sensitivity and versatility for elemental analysis, yet its application to EV research is still under methodological development.

Objectives: In this study, we explore the applicability of ICP-MS-based strategies for the elemental characterisation of human EVs from liquid biopsies, with a primary focus on urinary EVs (uEVs). Analytical performance aspects were evaluated, and ICP-MS measurements were employed to assess complementary information on the elemental profile of isolated EVs.

Methods: EVs were isolated from human liquid biopsy samples using standard separation procedures and subjected to typical characterisation.^[3] Resulting EV samples were prepared for elemental analysis following optimised digestion protocols compatible with ICP-MS measurements. Elemental characterisation was performed using NexION 5000 Multi-Quadrupole ICP-MS (PerkinElmer). Method performance and applicability were assessed in terms of detection and quantification limits, linearity, accuracy, precision and range.

Conclusions: The results demonstrate the potential of ICP-MS to generate meaningful elemental profiles of EVs and highlight key methodological considerations influencing data quality and interpretation. Overall, this work contributes to ongoing efforts towards the identification of EV-associated biomarkers and supports the use of ICP-MS-based methodologies in future EV research.

References

1. Tran et al. (2025). *Extracellular Vesicles for Clinical Diagnostics: From Bulk Measurements to Single-Vesicle Analysis*, 19, 31, 28021-28109.
2. Li et al. (2026). *80 years of extracellular vesicles: from discovery to clinical translation*, 7, 1, 165-233.
3. Welsh et al. (2024). *Minimal information for studies of extracellular vesicles (MISEV2023): from basic to advanced approaches*, 13, e12404.

Acknowledgments: The authors acknowledge grants from AGAUR-Generalitat de Catalunya (2021 SGR 00537). CF also acknowledges support from the Departament de Recerca i Universitats de la Generalitat de Catalunya, in the frame of ICREA Acadèmia 2024, the support given by PID2021-125910OB-I00 and PID2024-159704OB-I00, funded by MCIN/AEI/10.13039/50110001103, ERDF "A way of making Europe", and the Instituto de Salud Carlos III (ISCIII); by PCI2025-163237, funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and co-funded by the EU. AV acknowledges support by 2024-URL-Proj-032, funded by Universitat Ramon Llull. LAG acknowledges that part of this research has been financed by the grant FPU24/02291, awarded by the Ministry of Science, Innovation and Universities.

P2-120

High stable magnetic deep eutectic solvents for enhanced bioanalytical applications

Alejandro Rodríguez-González^{a,b}, María J. Trujillo-Rodríguez^{a,b}, Juan H. Ayala^a, Ana I. Jiménez-Abizanda^a, Verónica Pino^{a,b,c}, Jared L. Anderson^d, Jorge Pasán^a

^aLaboratorio de Materiales para Análisis Químico (MAT4LL), Departamento de Química, Facultad de Ciencias, Universidad de La Laguna (ULL), (Spain)

^bUnidad de Investigación de Bioanalítica y Medio Ambiente, Instituto Universitario de Enfermedades Tropicales y Salud Pública de Canarias (IUETSPC), ULL, (Spain)

^cCentro de Investigación Biomédica en Red de Enfermedades Infecciosas (Ciberinfec), Instituto de Salud Carlos III, (Spain)

^dDepartment of Chemistry, Iowa State University (ISU), (USA)

Deep eutectic solvents (DES) have emerged as a greener alternative to conventional organic solvents, offering tunable physicochemical properties, low volatility, easy preparation, and low cost, among others. They are prepared combining a hydrogen bond acceptor (HBA) and a hydrogen bond donor (HBD), forming a H-bonding network with a depletion in the melting point of the final mixture. Magnetic DES (mDES) are DES-related solvents usually synthesized by incorporating paramagnetic salts as HBAs or as a third component into the DES matrix. mDES are certainly easy to incorporate in (bio)analytical sample preparation workflows. Their inherent magnetic susceptibility allows for rapid phase separation using external magnetic fields, avoiding additional filtration/centrifugation steps. Despite their operational advantages, the long-term viability of mDES is hindered by the low stability of the metal salt within the mDES matrix. In contact with aqueous media, these metal ions can leach to the aqueous matrix. This low stability not only compromises the magnetic response of the solvent, but it can also interfere with the (bio)analytical application.

This work presents a new generation of mDES, specifically designed to address stability concerns of the metal salts. The developed mDES have been used as extraction solvents in dispersive liquid-liquid microextraction (DLLME) together with HPLC-UV-FD, for determining a group of organic contaminants in waters, and also for different biomarkers in biofluids.

Acknowledgments

Project PID2022-127822NA-I00, funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and ERDF, EU. A.R.-G. thanks MICIU for his FPU contract (FPU23/03826). M.J.T.-R. thanks her contract RYC2021-032502-I, funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and «NextGenerationEU»/PRTR. Authors thanks ULL Research Support General Service (SEGAI).

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-121

Versatile integrated silk fibroin-based sustainable affinity electrochemical platforms for detection of cancer-related biotargets in real samples

María Pedrero^a, Sara Santiago^a, Andrea Cabrero-Martín^a, Verónica Serafín^a, Ana Montero-Calle^b, José M. Pingarrón^a, Rodrigo Barderas^{b,c}, Susana Campuzano^{a,c}

^aDpto. Química Analítica, Fac. CC. Químicas, Universidad Complutense de Madrid (Spain).

^bChronic Disease Programme, UFIEC, Institute of Health Carlos III, Majadahonda (Spain).

^cCIBER of Frailty and Healthy Aging (CIBERFES), Instituto de Salud Carlos III, Madrid (Spain)

Silk fibroin (SF), a bioprotein extracted from *Bombyx mori* cocoons, has emerged as a promising immobilization matrix for biosensing, although its potential in electrochemical affinity platforms remains underexplored [1]. This communication presents two electrochemical affinity biosensors of distinct types, developed for the detection of biotargets representing different molecular levels, as candidates for next-generation point-of-care diagnostics: a sandwich-type immunosensor for T-cell immunoglobulin and mucin-domain containing protein 1 (TIM-1) and a genosensor for miRNA let-7a. Both biosensors were constructed by modifying screen-printed carbon electrodes (SPCEs) with SF, which served to entrap on the transducer surface the capture antibody or DNA probe, respectively. The immunosensor employed Prussian blue (PB) as a redox mediator to enhance sensitivity, while SF provided a suitable microenvironment for antibody immobilization. A biotinylated detection antibody and streptavidin–horseradish peroxidase (Strep-HRP) were used for TIM-1 determination [2]. In contrast, a nanostructured sensing interface based on SF and gold nanoparticles (AuNPs), which enhanced conductivity and enabled controlled immobilization of the biotinylated DNA capture probe via Au–biotin interactions, was assembled on SPCEs for the electrochemical detection of miRNA let-7a. The formation of β -sheets structures in the SF produced a mechanically stable, water-insoluble protein network that preserved nanoparticles dispersion and biomolecular functionality. Hybridization with the target miRNA was detected using an anti-DNA/RNA heterohybrid antibody coupled to an HRP-labeled secondary antibody. Both bioplatfroms showed excellent analytical performance, stability, low cost, and successful applicability in real colorectal cancer scenarios, highlighting their potential for translation into practical diagnostic applications.

Acknowledgments

This work was founded by MCIN/AEI (PID2022-136351OB-I00, PID2022-140307OB-I00), ERDF, AES-ISCIII (PI20CIII/00019, PI23CIII/00027), and MCIN (PREP2022-000170, JDC2022-048757-I).

References

1. Yao et al. (2022) *Mater. Today Bio.*, 16, 100381.
2. Santiago et al. (2026) *Microchim. Acta*, 193, 322.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-122

Liquid Chromatography tandem mass spectrometry determination and prioritization of pharmaceutical pollutants in sewage treatment plants

A. Barros, G. Castro, M. Ramil, I. Rodríguez

Department of Analytical Chemistry, Nutrition and Food Sciences, ARCUS – Aquatic One Health Research Centre, Universidade de Santiago de Compostela, R/Constantino Candeira, 5, 15782 Santiago de Compostela, Spain

e-mail: andres.barros@usc.es

Municipal sewage treatment plants (STPs) are recognized as major sources of microcontaminant emissions into the environment. Among these, pharmaceutical and their excreted metabolites are of particular concern due to their ubiquitous presence and inherent biological activity. The incomplete removal of these substances during conventional wastewater treatment processes, combined with predicted no-effect concentrations in the low ng L^{-1} range for certain compounds, poses significant ecological risks to a wide range of aquatic organisms, from algae to fish.

In response, regulatory agencies have initially focused their efforts on assessing the environmental occurrence of selected microcontaminants through the establishment of Watch Lists for water monitoring across the European Union. More recently, the revised EU Urban Wastewater Treatment Directive has introduced a list of 13 priority microcontaminants—10 of which are pharmaceuticals—to evaluate the performance of STPs in micropollutant removal by comparing influent and effluent concentrations. However, from a scientific perspective, such assessments should also consider the fraction of contaminants associated with dewatered biosolids generated during the treatment at STPs. Ecotoxicological and regulatory pressures have consequently placed significant demands on analytical chemists to develop time- and cost-effective methodologies capable of accurately assessing the efficiency of both existing and newly implemented treatment technologies.

This communication presents the performance of a simple methodology based on direct injection coupled to UHPLC–QqQ–MS for the multiclass determination of pharmaceuticals in wastewater. Furthermore, it proposes a prioritized list of compounds for further investigation in both liquid and solid matrices from STPs, based on their distribution between treated wastewater and sludge. The compounds considered encompass a range of pharmacological classes, including antibiotics, psychiatric pharmaceuticals, cardiovascular drugs, and analgesics.

Acknowledgements

Financial Support from Spanish Ministry of Science and Technology (SAFESLUDGE project, ref. PID2023-147051OB-I00) and Xunta de Galicia (Excellence Research Groups call, ref. ED431C 2025/21) are acknowledged. We also thank Agilent for access to the LC-QqQ-MS platform employed for research development.

Monitoring bioactive compounds in aloe vera using miniaturized dispersive solid-phase extraction with metal-organic frameworks

Juan H. Ayala^a, Sara Lara-Torres^{a,b}, María J. Trujillo-Rodríguez^{a,b}, Jorge Pasán^a, Verónica Pino^{a,b,c}

^aLaboratorio de Materiales para Análisis Químico (MAT4LL), Departamento de Química, Facultad de Ciencias, Universidad de La Laguna (ULL), (Spain)

^bUnidad de Investigación de Bioanalítica y Medio Ambiente, Instituto Universitario de Enfermedades Tropicales y Salud Pública de Canarias (IUETSPC), ULL, (Spain)

^cCentro de Investigación Biomédica en Red de Enfermedades Infecciosas (Ciberinfec), Instituto de Salud Carlos III, (Spain)

Aloe vera (*Aloe barbadensis-Miller*) is considered a valuable plant known for its health and wellness benefits. The aloe vera gel is rich in polysaccharides and chromones, which act as immunomodulators and prevent hyperpigmentation, making them popular ingredients in topical creams and beverages, among others. However, other bioactive compounds such as anthraquinones, that are present in the outer leaf latex, are undesirable in the gel due to their laxative and genotoxic effects.

This study presents an analytical method based on miniaturized dispersive solid-phase extraction (μ -dSPE) in combination with HPLC-DAD for monitoring bioactive compounds in aloe vera gel and beverages. Metal-organic frameworks (MOFs) were evaluated as extraction sorbents due to their interesting features, including high surface area and tailorability. The developed method directly analyzed aloe vera gel (or beverage) without any dilution, requiring only 50 mg of UiO-66(Zr), and 500 μ L of 90% (v/v) acetonitrile for desorption. Under optimum conditions, the method achieved limits of detection as low as 3.3 μ g $\cdot$ L⁻¹ and relative standard deviations lower than 9.4%. The method was applied for the analysis of different aloe vera samples, with concentrations of isoaloesin D, luteolin, aloe-emodin, apigenin and chrysophanol ranging from 0.02 to 3.60 mg $\cdot$ L⁻¹. Anthraquinones (aloin A and B) levels ranged from 3.02 to 4.73 mg $\cdot$ L⁻¹ in gels, while concentrations in the analyzed beverages remained below 50 μ g $\cdot$ L⁻¹. Therefore, the proposed method represents a rapid, efficient, and sustainable analytical tool for quality control and safety assessment of Aloe vera products.

Acknowledgments:

Project PID2023-147246OB-I00 funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033/ERDF, EU. M.J.T.-R. thanks her contract RYC2021-032502-I, funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and «NextGenerationEU»/PRTR. S.L.-T. thanks her FPI contract, funded by MICIU, Culture of Government of the Canary Islands and ESF+, integrated operation program Canary Islands 21-27, Axis 3 topic priority 74 (85%). Authors thanks Atlantia Aloe for the supply of the Aloe vera gels analyzed in the study.

P2-124

Impacto de la disrupción química en la extracción del metaboloma de las levaduras: comparación con métodos sólido-líquido convencionales

Raquel Rial-Otero^{a,b}, Icíá Gómez-Pérez^a, Laura Gallego-García^a, Noelia Briz-Cid^{a,b}, Elena Martínez-Carballo^{a,b}

^a Instituto de Agroecoloxía e Alimentación (IAA), Universidade de Vigo – Campus Auga, Food and Health Omics, 32004, (Ourense, España).

^b Galicia Sur Health Research Institute (IIS Galicia Sur), SERGAS-UVIGO, (España).

El estudio del metaboloma de las levaduras vínicas es esencial para entender su respuesta adaptativa frente a diferentes condiciones de crecimiento y/o estrés. No obstante, apenas existe bibliografía centrada en el desarrollo de metodología analítica para la extracción de los metabolitos intracelulares de estos organismos.

En nuestro laboratorio, hemos desarrollado previamente un método basado en la incubación de las levaduras con una triple mezcla de disolventes (metanol/agua/cloroformo, 3/1/1, v/v/v) y posterior análisis multiplataforma de los metabolitos extraídos [1]. Por una parte, los analitos se analizan mediante cromatografía de líquidos acoplada a la espectrometría de masas en modo positivo y negativo y, por otra parte, también se analizan mediante cromatografía de gases acoplada a la espectrometría de masas tras una etapa previa de derivatización. Aunque este método ha demostrado ser eficaz en la extracción tanto de compuestos polares como no polares, es una técnica no demasiado ágil y que, además, puede no ser lo suficientemente efectiva en aquellas levaduras que presentan una pared celular más resistente. Con el fin de solventar ambas limitaciones, se propone una modificación del protocolo de extracción para incluir una etapa de disrupción celular mecánica.

Para ello, a través de un diseño experimental se ha optimizado el número de pulsos mecánicos y el tiempo de incubación con la triple mezcla. Esto nos ha permitido no solo acelerar el tiempo de extracción sino también incrementar la cobertura metabólica (número de compuestos extraídos e identificados), lo cual supone una ventaja metodológica con respecto al protocolo anterior.

Agradecimientos

Icíá Gómez Pérez agradece a la Xunta de Galicia por su beca predoctoral (ED481A 2025/ 012).

Referencias

1. Gallego García L. (2021). *Modulación do metaboloma de Saccharomyces cerevisiae EC1118™ como resposta á presenza de tetraconazol e docusato sódico*. Trabajo Fin de Grado. Universidade de Vigo.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-125

Black Pepper Authenticity Analysis Workflow with LC-QTOF and Novel Software Solution

Jaume C. Morales^a, Nicholas Birse^b

^aAgilent Technologies, (Spain)

^bInstitute for Global Food Security, School of Biological Sciences, Queen's University Belfast, Northern Ireland, (UK)

Complex supply chains characterize the global market of herbs and spices. Black pepper is one of the most popular spices; it is used globally as a flavoring or seasoning in a wide variety of different cuisines and accordingly is produced in several countries globally.

Pepper, as with most other herbs and spices, is typically grown on smaller farms, reaching the consumer after passing through a series of complex and opaque intermediaries, the ideal scenario for various frauds to be perpetrated. Geographic origin fraud is increasingly problematic in a market where tariffs and tax evasion pose significant financial risks to both businesses and governments.

Untargeted analysis using HRMS followed by statistical analysis has been demonstrated as powerful methodology to address these challenges.¹ However, such analytical workflow can be complex with multiple acquisition modes, requiring expert statistical and analytical knowledge and therefore time consuming. Herein is a novel software MassHunter Explorer 2.0 that integrates complex analyses into a simplified workflow, making it easier to interpret various data file types and providing users with clear and confident insights.

Referencias

1. Mialon, N et al, (2022) Untargeted metabolomic approaches in food authenticity: A review that showcases biomarkers. Food Chemistry 2022, 398, 133856.

P2-126

Desarrollo, optimización y validación de una metodología QuEChERS para la determinación de pesticidas por UHPLC-QTOF-HRMS en suelos dedicados al cultivo de maíz.

Sergio Sónora^{a,b}, María Llompart^b, Thierry Dagnac^a

^aCentro de Investigaciones Agrarias de Mabegondo (CIAM-AGACAL). Unidad de Contaminantes Orgánicos, Abegondo (España)

^bCRETUS, Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología. Universidad de Santiago de Compostela (España)

El incremento de la demanda alimentaria mundial justifica el empleo de pesticidas como herramienta clave en el control de plagas y la mejora del rendimiento agrícola. Sin embargo, una vez incorporados al suelo, estos compuestos experimentan complejos procesos de transformación bióticos, abióticos y fisicoquímicos, por lo que resulta fundamental estudiar su dinámica e identificar los residuos y productos de transformación con potencial de transferencia a alimentos y al medioambiente. La metodología que se optimizó en este trabajo se aplicó para estudiar el comportamiento de pesticidas en suelos de cultivo de maíz forrajero con alta materia orgánica, en ausencia o presencia de biochar (enmienda orgánica). Se incluyeron compuestos de distintas familias: sulfonilureas (nicosulfuron y rimsulfuron), el biopesticida spinosad, una tricetona: mesotriona, una imidazolinona: imazamox y pesticidas clásicos perteneciendo a las triazinas, cloroacetanilidas, piretroides y organoclorados.

El objetivo de este trabajo era la optimización y validación de un método QuEChERS (*Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe*) para realizar el análisis de pesticidas en suelos. Para llevar a cabo la optimización, se compararon diferentes ratios de disolvente de extracción, de acetonitrilo:agua, así como diferentes conjuntos salinos para la etapa de (d)SPE (*dispersive – solid phase extraction*). Las mejores recuperaciones de extracción se lograron utilizando una solución de 25:75 (acetonitrilo:H₂O), con 4 g de MgSO₄ y 1 g de NaCl. La mezcla (150 mg de MgSO₄ y 50 mg de C18) fue la que resultó óptima para realizar la etapa de (d)SPE. Se empleó la cromatografía líquida de alta resolución acoplada a espectrometría de masas de alta resolución (UHPLC-QTOF-HRMS) para fines cualitativos y cuantitativos, lo que permitió no solo el análisis de los herbicidas padres sino también una búsqueda retrospectiva y no dirigida (flujo de trabajo SWATH) del conjunto de iones presentes en las muestras de suelo. Una vez optimizados los diferentes parámetros de extracción, se procedió a la validación de la metodología en términos de LODs/LOQs, linealidad, recuperaciones, reproducibilidad y efecto matriz.

Agradecimientos: Esta investigación está financiada por el proyecto PID2022-139874OR-C22, MICIU/AEI/10.13039/501100011033, FEDER-UE. Este estudio se basa en el trabajo y Red de Estudio de Preparación de Muestra respaldado por la División de Química Analítica de la Sociedad Europea de Química. S.S.O. agradece al Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades su contrato predoctoral (PREP2022 000520).

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Optimization of FIA-(ESI)QqQ MS for differential quantitation of S-allyl-L-cysteine and S-1-propenyl-L-cysteine in black garlic supplements

Ignacio Jiménez-Amezcu^{a,c}, Rosa Lebrón-Aguilar^b, Jesús E. Quintanilla-López^b, Ana C. Soria^c

^a Pharmactive Biotech Products S.L.U., Faraday, 7 28049 Madrid (Spain)

^b Institute of Physical Chemistry Blas Cabrera (IQF-CSIC), Serrano, 119 Madrid (Spain)

^c Institute of General Organic Chemistry (IQOG-CSIC), Juan de la Cierva, 3 Madrid (Spain)

Black garlic supplements (BGS) are widely consumed for their numerous health benefits, mainly attributed to the bioactive compounds S-allyl-L-cysteine (SAC) and S-1-propenyl-L-cysteine (S1PC). Standardization of the bioactive content, required for quality control and valorization of BGS, demands the development of high-throughput and reliable methodologies. Although direct injection mass spectrometry was found advantageous for the rapid screening of SAC [1], overestimation caused by the presence of its isobaric isomer S1PC should be considered when these approaches are employed.

In this study, evaluation of flow injection analysis electrospray tandem mass spectrometry (FIA-(ESI)MSⁿ) for the differential quantitation of SAC and S1PC in black garlic supplements was carried out. First, a preliminary evaluation of different analyzers including quadrupole time of flight (QToF), ion trap (IT) and triple quadrupole (QqQ) showed QqQ, operating in multiple reaction monitoring (MRM) mode, as the most promising to this aim. After optimization of the carrier (70% acetonitrile and 0.1% formic acid) and the collision energy (12 eV), a careful selection of MRM transitions with the highest selectivity, sensitivity and reproducibility was done for SAC (162 → 41 and 74), S1PC (162 → 55 and 58) and the internal standard (IS, S-methyl-L-cysteine: 136 → 73, 90 and 119). Among the different calibration strategies assayed, matrix-matched calibration with IS correction provided the optimal precision (< 10% RSD) and sensitivity. Moreover, when univariate, bivariate and multivariate calibration approaches were compared, multivariate calibration provided a close agreement with LC-MS data (reference method) for both supplements with noticeable and low matrix effect. Finally, when this optimized approach was applied to evaluate the compliance of experimental results and labelling, relevant discrepancies in SAC content were observed for a high number of supplements. It is also worth noting that commercial samples with S1PC contents comparable or even higher than those of SAC were not specified in the labelling, evidencing the limitations of currently applied methodologies for the differential quantitation of BG bioactives.

Acknowledgements: This work is part of the I+D+I projects PID2023-149799OB-C21, PID2023-149799OB-C22, and CPP2023-010451 funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033 and by ERDF/EU.

References

1. Jiménez-Amezcu et al. (2024). *Foods*, 13(17), 2645.

Mix & Go: Fast Bioluminescent Immunoassay for Food Safety

Andrea Sánchez-Elvira^a, Marta García-Cortés^a, Fernando Navarro-Villoslada^a, Melisa del Barrio^a, Elena Benito-Peña^a

^a Department of Analytical Chemistry, Faculty of Chemistry, Complutense University of Madrid, 28040 Madrid (Spain).

The widespread occurrence of foodborne hazards, especially mycotoxins, emphasizes the necessity for highly sensitive detection approaches capable of ensuring reliable monitoring throughout the global food supply chain. In this context, cyclopiazonic acid (CPA) and mycophenolic acid (MPA) stand out as important contaminants due to their prevalence and potential risks to food safety, driving the need for rapid, sensitive, and easy-to-implement analytical methods. Our work takes advantage of bioluminescent proteins as versatile bioanalytical tools to develop innovative biosensing systems, addressing key limitations such as the requirement for external excitation and interference from background fluorescence.¹

Among these bioluminescent proteins, NanoLuc luciferase is particularly notable for its high stability and ease of genetic manipulation, which enables its recombinant production and fusion with molecular recognition elements like mimotopes identified through phage display.² Based on this strategy, we report a multiplex immunoassay based on a recombinant fusion protein that incorporates both mimotopes and NanoLuc in tandem for the simultaneous quantification of CPA and MPA. The competition of each mimotope with its analyte via antibody fragments labelled with spectrally distinct fluorophores (Fab MPA-Atto532 and Fab CPA-Atto490LS) generates independent Bioluminescence Resonance Energy Transfer (BRET) signals at 570 and 675 nm. This homogeneous immunoassay represents a highly promising alternative, offering selectivity and speed capabilities without the need of washing steps. The system was validated in maize extract and grape must with recoveries exceeding 70%, confirming its robustness against complex food matrices. Additionally, we employed advanced computational tools to deepen our understanding of the binding interactions present between the mimopetides and the Fabs.

Acknowledgments: This study was supported by the Spanish Ministry of Science, Innovation and Universities (MICIU, PID2024-158561OB-100)

References

1. Pradanas-González *et al.* (2024) *Anal. Bioanal. Chem.*, 416, 7205.
2. Peltomaa *et al.* (2019) *ACS Omega*, 4, 11569.

P2-129

Development of an LC-MS method for the analysis of bioactives extracted from *Withania somnifera* (ashwagandha) with biosolvents

Juan José Matute-Pinos, Javier Díez, Ana Isabel Ruiz-Matute, Ana Cristina Soria, María Luz Sanz
Instituto de Química Orgánica General (CSIC), Juan de la Cierva, 3 Madrid (España)

Withania somnifera, commonly known as ashwagandha, is a plant native to Asia, which has been widely used in Ayurvedic medicine due to its properties to reduce stress, improve sleep, increase energy, enhance cognitive function, among others. It is also employed for treating certain neurodegenerative diseases including Alzheimer disease. These properties are mainly attributed to its rich profile of bioactive compounds, such as withanolides A-Y, withaferin A, along with alkaloids and withanosides. Moreover, the presence of flavonoids and other phenolic compounds has been reported, providing additional antioxidant, anti-inflammatory, and neuroprotective effects. Although these compounds are found in both the roots and the leaves of the plant, the roots are more commonly used to obtain extracts intended for dietary supplements, as they are considered a safe and particularly rich bioactive source [1].

In this work, the efficiency of different biosolvents for the simultaneous extraction of bioactives from ashwagandha roots was investigated. The evaluation of the extraction process required the development of a high-performance liquid chromatography–mass spectrometry (LC-MS) method compatible with challenging extractants such as natural deep eutectic solvents (NADESs).

The LC-MS method was optimized by systematically evaluating different chromatographic gradients and flow conditions to achieve the adequate separation of ashwagandha bioactives. Moreover, the mass spectrometric parameters were optimized using a Box–Behnken experimental design for selected target bioactives from different families (withanosiide IV, withaferin A, withanolide B, kaempferol, rutin and chlorogenic acid). The highest response for all bioactives was found for ESI(+) mode under the following operating conditions: 3500 V capillary voltage, 10 L min⁻¹ drying gas, 24 psi nebulizing pressure and 300°C source temperature. Regarding method validation, intraday and interday precision, accuracy, sensitivity and linearity were evaluated. Under optimal LC-MS conditions, extracts obtained with different biosolvents (i.e. ethanol, carvacrol, and the NADESs choline chloride:ethyleneglycol and thymol:octanoic acid) were analysed and results were compared with those provided with conventional solvents (methanol and water).. The developed LC-MS method proved to be highly effective for the reliable quantitation of bioactives in ashwagandha root extracts obtained with biosolvents, demonstrating its suitability for the characterization of complex matrices and unconventional extracts.

Acknowledgements: Grant PID2023-149799OB-C21 funded by MICIU/AEI/ 10.13039/501100011033 and by “ERDF/EU”.

References: 1. Abdelwahed et al. (2023) *Rev. Anal. Chem.*, 42, 20220055.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-130

Non-target screening of environmental samples by comprehensive two-dimensional gas chromatography time-of-flight mass spectrometry (GC×GC-TOFMS)

F. Javier Santos^a, Jianyi Yin^a, Encarnación Moyano^a

^a ChroMS EnviFood research Group. Department of Chemical Engineering and Analytical Chemistry, University of Barcelona, Martí Franquès 1-11, 08028-Barcelona (Spain).

Environmental contamination remains a major global environmental and public health concern, driven by the continuous release of a wide range of chemical pollutants—both known and emerging—into natural ecosystems. Although current regulatory monitoring programs focus on a limited number of priority substances, many environmentally relevant compounds, including transformation products and previously unidentified chemicals, remain undetected. This limited coverage exposes the shortcomings of conventional monitoring strategies based on targeted analytical methodologies, and the constrained separation capacity of one-dimensional chromatography, which often cannot adequately resolve and identify complex mixtures. To address these challenges, comprehensive two-dimensional gas chromatography coupled to mass spectrometry (GC×GC–MS) has emerged as a powerful approach for the analysis of organic compounds, providing enhanced separation capacity, structured chromatograms, and improved resolution, making it especially suitable for the characterization of complex environmental samples.

The present study aims to develop a reliable analytical methodology based on comprehensive two-dimensional gas chromatography coupled to time-of-flight mass spectrometry (GC×GC-TOFMS) for the non-target analysis of organic pollutants in complex environmental samples, including surface water, wastewater, soils and subsoils. To achieve optimal separation, a column combination of non-polar and mid-polar stationary phases (DB-5MS × Rxi-17SilMS) was used. In addition, flow modulation parameters, such as modulation period and injection/divert timing, were systematically optimized to maximize peak capacity and separation performance. Coupling the GC×GC system to a high-speed TOFMS operating in full-scan electron ionization mode enabled high acquisition rates (up to 200 spectra/s), thereby supporting accurate mass spectral deconvolution of highly modulated chromatographic peaks. Reliable non-target identification was achieved developing an efficient workflow by integrating structured two-dimensional chromatographic information, mass spectral library matching, fragmentation patterns, and isotopic distributions. The developed methodology allowed the (tentative) identification of thousands of contaminants per sample, mainly included pharmaceuticals, personal care products, flame retardants, hydrocarbons, industrial additives, and transformation products, demonstrating the capability of the approach to capture a broad range of compound classes within a single analytical run.

Acknowledgments

The authors gratefully acknowledge the project PID2021-122743NB-I00 financed by the Spanish Ministry of Science, Innovation, and Universities (MICIU/AEI/10.13039/ 501100011033) and FEDER funds (UE).

P2-131

Desarrollo de estrategias analíticas para la determinación de nucleósidos y nucleobases metilados en orina mediante espectrometría de masas: correlación con biomarcadores exógenos

Myriam Bustamante-Rangel^a, Carmen Mena-Iglesias^a, José Luis Pérez Pavón^a, Ana Ballester-Caudet^a, Diego García-Gómez^a, Encarnación Rodríguez-Gonzalo^a

^aUniversidad de Salamanca, Facultad de Ciencias Químicas, Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología, Plaza de los Caídos, S/N, 37008, Salamanca (España).

La monitorización de modificaciones epigenéticas en el ARN a través de la cuantificación de nucleósidos y nucleobases metilados en fluidos biológicos representa un área esencial de la investigación biomédica actual. Estos compuestos actúan como biomarcadores endógenos que reflejan el estado fisiopatológico del organismo. Sin embargo, su análisis en orina humana supone un reto analítico considerable debido a la complejidad de la matriz, la baja concentración de los analitos y la presencia de isómeros estructurales. En este trabajo, se presenta el desarrollo y validación de diversas metodologías analíticas basadas en espectrometría de masas en tándem (MS/MS) diseñadas para mejorar la sensibilidad y la capacidad de procesamiento de muestras en el estudio de estos biomarcadores.

Para abordar estos retos, inicialmente se implementó una plataforma avanzada que combina la microextracción en fase sólida miniaturizada en formato *tip-on-tip* (TOT- μ SPE) con la cromatografía de interacción hidrofílica (HILIC-MS/MS). Esta estrategia permitió una limpieza exhaustiva de la matriz y la separación eficiente de diez nucleósidos y cinco nucleobases metilados. Complementariamente, con el fin de aumentar el rendimiento analítico para estudios a gran escala, se desarrolló un método de cribado rápido mediante inyección en flujo (FIA-MS/MS). Esta aproximación no separativa logró reducir los tiempos de análisis, permitiendo procesar hasta 24 muestras por hora, lo que supone una mejora de diez veces en la productividad respecto a los métodos cromatográficos convencionales.

La utilidad clínica y ambiental de estas herramientas se evaluó mediante un estudio poblacional en 61 voluntarios, donde se exploró la relación entre estos marcadores de metilación endógena y la exposición a contaminantes ambientales, específicamente mediante la cuantificación de metabolitos de hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAHs). Los resultados obtenidos tras la revelaron correlaciones significativas entre la exposición exógena y la alteración de los niveles de nucleósidos metilados. Estos hallazgos sugieren que factores externos como la contaminación pueden influir en la dinámica epigenética a través de mecanismos de estrés oxidativo. En conjunto, esta investigación proporciona una plataforma robusta y versátil para la detección precoz de enfermedades y el avance hacia una medicina personalizada basada en la monitorización mediante toma de muestra no invasiva de biomarcadores.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-132

Actividad antidiabética en tejidos de aguacate: estudio comparativo entre variedades

Beatriz Cancho Grande^a, Paula Abal Camaño^a, Elena Hurtado Fernández^b, Lucía Olmo García^b, Patricia Reboredo Rodríguez^a, Carmen González Barreiro^a, Alegría Carrasco Pancorbo^b, María Figueiredo González^a

^a Instituto de Agroecología y Alimentación (IAA), Universidad de Vigo – Campus Auga, Grupo de Investigación Food and Health Omics. Ourense (España).

^b Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias, Universidad de Granada. Granada (España).

El aguacate es uno de los frutos con mayor valor nutricional, debido en gran medida a su elevado contenido en compuestos bioactivos. La creciente demanda de aguacate fresco y de sus productos transformados como aceite, pulpa procesada o guacamole ha dado lugar a un incremento significativo de subproductos agroindustriales infrutilizados, principalmente piel y semilla, las cuales suponen entre el 18 % y el 23 % del peso seco del fruto [1].

En los últimos años, la revalorización de estos subproductos ha suscitado un notable interés en la industria alimentaria y cosmética debido a su elevada capacidad antioxidante. En este contexto, el objetivo del presente trabajo fue caracterizar el perfil de compuestos fenólicos, determinar la capacidad antioxidante y evaluar la actividad antidiabética de la piel y la semilla de tres variedades de aguacate cultivadas en el sur de España: Hass, Fuerte y Bacon.

Para las tres variedades estudiadas, la piel presentó un mayor contenido en compuestos fenólicos (60–66 %) en comparación con la semilla (32–38 %). En particular, la piel de la variedad Fuerte mostró la mayor concentración de estos compuestos. En cuanto a la capacidad antioxidante, los valores obtenidos fueron similares entre la piel y la semilla en las tres variedades analizadas.

Respecto a la actividad antidiabética, evaluada mediante la inhibición de la enzima α -glucosidasa, la variedad Bacon presentó el mayor potencial inhibidor, con valores de IC_{50} de 4,75 μ g/mL (semilla) y 9,29 μ g/mL (piel), seguida de la variedad Fuerte (8,18 μ g/mL y 13,82 μ g/mL) y la variedad Hass (13,13 μ g/mL y 16,72 μ g/mL). En todos los casos, la actividad inhibitoria fue significativamente superior a la del fármaco de referencia acarbosa (IC_{50} = 188 μ g/mL).

En conjunto, estos resultados ponen de manifiesto que la piel y la semilla del aguacate, tradicionalmente consideradas subproductos, constituyen fuentes relevantes de compuestos fenólicos con elevada actividad biológica. Por tanto, presentan un notable potencial para su valorización en el desarrollo de ingredientes funcionales, nutraceuticos o formulaciones con aplicación en la prevención y el manejo de trastornos asociados a la diabetes.

Referencias

1. Grisales-Mejía et al. (2024). *J. Supercrit. Fluids*, 204, 106117.

OILDIABESITY, cómo un aceite de oliva virgen gallego rico en compuestos fenólicos puede utilizarse como estrategia nutricional en la diabetes

Carmen González Barreiro^{a,b}, María Figueiredo González^{a,b}, Paula Abal Camaño^a, Miguel Abad Vila^c, Verónica Civeira Pérez^c, Alba García Cid^c, Patricia Reboredo-Rodríguez^{a,b}, Beatriz Cancho Grande^{a,b}

^a Instituto de Agroecología y Alimentación (IAA), Universidad de Vigo – Campus Auga, Grupo de Investigación Food and Health Omics. Ourense (España). ^b Instituto de Investigación Sanitaria Galicia Sur (IIS Galicia Sur). SERGAS-UVIGO, Ourense (España). ^c Servicio de Atención Primaria del Área Sanitaria de Ourense, Verín y Valdeorras, SERGAS, Ourense (España).

La obesidad y la diabetes mellitus tipo 2 (DMT2) constituyen un proceso patológico interrelacionado conocido como diabetes. En este contexto, los patrones dietéticos saludables, como la Dieta Mediterránea y la Dieta Atlántica, en los que el aceite de oliva virgen (AOV) es la grasa principal, desempeñan un papel determinante en la prevención y control de ambas patologías. Más allá de su fracción lipídica, los compuestos fenólicos del AOV presentan múltiples propiedades saludables. El proyecto OILDIABESITY surge como continuación del estudio OILDIABET (*“Potencial antidiabético del aceite de oliva rico en polifenoles: de un simulador gastrointestinal dinámico in vitro a pacientes diagnosticados con diabetes mellitus tipo 2”*), en el que se observaron mejoras en diversos parámetros de control glucémico en sujetos con DMT2 con un Índice de Masa Corporal ≥ 30 kg/m² o una elevada resistencia a la insulina (HOMA-RI $\geq 3,8$) tras la intervención con AOV rico en compuestos fenólicos de variedades autóctonas gallegas [1].

El objetivo de OILDIABESITY es evaluar el efecto de una intervención dietética con AOV gallego, rico en compuestos fenólicos, sobre el control glucémico y el estado inflamatorio en sujetos con diabetes, así como explorar su impacto sobre la microbiota intestinal, el perfil metabolómico y la regulación epigenética de genes relacionados con el metabolismo energético. Para ello se plantea un estudio multicéntrico, experimental, prospectivo, longitudinal, controlado, aleatorizado, de diseño paralelo y ciego simple. Las/os participantes serán asignados a dos grupos, manteniendo en ambos casos una dieta acorde a la práctica clínica habitual: (i) *Grupo Experimental*, con suplementación diaria de 30 mL de AOV de variedades autóctonas gallegas con alto contenido en compuestos fenólicos (>400 mg/kg); y (ii) *Grupo Control*, sin suplementación con AOV. Se aplicará aleatorización estratificada por sexo biológico para garantizar una adecuada perspectiva de género.

Se evaluarán parámetros clínicos (glucosa, HbA1c, insulina, HOMA-RI, perfil lipídico), marcadores inflamatorios (citoquinas pro- y antiinflamatorias), así como la diversidad y composición de la microbiota intestinal mediante secuenciación del ARNr 16S. El perfil metabolómico se analizará mediante LC-QTOF-MS. La metilación de genes diana (D-loop mitocondrial, FGFR1 y ZNF577), como principal marcador epigenético, se determinará mediante pirosecuenciación. OILDIABESITY propone un abordaje integrador de la diabetes combinando, de forma coordinada, análisis de microbiota, metabolómica y nutriepigenética. Frente a estudios previos centrados en variables de resultado clínicamente relevantes o en una única capa ómica, esta propuesta explorará el eje dieta–microbiota–metabolitos–regulación génica, conectándolo con marcadores clínicos de control glucémico e inflamación crónica de bajo grado, con potencial aplicación en estrategias de nutrición de precisión.

Agradecimientos: Proyecto financiado por la Fundación Pública Galega de Investigación Biomédica Galicia Sur en la IV Convocatoria Intramural de Ayudas a la Investigación Biomédica 2025 del Instituto de Investigación Sanitaria Galicia Sur (Referencia: CI25-B-06).

Referencias: [1] Figueiredo-González et al. (2025). *Food Funct.*, 16, 6213.

Autenticación de aceites de oliva virgen comerciales basada en la huella espectral agnóstica de resonancia magnética nuclear ^1H de bajo campo

Esteban Alfonso Roca Nasser^a, Celia Cabeza Rodríguez^a, Alejandra Arroyo Cerezo^{a,†}, María Tello Liébana^b, Luis Cuadros Rodríguez^a, Ana María Jiménez Carvelo^a

^a Departamento de química analítica, Universidad de Granada, C/ Fuentenueva s/n, 18071, Granada (España)

^b Laboratorio Tello, A Tentamus Company, C/ Polígono Industrial Los Olivares, 23009, Jaén (España)

[†] Dirección actual: Industrial Systems Institute (ISI), Athena Research & Innovation Center (ATHENA), 26504 Patras (Grecia)

El alto valor económico y los reconocidos beneficios para la salud han convertido al aceite de oliva en un componente clave de la cultura alimentaria mediterránea. Sin embargo, su renombre ha dado lugar a prácticas fraudulentas como la adulteración con aceites vegetales de menor coste, lo que representa un importante desafío para los laboratorios de control de calidad del sector. Los métodos tradicionales para detectar este fraude suelen ser lentos, requieren una extensa preparación de muestra y dependen del uso de grandes cantidades de disolventes, centrándose además en parámetros específicos que limitan su capacidad para capturar la complejidad química completa de los aceites vegetales.

En este contexto, la resonancia magnética nuclear de bajo campo (LF-NMR) ha surgido como una alternativa rápida y no destructiva para el control de la calidad y la autenticación del aceite de oliva virgen. Este estudio propone el uso de huellas espectrales agnósticas de ^1H LF-NMR, que contienen información química relevante independientemente del instrumento o las condiciones de medida. Estas huellas espectrales han demostrado ser eficaces para desarrollar modelos multivariable tanto de clasificación como de cuantificación.

Se evaluaron métodos analíticos cualitativos y cuantitativos basados en modelos de mínimos cuadrados parciales (PLS) y máquinas de vectores de soporte (SVM).

El procedimiento analítico desarrollado fue evaluado mediante criterios de blancura RGB, obteniendo puntuaciones superiores al 80%, superando significativamente a los métodos tradicionales (~40%). Este enfoque proporciona una herramienta rápida y sostenible para la evaluación de la pureza del aceite de oliva, permitiendo un cribado eficiente como procedimiento complementario para los métodos tradicionales.

Agradecimientos: AAC agradece al Ministerio de Universidades la beca pre-doctoral FPU (FPU20/04711, Formación del Profesorado Universitario – extendida a periodo de orientación postdoctoral, POP). AMJC agradece la ayuda (RYC2021-031993-I) financiada por MCIU/AEI/501100011033 y por "European Union NextGenerationEU/PRTR".

Evaluación de la distribución espaciotemporal y riesgo ecotoxicológico de antibióticos en el tramo medio del río Tajo

Cristina de los Reyes-Ramos^a, María Jiménez-Moreno^a, Nuria Rodríguez-Fariñas^a, Francisco Javier Guzmán Bernardo^a, David Moreno-González^b, Beatriz Larraz^c, Susana Seseña^a, Rosa Carmen Rodríguez Martín-Doimeadios^a

^aDpto. Química Analítica y Tecnología de Alimentos, Universidad de Castilla-La Mancha; ^bDpto. Química Física y Analítica, Universidad de Jaén; ^cDpto. Economía Aplicada, Universidad de Castilla-La Mancha

Los contaminantes de preocupación emergente son sustancias químicas o materiales cuya presencia en el medio acuático puede generar efectos ecotoxicológicos, que aún no están claramente establecidos, pero que deben ser objeto de seguimiento, destacando entre ellos los antibióticos. Estos compuestos llegan al medio principalmente a través de vertidos procedentes de la ganadería, la agricultura, los hospitales, la industria farmacéutica y las estaciones depuradoras de aguas residuales (EDARs). Esta situación supone una amenaza para los ecosistemas, la biodiversidad y la salud humana^[1].

Debido a la gravedad de los problemas asociados a la resistencia a antibióticos y la escasez de datos en un ecosistema seriamente amenazado como es el río Tajo, los objetivos de estudio fueron: a) caracterizar la variabilidad espacial y temporal de los antibióticos en el río Tajo teniendo en cuenta el posible impacto de la desembocadura del río Jarama tras su paso por la Comunidad de Madrid; b) determinar el impacto de las EDARs; c) identificar los antibióticos que superen los límites establecidos por la regulación, cuando los hay^[2]; y d) evaluar el impacto ecotoxicológico. Para ello, se determinó la presencia y distribución de 27 antibióticos, de los cuales 4 estaban incluidos en la Lista de observación de la Unión Europea^[2]. Se establecieron 19 puntos de muestreo en el tramo medio del río Tajo, estratégicamente seleccionados según la influencia de distintas actividades antropogénicas. Entre junio de 2022 y junio de 2024 se llevaron a cabo ocho campañas de muestreo estacionales.

De los 27 antibióticos analizados, 17 se detectaron en al menos una muestra. En todos los muestreos se observó una contribución significativa del río Jarama a la presencia de antibióticos en el río Tajo, que solo pudo depurarse parcialmente en el tramo estudiado. Asimismo, se observó un patrón estacional, con mayores concentraciones en otoño. Por otro lado, clindamicina y sulfametoxazol superaron los límites establecidos en la Lista de observación^[2]. Estos dos antibióticos, junto con claritromicina, ciprofloxacina, ofloxacina y sulfapiridina, presentaron un riesgo ecotoxicológico generalmente bajo. Por tanto, se observa una presencia generalizada de antibióticos en el río Tajo, fuertemente influida por los aportes del río Jarama, y asociada a un riesgo ecotoxicológico.

Agradecimientos: Ministerio de Ciencia e Innovación (PID2022-138761NB-I00), Junta de Comunidades de Castilla-La Mancha (SBPLY/23/180225/000153), Universidad de Castilla-La Mancha/FEDER (2022-GRIN-34415) y Cátedra del Tajo UCLM-Soliss.

Referencias: [1] Royano, et al. (2026). *Environ. Pollut.*, 395, 127795. [2] Decisión de Ejecución (UE) 2022/1307 de la Comisión de 22 de julio de 2022.

Lipidomics profiling of multiple biological matrices in a murine model of passive systemic anaphylaxis

Antonio J. García-Cívico^{a,b}, Andrea Macias-Camero^{a,b}, Lucía Pajares^a, Sergio Fernández-Bravo^{c,d}, Lucía Palacio-García^{c,d}, Irene de María-Camacho^c, Domingo Barber^b, Coral Barbas^a, Vanesa Esteban^{c,d}, Alma Villaseñor^{a,b}.

^aCEMBIO, Centro de Excelencia en Metabolómica y Bioanálisis, Facultad de Farmacia, San Pablo CEU Universities, Madrid, Spain. ^bIMMA, Instituto de Medicina Molecular Aplicada, Facultad de Medicina, San Pablo CEU Universities, Madrid, Spain. ^cDepartment of Allergy and Immunology, IIS-Fundación Jiménez Díaz, UAM, Madrid, Spain. ^dFaculty of Health Science, Alfonso X El Sabio University, Madrid, Spain.

Lipids are bioactive molecules linked to inflammatory and immune responses, including anaphylaxis, a rapid-onset multisystemic hypersensitivity reaction. Despite its clinical relevance, the molecular mechanisms underlying anaphylaxis remain unclear. Anaphylactic reactions are traditionally classified into IgE-dependent and IgE-independent mechanisms, such as the IgG-dependent pathway(1). Because both mechanisms exhibit similar clinical symptoms, identifying lipid biomarkers for differential diagnosis is crucial. Therefore, this study aims to characterize the lipid profile of three matrices—heart, lung, and serum—in IgE- or IgG-mediated mouse models of passive systemic anaphylaxis (PSA), comparing the temporal evolution of lipid species across these biological matrices.

Samples from IgE- or IgG-PSA mice were collected at 5, 30, and 60 minutes after challenge (Control, n=9; IgE, n=10; IgG, n=10). Lipidomic profiling was performed by liquid chromatography coupled to quadrupole time-of-flight mass spectrometry (LC-QTOF-MS) using an Agilent 6545 QTOF LC-MS system, following the method established at CEMBIO(2). The lipidomic characterization was performed using an in-house spectral library, with annotations further validated by MS/MS fragmentation analysis. The results revealed marked differences in lipid profiles across the analyzed matrices, highlighting a clear tissue-specific distribution of lipid species. A wide variety of lipid classes were identified, with heart and lung exhibiting the highest diversity compared to serum. In addition, while some lipid species differed between tissues, the main distinction lay in their distribution, with certain lipid classes being highly enriched or predominantly organ-specific, such as cardiolipins (CL) in the heart and cholesteryl esters (CE) in serum. Temporal analysis also showed dynamic changes in lipid composition following challenge, with the most pronounced alterations occurring at early time points (5 min) in serum, whereas in lung tissue, the most substantial changes manifested at later time points (60 min). These findings highlight a strong tissue- and time-dependent lipid remodeling during PSA, supporting the potential of lipidomic signatures as biomarkers to differentiate underlying IgE- and IgG-mediated mechanisms.

Acknowledgments: AG-C was supported by an FPU fellowship (FPU24/01211). This work by MICIU (Spain) (PID2024-162248NB-I00; MICIU/AEI/10.13039/501100011033) and ERDF.

References:

1. Esteban V., et al. J Invest Allergol Clin Immunol. 2025 Jul 29;35(4):251-266.
2. S. Martínez et al. Journal Lipid Research (2024), 65(11), 100671.

Caracterización química y evaluación agronómica de extractos vegetales procedentes de residuos agrícolas de olivo

Ángeles Fernández Recamales^{ab}, Ana Sayago Gómez^{ab}, Raúl González Domínguez^{ab}, Carlos Weiland Ardaiz^c, Francisco Manuel Neto Pérez^c y Antonio Santos Rufo^c

^aGrupo de Investigación “Análisis Agroalimentario, Salud y Economía Circular”, Facultad de Ciencias Experimentales, Universidad de Huelva. 21007 Huelva, España.

^bCampus de Excelencia Internacional Agroalimentario (CeIA3).

^cDept Ciencias Agroforestales, Universidad de Huelva, 21007 Huelva, España.

La valorización de residuos agrícolas constituye una estrategia clave para avanzar hacia modelos de producción más sostenibles y alineados con los principios de economía circular. En este contexto, los subproductos procedentes del olivar y de la industria almazarera representan una fuente potencial de compuestos bioactivos con interés agronómico y funcional. El objetivo de este trabajo fue caracterizar químicamente distintos extractos vegetales derivados de residuos de olivo/almazara y evaluar su respuesta agronómica en dos variedades comerciales de fresa.

El ensayo se desarrolló durante la campaña 2025–2026 bajo condiciones controladas de invernadero, empleando dos variedades de fresa, Marisma y Fandango. Se estableció un diseño experimental con 36 sacos de cultivo distribuidos aleatoriamente en siete tratamientos: un control negativo sin tratar, un control positivo basado en un bioestimulante comercial de referencia y cinco preparados experimentales procedentes de residuos oleícolas. La distribución permitió representar todos los tratamientos en ambas variedades, considerando el saco como unidad experimental.

La caracterización químico-analítica de los preparados incluyó la determinación de compuestos bioactivos mediante espectrofotometría UV-Vis (fenoles y flavonoides totales, carotenoides y actividad antioxidante) y la identificación del perfil polifenólico mediante cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) con detector DAD/MS. Paralelamente, se monitorizaron variables agronómicas asociadas al desarrollo vegetativo y productivo de las plantas, incluyendo cobertura foliar mediante análisis de imagen, contenido relativo de clorofila mediante SPAD, conductancia estomática, número de frutos cosechados y producción acumulada.

La calidad del fruto se evaluó mediante un enfoque de metabolómica dirigida, empleando HPLC-DAD/MS para la identificación y cuantificación de los principales compuestos fenólicos, e integrando parámetros organolépticos (tamaño, coloración, frescura y firmeza), y físico químicos (pH, sólidos solubles totales, acidez titulable y fenoles totales). El análisis estadístico permitirá evaluar el efecto del tratamiento, la variedad y su interacción sobre las variables fisiológicas, productivas y de calidad.

Este estudio evalúa el potencial bioestimulante de extractos procedentes de residuos oleícolas en fresa. Los resultados contribuirán a identificar formulados con interés agronómico y a establecer posibles relaciones entre la composición fenólica de los preparados y la respuesta productiva y cualitativa del fruto.

Agradecimientos:

Este trabajo ha sido financiado por la empresa **SANUS AGRO SOLUTIONS SLU**

Referencias

1. González-Domínguez et al. (2022). *J. Agric. Food Chem.*, 70 (25), 7796.

Can untargeted metabolomics provide insights into metabolome changes after synthetic cannabinoid consumption? An *in vivo* study

María Mata-Pesquera^a, David Fabregat-Safont^{b,a}, Manuela Barneo-Muñoz^c, María José Sánchez-Catalán^c, Ferran Martinez-Garcia^c, Marie Mardal^d, Juan V. Sancho^a, María Ibáñez^a
^aEnvironmental and Public Health Analytical Chemistry, Research Institute for Pesticides and Water, University Jaume I, Castelló de la Plana, Spain. ^bApplied Metabolomics Research Group, Hospital del Mar Research Institute, Barcelona, Spain. ^cResearch Unit on Functional Neuroanatomy (NeuroFun) – Predepartamental Unit of Medicine, Faculty of Health Sciences, University Jaume I Castelló de la Plana, Spain. ^dSection of Forensic Chemistry, Department of Forensic Medicine, University of Copenhagen, Denmark.

The consumption of Synthetic Cannabinoid Receptor Agonists (SCRAs) is a growing public health concern, particularly among the youth, due to their unknown, unpredictable and often severe mental and physical health effects. Beyond the analytical challenges posed by their rapid metabolism and the constant emergence of new compounds in the drug market, there is a critical need to understand the systemic physiological disruptions caused by these substances [1].

In this work, an untargeted metabolomics study was conducted to explore the biological impact of SCRA exposure. An *in vivo* experimental model was designed using two groups of rats: a control group and a group administered with various generations of SCRAs. Serum and urine samples were analyzed via liquid chromatography coupled to high-resolution mass spectrometry with ion mobility separation (LC-IMS-HRMS). To ensure comprehensive metabolomic coverage, both reversed-phase and HILIC separations were employed. Data processing included alignment, normalization, and multivariate statistical analysis. Features meeting strict criteria ($p(\text{loading}) > 0.1$ and $p(\text{corr}) > 0.6$) were selected for structural elucidation based on accurate mass elemental composition, fragmentation patterns, and spectral databases matching (HMDB, MassBank). When necessary, additional MS/MS experiments were performed to refine the identification.

The results revealed a disruption in the tryptophan pathway induced by SCRA exposure. Four biomarkers were tentatively elucidated in the control group (indoxyl sulfate, 2,8-quinolinediol, 2,8-dihydroxyquinoline-beta-glucuronide, and 2,8-quinolinediol-2-sulfate) and one, (2 or 5)-methylnicotinamide, in the SCRAs group. The downregulation of these tryptophan derivatives in the treated group, coupled with the significant upregulation of methylnicotinamide, points to a metabolic shift toward the nicotinamide-NAD⁺ axis [2]. While these endogenous alterations may be influenced by other physiological and environmental factors, they provide a "molecular snapshot" of the SCRA-induced physiological strain. Thus, this study demonstrates that untargeted metabolomics can be a powerful tool for decoding the complex biological responses and toxicological mechanisms of new psychoactive substances.

Acknowledgments:

María Mata-Pesquera acknowledges Ministerio de Universidades for her predoctoral grant (FPU21/00120).

References:

[1] Alzu'bi, A et al. Eur J Med Res. 2024; 29(1):49. [2] Markin, P.A. et al. Comp Biochem Physiol C Toxicol Pharmacol. 2021; 243:109000.

Desarrollo de un método rápido y sostenible para el biomonitoreo de plaguicidas en orina mediante viales recubiertos con redes metalorgánicas (MOF)

Jorge Pasán,^a Iván Taima-Mancera,^a Santiago D. Cabrera-González,^{a,b} María J. Trujillo-Rodríguez,^{a,b} Emanuela Gionfriddo,^c Verónica Pino^{a,b}

^aLaboratorio de Materiales para Análisis Químico (MAT4LL), Facultad de Ciencias, Universidad de La Laguna (ULL), (España)

^bUnidad de Investigación de Bioanalítica y Medio Ambiente, Instituto Universitario de Enfermedades Tropicales y Salud Pública de Canarias (IUETSPC), ULL, (España)

^b Department of Chemistry, University at Buffalo, The State University of New York, Buffalo, New York, (Estados Unidos de América)

El biomonitoreo de la exposición humana a plaguicidas es fundamental para evaluar riesgos en la salud pública y entender el impacto de estos contaminantes en el organismo. La orina constituye una matriz biológica ideal para estos estudios debido a su carácter no invasivo; sin embargo, su complejidad química suele exigir procesos de preparación de muestra laboriosos. En este trabajo, se presenta el desarrollo y la validación de un método analítico simplificado y sostenible que emplea viales de vidrio recubiertos con redes metalorgánicas (MOF).^{1,2}

La metodología propuesta integra la microextracción en fase sólida de película delgada (TF-SPME) directamente en el vial de muestreo, seguida de un análisis por cromatografía de líquidos acoplada a espectrometría de masas (LC-MS). Bajo condiciones óptimas, el procedimiento requiere únicamente 18 mL de muestra y un tiempo de análisis total de 10 minutos (5 min de extracción y 5 min de desorción asistida por vórtex). Una ventaja crítica es la eliminación de etapas convencionales de pretratamiento, como la centrifugación o la filtración, simplificando el flujo de trabajo en el laboratorio.

El método permitió la determinación de 12 plaguicidas con LOQs situados entre 0,10 y 0,25 µg/L. La precisión del sistema fue excelente, con RSDs inferiores al 18%. Además, se demostró la robustez del dispositivo, permitiendo la reutilización de los viales más de 50 veces tras un sencillo lavado con etanol. La evaluación mediante métricas de química verde confirma que esta metodología es una alternativa eficiente, económica y de bajo impacto ambiental para el monitoreo de contaminantes en fluidos biológicos, respondiendo a la demanda actual de métodos bioanalíticos de respuesta rápida.

Agradecimientos: Project PID2023-147246OB-I00 funded by MICIU/AEI/10.13039/501100011033/ERDF, EU. M.J.T.-R. thanks her contract RYC2021-032502-I, funded by MICIU/AEI/ 10.13039/501100011033 and «NextGenerationEU»/PRTR. S.D.C.-G. thanks his FPI contract, funded by MICIU, Culture of Government of the Canary Islands and ESF+, integrated operation program Canary Islands 21-27, Axis 3 topic priority 74 (85%).

Referencias: [1] Taima-Mancera et al. (2024) *Adv. Funct. Mater.*, 34, 2402517. [2] Taima-Mancera et al. (2025) *Anal. Chim. Acta*, 1345, 343663.

P2-140

Validación de un método analítico para cuantificar 25-hidroxivitamina D2 y 25-hidroxivitamina D3 en suero humano por cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas en tándem

Ignacio Bressán^a

^aDepartamento de Química Bioanalítica, Referencia Laboratorio clínico, (República Dominicana)

Introducción: la 25-hidroxivitamina D total [25(OH)D] en suero es el mejor indicador de las reservas corporales de vitamina D, cuya deficiencia constituye un problema de salud pública a nivel global. Aunque los inmunoensayos predominan en los laboratorios clínicos por su automatización y rendimiento, su especificidad puede comprometer la confiabilidad de los resultados. La cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas en tándem (LC-MS/MS) supera esta limitación al cuantificar selectivamente 25(OH)D2 y 25(OH)D3, cuya suma representa la 25(OH)D. No obstante, su implementación en la rutina suele verse obstaculizada por preparaciones laboriosas (SPE, LLE o derivatización) que elevan costos y restan productividad.

Objetivo: validar un método para cuantificar simultáneamente 25(OH)D2 y 25(OH)D3 en suero humano por LC-MS/MS, utilizando una preparación de muestra simplificada que optimice la eficiencia operativa.

Métodos: se empleó un sistema cromatográfico Acquity UPLC I-Class PLUS acoplado a un espectrómetro de masas de triple cuadrupolo Xevo TQ-S micro, bajo las condiciones cromatográficas y espectrométricas del kit MassTrak™ Vitamin D IVD (Waters). La SPE automatizada fue reemplazada por precipitación de proteínas: a 100 µL de suero con estándares internos deuterados se añadieron ZnSO₄ 0,2 M, acetonitrilo y fase móvil metanólica. Tras centrifugar, el sobrenadante se diluyó 1:2 en fase móvil acuosa. Se evaluaron, de acuerdo con guías internacionales, selectividad, calibración y rango, arrastre, LoD, LoQ, precisión, veracidad, integridad de dilución, efecto matriz y estabilidad. Para 25(OH)D3 se incluyeron linealidad y comparación interlaboratorio.

Resultados: los valores de LoD fueron de 0,6 ng/mL (25(OH)D2) y 0,7 ng/mL (25(OH)D3), con LoQ de 4,6 y 4,4 ng/mL, respectivamente. Ambos analitos presentaron respuestas lineales hasta ≈150,0 ng/mL. La precisión de repetibilidad se mantuvo ≤3,4% y la intralaboratorio ≤4,8%, debajo de las especificaciones de variabilidad biológica. La veracidad mostró sesgos <1,0% y el efecto matriz fue adecuadamente compensado (FMN 85-115%). La estabilidad se confirmó para muestras sin procesar (6 horas mesada, 5 días nevera, 110 días freezer) y procesadas (20 días autosampler). Para 25(OH)D3, las desviaciones de linealidad fueron <10% y la comparación interlaboratorio reveló concordancia satisfactoria. Como limitación, se reconoce la interferencia de epímeros de vitamina D. Desde la implementación en junio de 2026, se procesaron más de 20.000 muestras.

Conclusiones: el método validado combina la solvencia analítica del LC-MS/MS con una preparación simplificada y costo-efectiva. La sustitución de la SPE elimina barreras de complejidad sin comprometer la calidad, ofreciendo una alternativa ágil, específica y conforme a criterios internacionales para laboratorios de alta demanda.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

High-Polarity Aging: A Targeted HILIC-MS Approach for Profiling the Aging Plasma Metabolome

Arnau Oronich¹, Meritxell Martin¹, Omar Ramirez¹, Vicent Roig¹, Mariona Jové¹, Elia Obis¹

¹Department of Experimental Medicine, Faculty of Medicine, University of Lleida-IRBLleida, Lleida, Spain

Mass spectrometry (MS) is routinely used as a highly sensitive analytical technique for metabolomics studies to target a wide variety of small molecules. In order to study the metabolites present in different biological matrices, targeted metabolomics are a promising tool. However, some analytical challenges persist, including retention of ionic metabolites, reproducibility in the presence of salts, broad coverage of metabolite classes, and the separation of relevant isomers. To confront these issues, we used a robust hydrophilic interaction chromatography (HILIC) LC/MS method using the InfinityLab deactivator additive as a mobile phase modifier to enhance the peak shape and detection signal of metal-chelating organic acids and phosphorylated analytes. A set of metabolite internal standards calibration curves, including aminoacids, steroids, sugars and nucleotides, and organic acids of the TCA cycle, were prepared at biological concentration ranges. Metabolites from different biological matrices were separated using an InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z column on a LC system coupled with a 6495 QQQ (both from Agilent Technologies, Inc). 10X mobile phases buffered stock solutions (200 mM ammonium acetate, pH 9.3) in water were first prepared, and 1X solvents were made with water (containing 0.1% of deactivator reagent (p/n 5191-4506) (solvent A). The organic phase (solvent B) was pure acetonitrile. In this study, we focused mainly on plasma samples. We performed a multivariant metabolomic targeted analysis of 200 samples and analyzed a total of 266 metabolites, that were confirmed in a previous assay to show qualitative and reproducible results in plasma. To ensure high data quality after the acquisition, an ANCOVA normalization was selected for batch-correction and QC-correction, followed by a stability filter (RSD < 20% in QCs) to retain only high-quality metabolic features. After normalization and filtering of the dataset, multivariate statistical tools—including PCA and Random Forest—were employed to evaluate group segregation and data quality. The results showed distinct group differentiation and the identification of statistically significant differential metabolites. To facilitate method validation, these compounds were compiled into a database and tested via non-targeted analysis on a 6545 Q-TOF platform. As a conclusion, high-quality outcomes confirm the robustness of the pipeline and its suitability for large-scale validation of metabolite classes in biological samples.

A Unified Platform for Fluorine Quantification and Speciation across Solid, Liquid, and Particulate Matrices via BaF⁺-ICP-MS/MS

Raquel Gonzalez de Vega^a, C. Derrick Quarles Jr^b, Ross Coenen^b, Franziska Peer^a, Andrea Raab^a, John Parnell^c, N. Alex Zirakparvar^d, Benjamin T Mannard^d, Patrick Sullivan^b, David Clases^e, Jörg Feldmann^a

^aTESLA-Analytical Chemistry, University of Graz (Austria)

^bElemental Scientific, Inc. (USA)

^cSchool of Geosciences, University of Aberdeen (UK)

^dOak Ridge National Laboratory (USA)

^eNanoMicroLab, Institute of Chemistry, University of Graz (Austria)

Fluorine quantification remains analytically challenging due to its high ionisation potential and low ionisation efficiency in argon plasmas. The indirect detection of fluorine via the BaF⁺ polyatomic ion (m/z 157) in ICP-MS/MS has emerged as a robust solution to these limitations. However, ensuring accuracy across diverse matrices requires a deep understanding of the dependencies governing BaF⁺ signal formation. In this work, we present a refined, unified framework for fluorine quantification, systematically expanding the BaF⁺ approach across three high-impact modalities: Liquid Chromatography (LC), Laser Ablation (LA), and Single Particle (SP) ICP-MS/MS.

We demonstrate that BaF⁺ signal formation is intrinsically linked to sample introduction dynamics, aerosol transport efficiency, and plasma conditions. By implementing high-efficiency sample introduction, we successfully mitigate the structural-dependent biases typically observed in conventional pneumatic systems. Our LA-ICP-MS/MS implementation enables spatially resolved fluorine mapping, which we validate through direct correlation with Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS), using ionic (F 685.6 nm) and molecular (CaF 603 nm) emission bands from identical sample regions. Concurrently, we extend this methodology to SP-ICP-MS/MS, providing new capabilities for the high-throughput characterisation of fluorinated microplastics in environmental samples.

Collectively, this work establishes a transferable analytical platform that bridges the gap between elemental screening and molecular speciation. By systematically addressing the thermodynamic and transport-related constraints of the plasma, we define the operating boundaries for reliable fluorine detection. These findings offer a scalable solution for complex environmental analysis, providing a rigorous analytical pathway for the identification and quantification of diverse fluorinated compounds in non-target applications.

P2-143

Espectrometría de masas mediante plasma de acoplamiento inductivo en los Servicios Centrales de Apoyo a la Docencia e Investigación de la Universidad de Vigo (CACTI). Instrumentación y aplicaciones.

Jorge Millos Alfeirán^a, Aitor Álvarez Lorenzo^a, Rosa M. Lomba Pérez^a

^aUniversidade de Vigo (España)

La **Espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS)** es una de las técnicas analíticas más potentes para la detección de elementos e isótopos a niveles traza (ppb–ppt). Sus aplicaciones son muy amplias porque combina **alta sensibilidad, multielementalidad y capacidad isotópica**

Los nuevos equipos de ICP-MS con analizador de tiempo de vuelo (*time of flight*-TOF) representan un avance significativo en la espectrometría de masas elemental, aportando como principal ventaja la **adquisición simultánea de todo el espectro de masas**, lo que se traduce en una mayor rapidez y coherencia en los datos al evitar barridos secuenciales; esto lo hace especialmente potente para señales transitorias (como en ablación láser o cromatografía rápida), análisis de nanopartículas y estudios isotópicos dinámicos. Además, permite obtener información más completa sin seleccionar previamente los elementos, ya que el tratamiento de datos se hace posteriormente

Los métodos de preparación de muestra y determinación dependerán del objetivo a alcanzar pero habitualmente incluyen ataque ácido o solubilización alcalina con TMAH, calibración diaria del equipo y empleo de patrón interno (Rh, Ge, Tl, etc.) adecuado al analito y tipo de muestra

Algunos de los resultados más relevantes han sido los siguientes:

- Determinación simultánea de analitos en muestras de origen biológico: por ejemplo hemos participado en **estudios de bioacumulación** en plantas y animales, permitiendo correlacionar múltiples elementos simultáneamente y detectar patrones complejos de contaminación- Análisis de nanopartículas en cuanto a tamaño y composición- Determinación isotópica puesto que ofrece una gran ventaja en rapidez, versatilidad y capacidad de screening isotópico, aunque su precisión puede ser inferior a técnicas especializadas como el MC-ICP-MS.

En conclusión, con este trabajo buscamos intercambiar información de los análisis realizados con **ICP-MS TOF (time-of-flight)** porque se trata de una técnica que genera **grandes volúmenes de datos complejos y multielementales en muy poco tiempo**. Compartir métodos, condiciones instrumentales y estrategias de tratamiento de datos para mejorar la **comparabilidad y reproducibilidad** entre laboratorios. Facilitar la **interpretación correcta de resultados**, evitar errores en la gestión de datos masivos y acelerar el desarrollo de nuevas aplicaciones, ya que el conocimiento colectivo ayuda a optimizar parámetros y a validar enfoques en campos emergentes y poco conocidos hasta el momento como la especiación o la trazabilidad isotópica.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

Mechanistic differences in solar photodegradation: an analytical study of subproducts generated by peracetic acid and hydrogen peroxide.

Eva Jambrina-Hernández^a, Samira Nahim-Granados^{b,c}, Inmaculada Polo^d, Patricia Plaza-Bolaños^{a,b} and Ana Agüera^{a,b}

^aDepartment of Chemistry and Physics, University of Almería, Ctra. Sacramento s/n, Almería, 04120 (Spain)

^bCIESOL (Solar Energy Research Center), Joint Center University of Almería-CIEMAT, Ctra. Sacramento s/n, Almería, 04120 (Spain)

^cPlataforma Solar de Almería-CIEMAT, Ctra. Senés km 4, Tabernas, Almería, 04200, (Spain)

^dIndependent Researcher, Almería (Spain)

The continuous discharge of antibiotics (ATBs) through effluents of urban wastewater treatment plants (UWWTPs) is a determining factor in the spread of antimicrobial resistance, being needed the application of sustainable oxidative treatments, such as solar photochemical processes, to eliminate these microcontaminants (quaternary treatments), but also to study their degradation pathways and the transformation products (TPs) generated that will be discharged in the environment. In response to this challenge, the present study evaluates the comparative efficacy of two solar photochemical processes based on peracetic acid (PAA) or hydrogen peroxide (H₂O₂) to degrade 3 β -lactam ATBs (cephalexin, cefotaxime and meropenem) at laboratory scale (0.2 L), as well as the formation and kinetics of the transformation products (TPs) generated.

The ATBs degradation, monitored by LC-MS/MS, revealed that the kinetic behavior (reverse degradation order) is strongly dependent on the oxidant agent applied. This mechanistic divergence was corroborated by high-resolution mass spectrometry (LC-QTOF-MS) through the identification of the TPs generated in both processes. Taking meropenem as an example, from 21 TPs identified, 10 were generated through radical pathways common to both systems, 7 were exclusives of solar/PAA and 3 of solar/H₂O₂ treatment.

Simultaneously, the experimentation was scaled up to pilot scale (60 L) to assess the PAA oxidative efficiency in dark (usually applied for disinfection) and, in combination with natural sunlight (solar/PAA), to monitor the removal of 235 organic microcontaminants (OMCs) in actual urban effluents. Additionally, the formation of disinfection by-products (DBPs) was monitored simultaneously using specific analytical techniques: HILIC-MS/MS for haloacetic acids and HS-GC-MS for trihalomethanes.

The results obtained pointed out that the specific chemical properties of the oxidant used determine the degradation pathways of the ATBs evaluated, a slight improvement in the capability to remove OMCs by the combination of PAA with natural sunlight and the safety of the treated effluent in terms of no generation of DBPs.

Acknowledgments. The authors gratefully acknowledge MODITRAGUA project (PROYEXCEL_00585) funded by the *Consejería de Universidad, Investigación e Innovación, Junta de Andalucía*, and the ANDROMEDA project (PID2022-140875OB-C31) funded by MCIN/AEI / 10.13039/501100011033 / ERDF, EU. E. Jambrina-Hernández is grateful for her predoctoral grant by PID2022-140875OB-C31, funded by MCIN/AEI/10.13039/501100011033 and ESF+.

P2-145

A Drop Is Enough: High-Sensitivity Lithium Monitoring via DBS/DSS and SS HR-CS GFAAS

A. Doblado-Onieva^{a,b}, E.I. Vereda Alonso^{a,b}, M.M. López Guerrero^{a,b}

^a*Department of Analytical Chemistry, Faculty of Sciences, University of Málaga, Campus de Teatinos, 29071, Málaga, (Spain)*

^b*Instituto Universitario de Materiales y Nanotecnología, IMANA, University of Málaga, Campus de Teatinos, 29071, Málaga, (Spain)*

This study evaluates dried blood spot (DBS) and dried serum spot (DSS) sampling for direct lithium (Li) determination in whole blood and serum using solid sampling high-resolution continuum source graphite furnace atomic absorption spectrometry (SS HR-CS GFAAS). These microsampling techniques are minimally invasive and advantageous for storage and transport. The volume in 3 mm DBS discs was estimated at 3.0 μL , and a modified “precut saturated” approach ensured homogeneous analyte distribution.

Method optimization included selection of the 670.7845 nm Li line, iridium as a permanent modifier, and pyrolysis (950 °C) and atomization (2500 °C) conditions. Calibration using aqueous and Whatman™ disc standards showed negligible matrix effects.

The method achieved detection and quantification limits of 0.25 pg and 5.74 pg. Precision showed relative standard deviations of 1.3–6.2% (intra-day) and 3.5–7.4% (inter-day), with recoveries between 94.3% and 107.4%. Accuracy was validated with certified reference materials, Human Serum SRM 909a-2 (NIST, Gaithersburg, MD, USA), Seronorm™ Trace Elements Whole Blood L-3 (SERO AS, Billingstad, Norway), and CE196 Bovine Blood (TCS Biosciences Ltd., Buckingham, UK).

These results demonstrate a sensitive and reliable method for lithium determination, suitable for clinical monitoring and research.

Acknowledgments

This work has been partially supported by the University of Malaga (II Plan Propio Transferencia y Divulgación Científica; PRO-B4-2025-004, B1–2022_20, D5–2023_08 and E30624, Universidad de Málaga) and CEI MAR CEI-JD-17, the Spanish Ministerio de Ciencia e Innovación Projects PID2021–126794OB-I00 and PID2024-161325OB.I00; and also Junta de Andalucía PPRO-FQM117-G-2023 (FQM117-G-FEDER).

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-146

Microwave-assisted generation of gold nanoparticles for optical detection of ATP degradation products

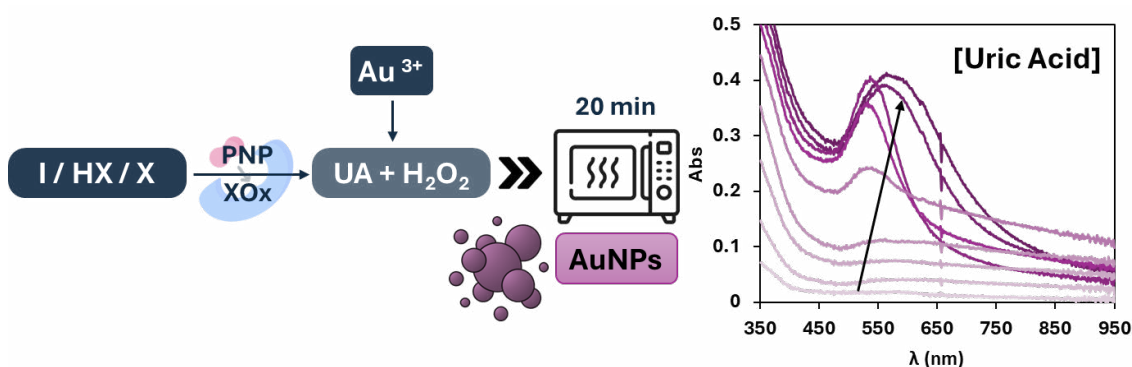
Sonia Alcubierre, Natalia Lázaro, David Usieto, Javier Camacho, Isabel Sanz, Susana de Marcos, Javier Galbán.

*Nanosensors and Bioanalytical Systems Group (N&SB), Analytical Chemistry Department, University of Zaragoza, Spain. Instituto de Nanociencia y Materiales de Aragón (INMA), University of Zaragoza-CSIC. * email: salcubierre@unizar.es*

The degradation of adenosine triphosphate (ATP) after the death of muscle tissue leads to the formation of several metabolites, including inosine (I), hypoxanthine (HX) and xanthine (X), which are widely used as indicators of food freshness. The development of simple analytical methods for their determination remains an important challenge in food quality control. In this work, an alternative strategy based on the in-situ formation of gold nanoparticles (AuNPs) triggered by the enzymatic degradation pathway is proposed.

The metabolites are quantitatively converted to uric acid through the action of the enzymes which participate in the degradation route: purine nucleotide phosphorylase (PNP) and xanthine oxidase (XO). Under appropriate experimental conditions, the combined presence of uric acid (UA) and hydrogen peroxide promotes the formation of AuNPs with characteristic optical properties.

Since nanomaterial formation under conventional heating requires long reaction times, microwave irradiation using a domestic microwave oven was evaluated. This approach drastically reduced the reaction time while maintaining comparable signal intensities, highlighting the potential of microwave-assisted enzymatic formation of metallic nanostructures for rapid optical sensing of ATP degradation products. The influence of several experimental parameters, including buffer composition, pH and Au (III) concentration, was investigated to obtain the most stable and reproducible signals.



Acknowledgements: This work is part of the I+D+i project PID2022-139235OB-I00 funded by MICIN/AEI/10.13039/501100011033 and by FEDER "A way of making Europe," as well as the grants from the Government of Aragón to the research groups E-25_23R.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

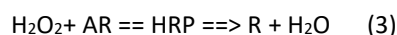
Kinetic study of the enzymatic spectrophotometric determination of xanthine and hypoxanthine: importance of the urate effect.

Javier Camacho-Aguayo, Sonia Alcubierre, Isabel Sanz-Vicente; Susana de Marcos, Javier Galbán

Nanosensors and Bioanalytical Systems Group (N&SB), Analytical Chemistry Department, University of Zaragoza, Spain. Instituto de Nanociencia y Materiales de Aragón (INMA), University of Zaragoza-CSIC. e-mail: javier.camacho@unizar.es

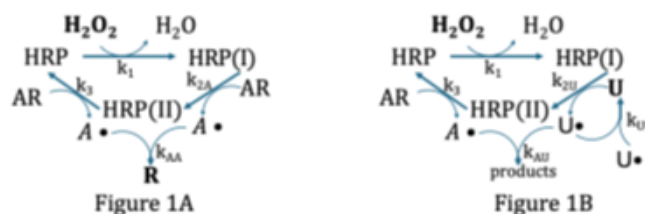
Keywords: food freshness, reactive strips, smartphone-based analysis

The colorimetric determination of Xanthine (Xn) and Hypoxanthine (HXn) is based on their enzymatic oxidation, by O_2 , to produce H_2O_2 and urate (U), coupled to the peroxidase-catalyzed oxidation of Amplex Red™ (AR) to resorufin (Rf). The absorbance of Rf is measured at 520 nm (ϵ_R is the molar absorptivity of Rf).



Although reactions (1)-(3) have a theoretical 100% yield, we have measured significantly lower apparent molar absorptivity of Xn ($\epsilon_{app,Xn}$) and HXn ($\epsilon_{app,HXn}$) than expected ($32000 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ and $76000 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ vs $83000 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ and $166000 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ respectively) according to the stoichiometry of the reaction. To explain this discrepancy, in this communication we present a detailed study of the kinetic mechanism of these coupled reactions. The following conclusions have been obtained:

1) As is known, reaction (3) proceeds through the HRP(I)/HRP(II) catalytic cycle (Figure 1A), where $A^\bullet$ is the AR radical. We demonstrate that U partially interferes (Figure 1B, $U^\bullet$ being the U radical) by: i) competing with AR for HRP(I), and ii) inhibiting Rf formation.



2) The values of $\epsilon_{app,Xn}$ and $\epsilon_{app,HXn}$ are described by a kinetic model, which allows estimation k_{AU} .

$$\epsilon_{app,Xn} = \alpha \epsilon_R \quad \epsilon_{app,HXn} = \left(\frac{3 - 2\alpha}{4(1 - \alpha)} \right) \epsilon_R \quad \text{with } \alpha = \frac{k_{AA}}{2k_{AA} + k_{AU} \sqrt{\frac{k_{AA}}{k_{UU}}}}$$

3) The kinetic effect of U enables its determination based on inhibition on the H_2O_2 /HRP/AR system; the limit of quantification is around 0.1 mM. Under optimal conditions, a linear relationship $1/Abs = f([U]_0)$ is obtained. The theoretical model developed justifies this behaviour and allows to calculate that $k_{2U}/k_{2A} \approx 11$ which explains the interferent effect of U on AR.

4) U is present in clinical samples and can interfere with HRP-based indicating reactions such as (3). Other chromogens (such as TMB) show similar effects. It is important to consider the interference of U in this type of determinations.

Acknowledgments: This work is part of the I+D+i project PID2022-139235OB-I00 funded by MICIN/AEI/10.13039/501100011033 and by FEDER "A way of making Europe," as well as the grants from the Government of Aragón to the research groups E-25_23R.

P2-148

Retirado

Development of a method for the simultaneous quantification of glutathione and glutathione disulfide in cell cultures by isotope dilution and LC-MS/MS

Silvia García Pertierra ^{a,c}, Marta Iglesias Fernández ^{b,c}, Silvia Queipo Abad ^{a,c}, David Hevia Sánchez ^{b,c}, Juan Carlos Mayo ^{b,c}, José Ignacio García Alonso ^{a,c}, Pablo Rodríguez González ^{a,c}

^a Departamento de Química Física y Analítica de la Universidad de Oviedo, Calle Julián Clavería 8, Oviedo 33006, España.

^b Departamento de Morfología y Biología celular de la Universidad de Oviedo, Calle Catedrático Valentín Andrés Álvarez, Oviedo 33006, España.

^c Instituto de Investigación Sanitaria del Principado de Asturias (ISPA), Avenida Hospital Universitario, Oviedo 33011, España.

Glutathione (GSH) is a tripeptide that plays a fundamental role in multiple cellular processes. Under oxidative conditions, two GSH molecules can be oxidized to form glutathione disulfide (GSSG) through a disulfide bond, reflecting the oxidative state of the cell. The regeneration of GSH from GSSG is carried out by the enzyme glutathione reductase, which uses NADPH as a cofactor. This system maintains a high GSH/GSSG ratio indicating a healthy cellular environment with low oxidative stress conditions. Alterations in the GSH/GSSG ratio can be associated with diseases such as diabetes mellitus, Alzheimer's disease and Parkinson's disease, so it can be used as an oxidative stress biomarker. Due to the low concentration of GSSG relative to GSH, its determination represents a major analytical challenge and requires a highly sensitive and reliable method. Several analytical methods have been reported to quantify both forms such as spectroscopic, electrochemical, chromatographic, and electrophoretic techniques. However, many of them suffer from limitations such as low sensitivity, lack of selectivity, time-consuming derivatization, and the risk of artificial oxidation during sample preparation. This work focuses on the development of a method for the simultaneous quantification of both analytes in cell cultures using isotope dilution mass spectrometry. The analysis is conducted using high-performance liquid chromatography coupled to a triple quadrupole tandem mass spectrometer with electrospray ionization (LC-ESI-MS/MS). To prevent glutathione oxidation during sample preparation steps, the thiol group is derivatized using N-ethylmaleimide (NEM), forming a stable GSH-NEM derivative. Optimal conditions for chromatographic separation and ESI-MS/MS detection of GSSG and GSH-NEM, as well as their labelled analogues, are presented. Satisfactory recoveries were obtained in fortified cell culture matrix. The optimized LC-ESI-MS/MS method, combined with NEM derivatization, allows accurate, sensitive, and specific simultaneous quantification of GSSG and GSH-NEM in cell culture samples.

Acknowledgments

Proyect PID2024-159562NB-I00 and PREP2024-002861 financed by MCIU / AEI / 10.13039/501100011033 / FEDER, UE. PID2023-151750NB-I00 and PREP2023-000432.

References

1. Thiel et al. (2023). *J Chromatogr B*, 1225, 123742.

Ultra-Trace Determination of Mercury in Environmental Samples by CVG-ID-ICP-MS

Silvia Queipo Abad^{ab}, Annabella Meana del Soto^b, C. Derrick Quarles Jr. ^c, Aurelien Viscardi ^c, Efrén García Ordiales^d, José Ignacio Barquero Peralvo^e, José Ignacio García Alonso^a, Pablo Rodríguez González^a

^aDepartment of Physical and Analytical Chemistry. Faculty of Chemistry. University of Oviedo. (Spain).

^bMass Spectrometry Unit, Scientific and Technical Services, Severo Ochoa Building, Campus of El Cristo, Universidad de Oviedo 33006, Oviedo, Spain.

^c Elemental Scientific, Inc., 7277 World Communications Dr., Omaha, NE, USA.

^dISYMA Research Group, School of Mining, Energy and Materials Engineering, University of Oviedo, 33004 Oviedo, Spain.

^eIGEA-UCLM Plaza Manuel Meca s/n 13400 Almadén Ciudad Real.

Mercury (Hg) is considered a major environmental contaminant due to its high toxicity, volatility, and strong potential for bioaccumulation. Ultra-trace determination of Hg is required, particularly in drinking water, where regulatory limits are set in the low ppb range. The main limitation of Hg determination by conventional nebulization ICP-MS is the large memory effect caused by adsorption in the sample introduction system, which leads to signal carryover and instability. In addition, volatilization losses during transport to the plasma further compromise accuracy and precision of the results. This study presents a sensitive and robust analytical strategy based on isotope dilution mass spectrometry (IDMS) coupled to a cold vapor generation system (CVG)-ICP-MS which effectively eliminates memory effects. The method relies on the reduction of Hg(II) to elemental Hg⁰ using SnCl₂ in acidic medium, followed by efficient vapor transport to the plasma via a controlled argon flow. ¹⁹⁹Hg-enriched Hg(II) was used as an internal tracer, enabling an effective correction of matrix effects and instrumental variability. The CVG-ICP-MS coupling configuration and instrumental parameters were evaluated and optimized to enhance sensitivity and improve isotopic ratio precision. The method was validated using certified reference materials of diverse matrices (BCR-482, SRM-2974a, CRM-1944, and SRM-955c) showing good agreement with certified values. In fortified aqueous samples (1 pg g⁻¹ to 1 ng g⁻¹), instrumental background levels affected the reliability of measurements at the lowest concentrations (1–2 pg g⁻¹). Nevertheless, accurate and reproducible results were achieved within the 5–100 pg g⁻¹ range. Application to river water samples from the Almadén mining area enabled successful determination of Hg at pg g⁻¹ level. Successful validation and application to real samples demonstrate its suitability for routine monitoring and environmental risk assessment.

Acknowledgments

Project PID2024-159562NB-I00 financed by MCIU / AEI / 10.13039/501100011033 / FEDER, UE is acknowledged.

P2-151

Desarrollo y validación de un método HPLC-ESI-QqQ para la cuantificación de Citarabina e Idarubicina en gotas lipídicas celulares

Helí Potes Rodríguez^{ab}, Rémi Safi^c, Pablo Menéndez^c, Pablo Rodríguez-González^{ab}

^a Departamento Química Física y Analítica, Universidad de Oviedo, Oviedo (España)

^b Instituto de Investigación Sanitaria del Principado de Asturias (ISPA), Oviedo (España)

^c Instituto de Investigación contra la Leucemia Josep Carreras, Facultad de Medicina, Universidad de Barcelona, Barcelona (España)

En el tratamiento contra la leucemia, dos de los principales fármacos son la Citarabina y la Idarubicina [1,2]. Ambos compuestos son activos en el interior de la célula, en particular en el núcleo. Sin embargo, debido a las propiedades fisicoquímicas de dichos compuestos, existe la posibilidad de encapsulamiento por gotas lipídicas celulares lo que puede disminuir la eficacia del tratamiento. La cuantificación precisa de estos fármacos encapsulados en gotas lipídicas es una tarea analíticamente compleja debido a la naturaleza de la matriz. En este trabajo se presenta una metodología analítica basada en Cromatografía de líquidos acoplada a espectrometría de masas en tándem para la determinación simultánea de ambos compuestos en gotas lipídicas celulares. Para ello, la preparación de muestra se optimizó evaluando la composición y el volumen de disolvente orgánico empleado para extraer los analitos los más eficazmente posible de la gota lipídica. Los parámetros instrumentales se optimizaron para alcanzar la mayor sensibilidad y selectividad posible para ambos compuestos. La Citarabina se pudo cuantificar mediante dilución isotópica debido a la existencia de su análogo marcado isotópicamente, mientras que la Idarubicina solamente se determinó por calibrado externo empleando Daunorubicina como patrón interno. Se evaluó la eficacia de los patrones internos empleados a la hora de corregir los efectos de matriz mediante la comparación de los resultados obtenidos con y sin estandarización interna. La metodología se validó evaluando los límites de detección y cuantificación, así como la linealidad, la precisión y la exactitud mediante el análisis de muestras fortificadas.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Instituto de Investigación Sanitaria de Asturias (ISPA) y al Gobierno del Principado de Asturias por la Beca Severo Ochoa BP22-072 concedida a HPR. Los autores también agradecen la concesión del Proyecto PID2024-159562NB-I00 financiado por MCIU / AEI / 10.13039/501100011033 / FEDER, UE.

Referencias

1. Grant. (1997). *Ara-C: Cellular and Molecular Pharmacology*, 72, 197.
2. Minotti et al. (2004). *Anthracyclines: Molecular Advances and Pharmacologic Developments in Antitumor Activity and Cardiotoxicity*, 56, 185.

Comunicaciones tipo póster: sesión 2

P2-152

Fly me to the ... : laser-induced optical, mass and acoustic spectrometries in the context of extraterrestrial missions.

José M. Vadillo^{a,b}, Luisa M. Cabalín^{a,b}, Francisco J. Fortes^{a,b}, Javier Moros^{a,b}, Tomás Delgado^a, Patricia Lucena^{a,b}, Clara Burgos-Palop^{a,b}, Laura García Gómez^a

^aUMALASERLAB, University of Malaga, 29071 Málaga, (Spain)

^bInstituto de Materiales y Nanotecnología (IMANA), Universidad de Málaga, (Spain)

Planetary exploration (in the context of the NASA 2020 or ExoMARS 2028 mission to Mars, or the Artemis missions to Moon) as well as some other to different air-less bodies (asteroids, planetoids ...) represents a challenge for chemical analysis due to non-supervised conditions of the analysis and the extreme environments (temperature and vacuum) that impair conventional wet chemistry methods.. In these situations, direct, non-preparative solid-analysis techniques are the common arsenal to get information about the sample (rocks, soils, aerosols, gases ...). Obviously, laser-induced techniques are among them.

UMALASERLAB has been working in the last 10 years in the development of laser-ablation based technology based on optical emission, acoustic or mass spectrometry adapted to space research in close-contact configuration or in stand-off (remote) approaches. In these last years, the research group has been involved in the NASA 2020 mission with active work in the science behind the Perseverance rover currently in Mars, as well as in the future European Space Agency ExoMARS mission that will land the Rosalind Franklin rover in 2023 at the red planet as well. Additionally, some side-on approaches for Moon analysis are also within the scientific radar of the research group.

The current poster summarizes different results and techniques performed at UMALASERLAB in the context of present and future space missions. Laser-induced breakdown spectrometry (LIBS), Laser-induced Plasma Acoustics (LIPAC), Raman spectrometry and Laser-induced Mass spectrometry will be described and examples will be commented, in different configurations mimicking different extraterrestrial conditions. The experiments performed at stand-off distances (up to 12 meters) under martian conditions have been developed inside the Thermal Vacuum Chamber installed at UMALASERLAB.

References

1. García-Gómez et al. (2025). Scientific Reports, 15, 37808.
2. Wiens et al. (2021). Space Sci. Rev. 217, 4.
3. Álvarez-Llamas et al. (2022). Anal. Chem. 94, 1840.

Advancing trametinib detection: Orbitrap and MSⁿ insights into fragmentation for bioavailability studies

Rama Haddad^a, Encarnación Moyano^a, Laura Ludovica Gramegna^b, Clara Ràfols^a, Susana Amézqueta^a

^aDepartament d'Enginyeria Química i Química Analítica, Universitat de Barcelona (Spain)

^b Stroke Research, Vall d'Hebron Institute of Research, (Spain)

Trametinib is a selective inhibitor of MEK1 and MEK2, key kinases within the MAPK/ERK signaling pathway, and is widely used in the treatment of melanoma and other cancers harboring BRAF mutations [1]. Due to its clinical relevance, accurate quantification of trametinib in biological matrices is essential for pharmacokinetic and bioavailability studies, where precise measurement at low concentrations is required to assess absorption, distribution, metabolism, and elimination profiles. Mass spectrometry (MS), particularly when coupled with liquid chromatography, is the technique of choice owing to its high sensitivity, selectivity, and capability to detect trace levels in complex matrices [2].

However, the fragmentation pathway of trametinib under tandem mass spectrometry conditions remains incompletely characterized. This limited understanding can compromise the reliability of compound identification and quantification, as well as hinder accurate interpretation of metabolite structures. Therefore, a detailed elucidation of its fragmentation behavior is crucial to improve analytical robustness, ensure accurate assignment of product ions, and facilitate the identification of related metabolites

In this work, high-resolution Orbitrap mass spectrometry combined with multi-stage fragmentation (MSⁿ) is applied to elucidate the fragmentation behavior of trametinib in detail. The study compares conventional high-resolution MS/MS data with sequential MSⁿ experiments, enabling a more comprehensive characterization of intermediate product ions and their structural relationships. Integration of these complementary datasets allows the proposal of a refined fragmentation pathway that better matches with the experimental observations. This improved mechanistic understanding enhances confidence in compound identification and supports the development of more reliable bioanalytical methods in line with the reporting requirements for drug repurposing studies that require advanced analytical approaches in new and diverse complex biological matrices.

Acknowledgments: This research was funded by Fundació “La Caixa”, Research Health 2024 call, HR24-00927.

References

1. Thota et al. (2015). *Expert Opin Biol Ther.*, 15, 735
2. Aghai et al. (2020). *Anal Bioanal Chem.*, 413, 599

P2-154

Efficient Water Treatment via Arsenic Removal Using a Novel Magnetic Nanomaterial

M.M. López Guerrero^{a,b}, A. Doblado-Onieva^{a,b}, E.I. Vereda Alonso^{a,b},

^a*Department of Analytical Chemistry, Faculty of Sciences, University of Málaga, Campus de Teatinos, 29071, Málaga, (Spain)*

^b*Instituto Universitario de Materiales y Nanotecnología, IMANA, University of Málaga, Campus de Teatinos, 29071, Málaga, (Spain)*

This study addresses the removal of arsenic species, As(III) and As(V), from contaminated water using a novel functionalized magnetic nanomaterial (M@GO-PSTH). Arsenic is a highly toxic element that poses serious risks to human health, making its elimination from drinking water a critical environmental challenge. The proposed material combines magnetic nanoparticles with graphene oxide and a chelating agent, offering high adsorption capacity, low toxicity, and easy magnetic separation.

The research focuses on evaluating the adsorption performance of the nanomaterial through systematic studies of pH influence, adsorption isotherms, and adsorption kinetics. Experimental results demonstrate that the adsorption efficiency is strongly dependent on pH, with optimal removal observed in near-neutral conditions. Isotherm studies provide insight into the adsorption capacity and mechanism, and kinetic analyses reveal the rate and efficiency of arsenic uptake.

Additionally, desorption experiments were conducted to assess the reusability of the material, highlighting its potential for sustainable application. Overall, the findings indicate that M@GO-PSTH is an effective and promising adsorbent for arsenic removal in water treatment processes, with potential scalability for practical environmental applications.

Acknowledgments

This work has been partially supported by the University of Malaga (II Plan Propio Transferencia y Divulgación Científica; PRO-B4-2025-004, B1-2022_20, D5-2023_08 and E30624, Universidad de Málaga) and CEI MAR CEI-JD-17, EuroMarine/OYSTER, the Spanish Ministerio de Ciencia e Innovación Projects PID2021-126794OB-I00 and PID2024-161325OB.I00; and also Junta de Andalucía PPRO-FQM117-G-2023 (FQM117-G-FEDER).

LipidRT: Improving Lipid Annotations through Retention Time Modeling in Lipidomic

Celia Regal Marques^{1,3}, María Isabel Alcoriza-Balaguer¹, Marta Roca², Juan Carlos García-Cañaveras¹, and Agustín Lahoz^{1,2}

- 1 Biomarkers and Precision Medicine Unit, Medical Research Institute-Hospital La Fe, Av. Fernando Abril Martorell 106, Valencia, 46026, Spain.
- 2 Analytical Unit, Medical Research Institute-Hospital La Fe, Av. Fernando Abril Martorell 106, Valencia, 46026, Spain.
- 3 PhD Student in Biotechnology Program at Universitat Politècnica de València.

Liquid chromatography (LC) coupled with high-resolution mass spectrometry (HRMS) is one of the most widely used analytical platforms in untargeted lipidomics. Lipid annotation commonly relies on MS/MS spectral matching or fragmentation-based rules; however, current workflows still produce a considerable number of false identifications due to incorrect adduct assignment, in-source fragmentation, and limited structural evidence. To address this challenge, we developed LipidRT, a new R package designed to improve lipid annotation by incorporating retention time (RT) as an additional orthogonal variable. LipidRT operates in two complementary stages. First, an automated filtering strategy removes unreliable annotations by analyzing lipid classes prone to in-source fragmentation. Clustering based on RT, carbon number (CN), and double bond content (DB) is used to identify overlapping RT distributions between related lipid classes, retaining only consistent and non-overlapping groups. Within each lipid class, species deviating from expected RT trends according to their structural characteristics are subsequently removed, generating a refined set of high-confidence annotations. In the second stage, RT behavior is modeled for each lipid class as a function of CN and DB, enabling the prediction of RT values for new lipid candidates derived from m/z measurements. New annotations are proposed only when experimental m/z values and predicted RT show strong agreement. In parallel, an interactive Shiny application was developed to facilitate visualization, manual inspection, and expert curation of annotation results. Evaluation across multiple experimental datasets showed that the automated filtering workflow removed approximately 20% of inconsistent annotations, while RT-based prediction generated an additional 15% of plausible lipid identifications. Although the total number of annotations remained similar, the overall confidence and reliability of the results improved substantially. These findings demonstrate that LipidRT provides a robust, flexible, and user-friendly framework for improving lipid annotation through the combined use of m/z and retention time information.



CAI



Salamanka
2026



Agilent



ThermoFisher
SCIENTIFIC



Waters™

ANÁLISIS VÍNICOS

