

# **II REUNIÓN CIENTÍFICA DEL PROGRAMA ANALISYC-II**

**Ref.: S2009/AGR-1464**

**Facultad de Ciencias Químicas (UCM). Madrid, 5 de Abril de 2011**

### Grupo CSIC-AI

- Investigadores participantes:



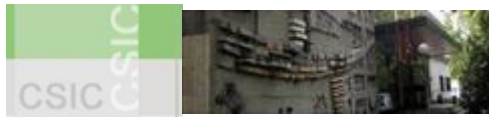
Instituto de Química Orgánica General (CSIC)

María José GONZÁLEZ  
Lourdes RAMOS  
Belén GÓMARA  
Mario FERNÁNDEZ  
Jesús SANZ  
Isabel MARTÍNEZ CASTRO  
MariLuz SANZ  
Jesús QUINTANILLA



Facultad de Veterinaria (UCM)

Carmen SAN JOSÉ  
Belén ORGAZ



Instituto de Ciencia y Tecnología de Alimentos y Nutrición (ICTAN - CSIC)

Graciela BLANCH  
M<sup>a</sup> Luisa RUIZ



Instituto de Química-Física "ROCASOLANO" (IQFR)

Rosa LEBRÓN

## **Grupo CSIC-AI**

- **Objetivos en los que participamos**

- **OBJETIVO 1:** Nuevas metodologías analíticas para la detección de tóxicos emergentes en alimentos.
- **OBJETIVO 3:** Nuevas metodologías analíticas para la determinación de componentes naturales y/o ingredientes autorizados de los alimentos, incluyendo cultivos de leguminosas y cereales o sus derivados, frutos, aceites vegetales, fórmulas alimenticias, alimentos enriquecidos y extractos alimenticios.
- **OBJETIVO 4:** Nuevas metodologías analíticas para evaluar el efecto del procesado de los alimentos sobre su composición, calidad y seguridad.
- **OBJETIVO 5:** Desarrollo y optimización de metodologías de preparación y fraccionamiento de muestras; avances en optimización y validación de datos analíticos; integración de técnicas instrumentales mediante la creación de una plataforma instrumental común (compartida).

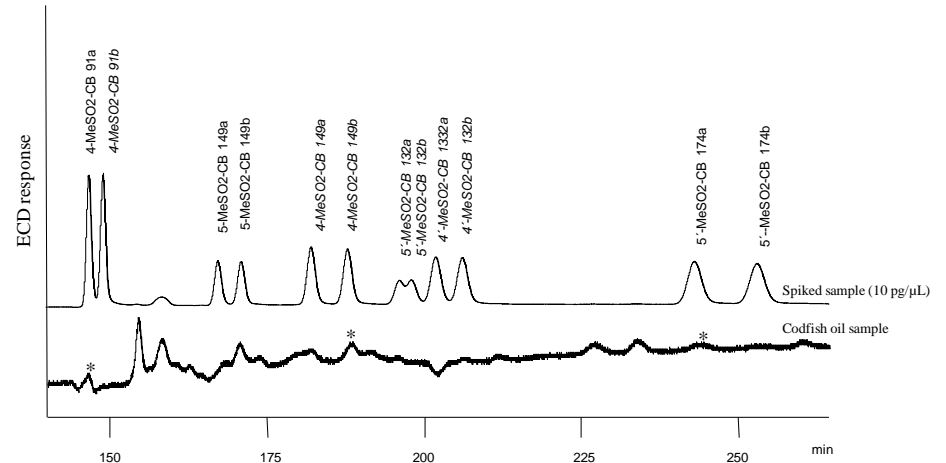
### OBJETIVO 1: Colaboración con UAH (Estancia de Virginia Pérez en nuestro grupo)



### Detección de nuevos contaminantes orgánicos persistentes quirales por MDGC



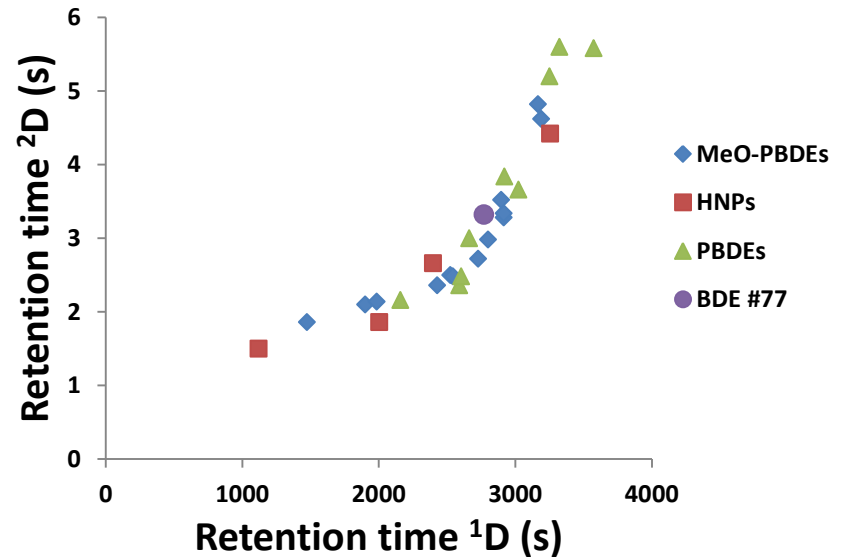
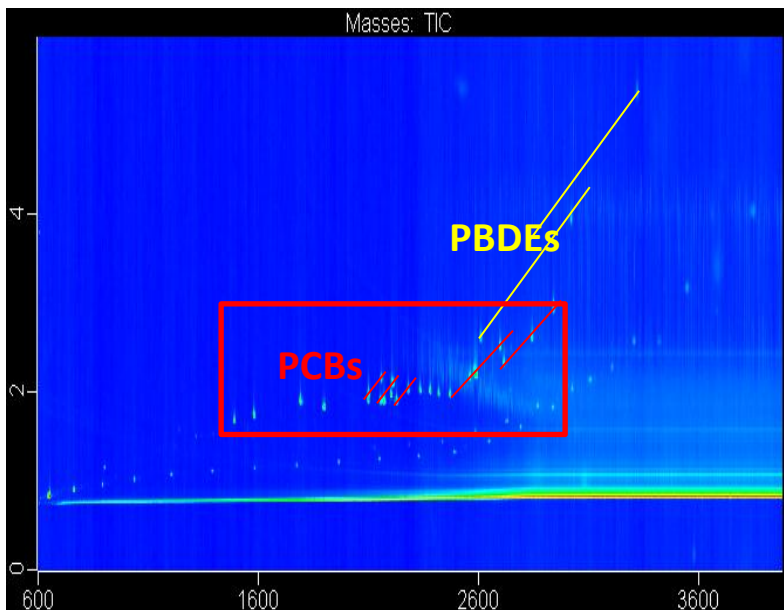
Se ha desarrollado un método que permite la separación simultánea de enantiómeros de bifenilos policlorados quirales y de sus metabolitos metil sulfonados quirales, utilizando cromatografía de gases multidimensional (heart-cut) y una columna quiral BGB-176 SE. El método se ha aplicado al análisis de alimentos



- La metodología desarrollada permite separar 6 PCBs quirales y 6 metabolitos de MeSO<sub>2</sub>-PCB en sus enantiómeros, aplicándose a muestras de productos cárnicos y pescados.
- Se ha encontrado un enriquecimiento enantiomérico de los PCBs 91 y 176 en las muestras de pescado.
- Se han detectado algunos de los enantiómeros de los Me-SO<sub>2</sub>-CB en los alimentos analizados.

### OBJETIVO 1

Desarrollo de un método de GCxGC-ToF MS para el screening simultáneo de diferentes contaminantes organohalogenados en muestras de pescados



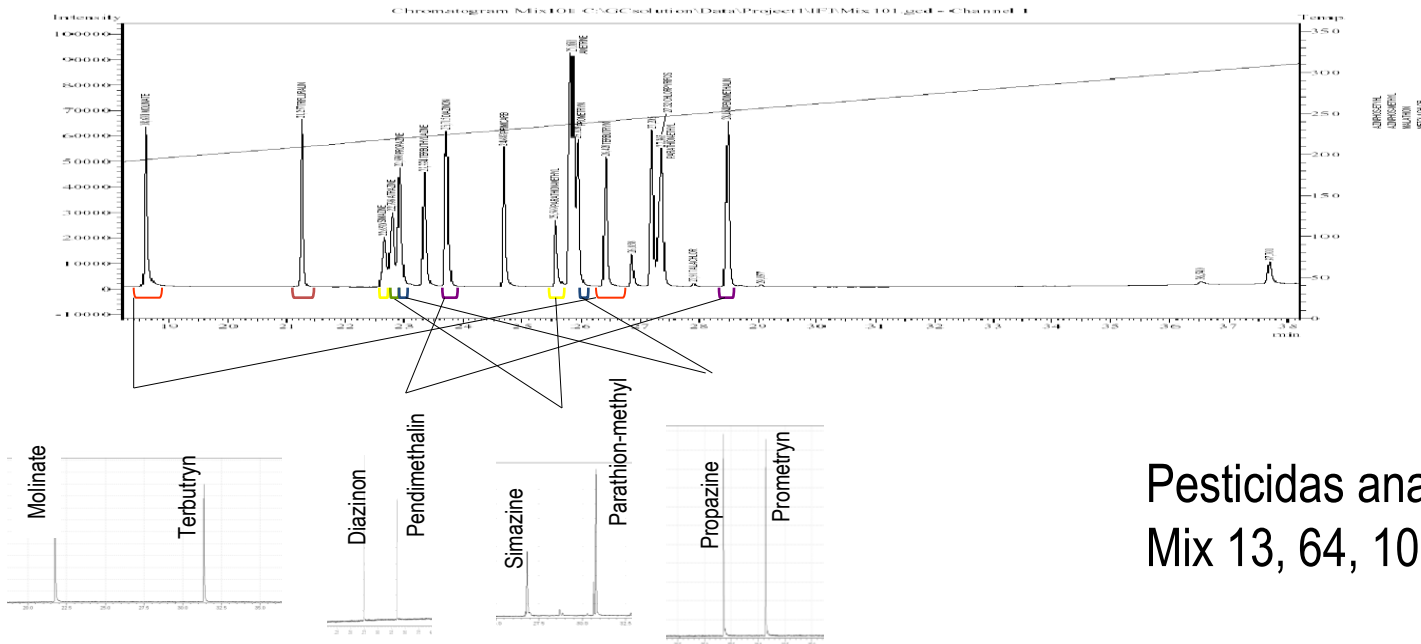
El método desarrollado permite el screening simultáneo de diferentes familias de contaminantes organohalogenados, como PCBs y PBDEs, y de varios compuestos bromados de origen natural.



### **OBJETIVO 1: Convenio de colaboración CSIC-IZASA (empresa)** **Desarrollo de un método para la separación de pesticidas en aguas y zumos mediante MDGC-MS**



### Pesticide Mix 101

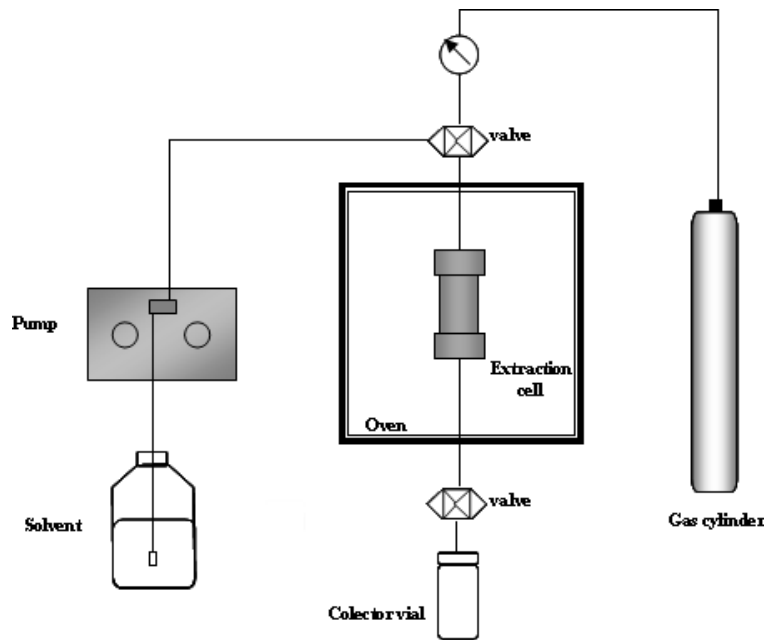


Pesticidas analizados:  
Mix 13, 64, 101, 164 y 235

1D- 60°C, 2min, 12°C/min, 140°C, 6°C/min, 320°C, 5min (TBR5, 30m x 0.25mm id, 0.25µm)  
2D- 90°C, 10min, 12°C/min, 120°C, 3°C/min, 170°C (TBR50, 30m x 0.25mm id, 0.1µm)

### **OBJETIVOS 2 y 5: Colaboración con la empresa Biosearch**

**Desarrollo de nuevas metodologías analíticas para la extracción, fraccionamiento y enriquecimiento de productos bioactivos de uso alimentario a partir de materiales vegetales.**



Resultados presentados, a continuación, por Dña. Sonia Rodríguez.

### OBJETIVO 4: Colaboración entre grupos CSIC-AI y CSIC-AA

Desarrollo de un método para la determinación de Acrilamida en café mediante LC-GC «off-line»

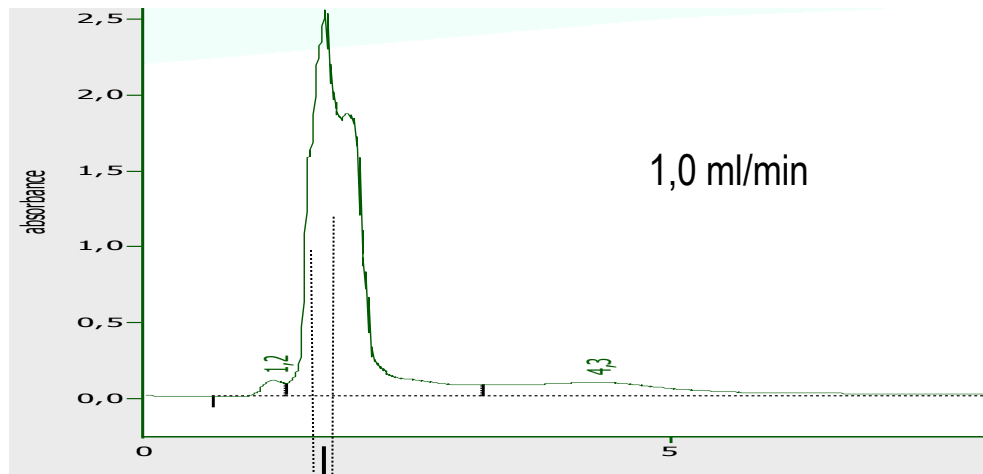


HPLC como técnica de pre-separación sustituyendo las etapas de preparación de muestra tradicionales.

## INYECCIÓN DIRECTA EN HPLC DEL CAFÉ FILTRADO

### • Optimización de la pre-separación en HPLC:

1. Estudio de la composición de la fase móvil
2. Selección del flujo



Fase estacionaria: 10 $\mu$ m-C<sub>6</sub>, 4,6x150mm

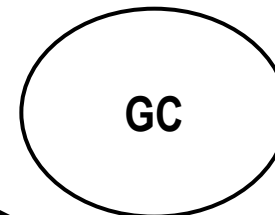
Fase móvil: MeOH/Acetonitrilo

0 min; 80/20

5 min; 90/10

15 min; 100/ 0

Muestra de café sin preparación + acrilamida



### OBJETIVO 5: «Estimación de la respuesta en GCxGC»

**INYECCION** Sair Configurar Ayuda Version

COLUMNA PRIMARIA		
OV1V		
L(m)	d.i.(mm)	d.f.(um)
30	0.25	0.25

TEMPERATURAS DE HORNO PRIMARIO			
	V.Progr. °C / min	Temperatura °C	Tiempo min
Inicial		80	0
Rampa 1	5	250	0
Rampa 2	0	0	0
Rampa 3	0	0	0

Flujos columna primaria	
Pe(bares)	3.63
Vm.(cm/s)	29.71
tM(min)	1.68

Flujos columna secundaria	
Vm.(cm/s)	326.6
tM(seg)	.31
Ps(bares)	0

COLUMNA SECUNDARIA		
BPX50Dis		
L(m)	d.i.(mm)	d.f.(um)
1	0.1	0.1

TEMPERATURAS DE HORNO SECUNDARIO			
	V.Progr. °C / min	Temperatura °C	Tiempo min
Inicial		85	0
Rampa 1	5	255	0
Rampa 2	0	0	0
Rampa 3	0	0	0

Flujos columna secundaria	
Vm.(cm/s)	326.6
tM(seg)	.31
Ps(bares)	0

**VALIDAR** ●

**INYECTAR** ●

**GUARDAR** ●

**PLOT 2D** ●

**SALIR**

TEMPERATURAS DE HORNO SECUNDARIO			
	V.Progr. °C / min	Temperatura °C	Tiempo min
Inicial		85	0
Rampa 1	5	255	0
Rampa 2	0	0	0
Rampa 3	0	0	0

**AUTOMATICO** 5°

Gas portador:  N2  He

P. atmosférica (bares)	
	0.93

P.ent. (bares, g.)	
	2.7

P.ent. (bares, abs.)	
	3.63

P.salida (bares)	
	0

MODULADOR	
Tiempo (s)	6
Temp (°C)	200

0 compuestos en la muestra.

### OBJETIVO 5: «Estimación de la respuesta en GCxGC»



## Grupo CSIC-AI

- Colaboraciones con otros grupos de ANALISYC-II

### Colaboración con la UAH:

**Publicación:** B. Martínez-Girón, A. L. Crego, M. J. González, M. L. Marina. "Enantiomeric separation of chiral polycyclic musks by capillary electrophoresis. Application to the analysis of cosmetic samples". Journal of Chromatography A, 1217 (2010) 1157-1165.

Estancia de **Virginia Pérez (UAH)** en el CSIC-AI. Fecha: 1 Octubre 2010 – 18 Febrero 2011

Unidad Asociada CSIC-UAH

### Colaboración con la UNED:

Estancia de **Alejandrina Gallego (UNED)** en el CSIC-AI. Fecha: 1 Marzo 2010 – 30 Septiembre 2010

### Colaboración con la UCM:

**Congreso:** Miren Pena-Abaurrea, Jon Sanz-Landaluze, Carmen Cámara, Lourdes Ramos. 11<sup>th</sup> International Symposium On Hyphenated Techniques In Chromatography. Brujas, Bélgica. 26 – 29 de Enero 2010. "Miniaturised ultrasonic-based procedure for the simultaneous determination of polychlorinated biphenyls and polybrominated ethers in small samples". (**Póster**)

**Patente:** Dispositivo miniaturizado de extracción mejorado (Nº Solicitud: P201000541)

**Proyecto:** Nuevo método alternativo para la determinación la bioconcentración en estudios de Ecotoxicidad(MMAMM)

Unidad Asociada CSIC-UCM

### Colaboración con CSIC-AA:

**Colaboración en el Objetivo 4 del Proyecto:** Desarrollo de un método para la determinación de Acrilamida en café mediante LC-GC «off-line»

## **Grupo CSIC-AI**

- **Formación**
  - Participación en 5 Masters
  - Participación en 6 cursos de formación
  - 5 Doctorandos
  - 1 DEA + 1 Proyecto fin de carrera
  - 4 estudiantes en formación
- **Internacionalización**
  - Estancia de 1 estudiante de Colombia
  - 2 Proyectos Internacionales (LIFE; UNEP)

## **Grupo CSIC-AI**

- Manifestaciones científicas

- 12** Publicaciones Científicas en revistas del SCI
- 8** Capítulos de libro en editoriales importantes  
(CRC, Springer-Verlag y similares)
- 1** Patente
- 36** Comunicaciones Científicas en Congresos  
(19 Internacionales)

**¡Gracias por vuestra atención!**