

ACTUALIDAD ANALÍTICA

BOLETÍN

de la Sociedad Española de Química Analítica



Número 20, Diciembre 2007

**Sociedad Española de Química Analítica
(SEQA)**

PRESIDENTA

Carmen Cámara
(Univ. Complutense)

SECRETARIA

Yolanda Madrid
(Univ. Complutense)

TESORERO

Enrique Barrado
(Univ. Valladolid)

VOCALES

Vicente Ferreira
(Univ. Zaragoza)

Maite Galcerán
(Univ. Barcelona)

Arántzazu Narváez
(Univ. Alcalá de Henares)

Darío Prada
(Univ. La Coruña)

Alfredo Sanz-Medel
(Univ. Oviedo)

Manuel Silva
(Univ. Córdoba)

Carlos Ubide
(Univ. País Vasco)

José Miguel Vadillo
(Univ. Málaga)

SUMARIO

Diciembre 2007, Número 20

- 3 Resumen de la reunión de la SEQA
- 4 El proceso de enseñanza de la Química Analítica
- 5 I Workshop sobre nanotecnología Analítica
- 5 Miguel Valcárcel ingresa en la Real Academia de Ciencias de Madrid
- 6 Damiá Barceló recibe uno de los Premios Rey Jaime I
- 8 Un ejercicio de colaboración Universidad-Empresa
- 9-11 Comunicaciones premiadas en la XIV Reunión Nacional de la SEQA
- 11 Premio al mejor investigador joven de la SEQA
- 11 Premio Nacional de Fin de Carrera en Químicas

Edita: José Miguel Vadillo

D.L.: MA-1883-2007

La SEQA no asume responsabilidad sobre las ideas u opiniones de las colaboraciones en 

ACTUALIDAD ANALÍTICA

EDITORIAL

Estimados amigos:

a pocos días de las vacaciones de Navidad debéis estar leyendo estas líneas del último número de ACTUALIDAD ANALÍTICA. Ya son veinte las ediciones transcurridas desde sus inicios como “boletín de la SEQA” hasta su nombre actual, y se ha decidido que ya iba siendo hora de dotarle de cierta entidad bibliométrica. Al margen de lo familiar de su distribución, e independientemente de su contenido, se ha decidido dar el paso de perpetuarlo en el Registro Nacional de Publicaciones Periódicas dotándolo de depósito legal (MA-1883-2007) y para el próximo número de Marzo ya estaremos en posesión de nuestro correspondiente ISSN. Nada cambia, desde luego, pero nos ha parecido importante que le demos a nuestra vía de comunicación de trimestral la importancia que se merece.

Al margen de esta información, este número incluye dos grandes noticias que tienen que ver con dos insignes socios de la SEQA: Miguel Valcárcel y Damiá Barceló. Nuestras más sinceras felicitaciones a ambos.

Quiero agradecer desde estas páginas las amables colaboraciones de José Manuel Andrade y de Miguel de la Guardia con este número de ACTUALIDAD ANALÍTICA. Seguimos animando a todos a que colaboréis.

En nombre de la Junta de Gobierno de la SEQA, nos despedimos hasta Marzo en la esperanza de que paséis unas muy felices vacaciones,

Un saludo cordial a todos.

RESUMEN DE LA PRESIDENTA DE LA SEQA SOBRE LA REUNIÓN DE POLLENZA

La XIV Reunión Nacional De La Sociedad Española De Química Analítica tuvo lugar en el inmejorable marco de Pollensa en Mallorca del 1 al 3 de Octubre del presente año. A diferencia de otras reuniones previas, se organizaron dos workshops en los temas de vanguardia de la Química Analítica de Nanotecnología y Bioanalítica. El primero de ellos fue introducido con una excelente conferencia plenaria impartida por el Prof. Miguel Valcárcel quién ofreció una amplia visión sobre el presente y futuro de la nanotecnología analítica y el segundo, liderado por el Prof. Alfredo Sanz Medel, se inició con una conferencia impartida por el Dr. Norbert Jakubowski sobre "Element-coding by use of ICP-MS: A new tool for quantitative proteomics". Con el fin de fomentar el protagonismo e interés de los jóvenes investigadores de nuestro país, participaron en cada una de las sesiones investigadores (pre y post doctorales) de distintos grupos de investigación con una actividad relevante en cada una de las dos temáticas anteriores. Asimismo, se trató de dar una visión multidisciplinar a través de la participación de algún joven investigador en áreas distintas a la Química Analítica. Esta iniciativa originó una limitación importante del número de comunicaciones orales de trabajos de elevada calidad científica. No obstante, y dada la agradable atmósfera que se creó en el Marco del Congreso, las sesiones de pósters constituyeron un marco ideal para discusiones y establecimiento de futuras colaboraciones entre los científicos de nuestra Sociedad.

La tercera sesión dedicada a la docencia se inició con una conferencia plenaria sobre "La Garantía de calidad en la nueva organización de las enseñanzas" impartida por la actual directora de la ANECA, la Prof. Gemma Rauret. Dicha conferencia fue seguida de dos interesantes ponencias sobre la experiencia de seis ediciones de ejercicios de intercomparación para estudiantes y de propuestas de preparar y compartir material docente a través de la web de la SEQA que impartidas por la Dra A.

Sauquillo y por el Prof. I. García Alonso. Se organizó un taller sobre la adaptación del cambio a ECTS organizada por el Prof. Enrique Barrado e impartida por los Doctores Francisco Calviño y Jesús Armengol.

La Asamblea de la SEQA tuvo lugar, como es tradición, en el seno del Congreso. En ella se dio cuenta de las actividades desarrolladas por la Junta Directiva en estos dos últimos años en la que se puso de manifiesto los importantes cambios de los medios de difusión de la Sociedad: el Boletín (editado por el Dr. J. Miguel Vadillo) y la web elaborada por la Dra Arantzasu Narváez, quien expuso el nuevo contenido de la página incidiendo en las novedades y posibilidades de acceso a la revista ABC y disponibilidad de los materiales de referencia existentes en el mercado. Se ha abierto un foro de docencia y se ofrece la posibilidad de que todos los socios puedan acceder y proponer mejoras y sugerencias para aumentar las prestaciones de la página y en definitiva contribuir a su mejora.

Asimismo se puso de relieve la saneada economía de la Sociedad y se animó a los participantes a la propuesta de actividades de interés científico y docente que sean relevantes para los socios y puedan ser subvencionados por la SEQA

En la cena del Congreso se otorgaron los premios concedidos por la SEQA, tras una selección realizada por un comité nominado por la Junta Directiva de la Sociedad, a la investigadora novel y a cada uno de los mejores pósters de las distintas áreas.

Quisiera finalizar agradeciendo al Prof. Victor Cerdá y a todo su grupo su colaboración, dedicación y entusiasmo en la organización de esta Reunión que transcurrió en un marco de relaciones humanas excelentes así como a todos los socios que participaron en la reunión.

Carmen Cámara

EL PROCESO DE ENSEÑANZA-APRENDIZAJE DE LAS MATERIAS DE QUÍMICA ANALÍTICA EN EL GRADO Y POSGRADO

Los días 20 y 21 de septiembre de 2007 tuvo lugar en el Hotel Occidental de Córdoba el Seminario sobre El Proceso de Enseñanza-Aprendizaje de las Materias de Química Analítica en el Grado y Posgrado organizado por el Departamento de Química Analítica de la Universidad de Córdoba (UCO) bajo el patrocinio del Vicerrectorado de Estudios de Posgrado y Formación Continua de la UCO y de la Sociedad Española de Química Analítica. El Seminario contó con una notable asistencia de participantes, superior a 80 matriculados de 22 universidades españolas.

El cambio del sistema de enseñanza-aprendizaje como consecuencia del Espacio Europeo en Educación Superior, y el desarrollo de las nuevas enseñanzas en un marco mucho más flexible que el actual fueron los dos temas diana del Seminario.

Tras la sesión inaugural presidida por el Sr. Rector Magfco. de la UCO en la que intervinieron el Coordinador del Seminario y el Director General de Universidades del MEC, se desarrollaron las diversas ponencias encuadradas en tres secciones:

- 1) Nuevo marco para la Educación Superior en España, presidida por D. Manuel Silva Rodríguez, Coordinador del Seminario,
- 2) Rol de la actual área de conocimiento de Química Analítica en los futuros planes de estudio de grado de Químicas y otros estudios, tales como Bioquímica, Ciencias Ambientales, Farmacia, Ciencia y Tecnología de los Alimentos, entre otras posibles, presidida por D. José Luis Martínez Vidal, presidente de la GRASEQA, y
- 3) El tercer ciclo en la nueva estructura: másteres y doctorado, presidida por el Sr. Vicerrector de Estudios de Posgrado y Formación Continua de la UCO, Ilmo. Sr. D. José Carlos Gómez Villamandos.

En concreto las ponencias presentadas en cada una de estas sesiones fueron las siguientes:

- Nuevo marco legal para la implantación del EEES (Ilmo. Sr. D. Javier Vidal García. Director General de Universidades. MEC)
- La renovación de las metodologías docentes (D. José Luis Pino Mejías. Universidad de Sevilla)
- El diseño de un Plan de Estudio basado en competencias (D. Manuel Galán Vallejo. Universidad de Cádiz)
- La Química Analítica en los Planes de Estudio del Grado (D. Enrique Barrado Esteban. Universidad de Valladolid)
- La Química Analítica en otros Planes de Estudio (D. Eladio Martín Mateos. Universidad de Salamanca)
- El nuevo marco normativo para los estudios de Máster y Posgrado (D. Guillermo Bernabeu Pastor. Asesor DGU del MEC)
- Los estudios de Posgrado en Andalucía (Ilmo. Sr. D. Agustín Riscos Fernández. Coordinador Univ. DGU de la JA)
- La Química Analítica en los Másteres y Doctorados (D. José Barbosa Torralbo. Universidad de Barcelona)

En las sesiones de paneles se presentaron un total de 22 comunicaciones sobre diversos aspectos del Espacio Europeo de Educación Superior.

Quisiera manifestar mi agradecimiento a la UCO y a la SEQA por patrocinar este seminario, a la dedicación de los compañeros del Departamento, Secretaria del mismo Dña. María Soledad Cárdenas, al Prof. Valcárcel, y a los ponentes que aceptaron impartir las charlas.

Manuel Silva

I WORKSHOP SOBRE NANOTECNOLOGÍA ANALÍTICA

El workshop, celebrado los días 16 y 17 de Julio de 2007 en Córdoba, se ha caracterizado por el trabajo intenso de los Comités Científico y Local, que ha permitido que el Programa Científico se cumpliera en su totalidad y que se alcanzaran satisfactoriamente los objetivos marcados inicialmente:

- 1) Identificar los grupos analíticos involucrados en nanotecnología analítica para futuras acciones de cooperación en una temática de gran interés y actualidad;
- 2) Fomentar la incorporación de nuevos grupos analíticos españoles al área de nanociencia/nanotecnología, donde tienen un gran potencial;
- 3) Dar a conocer los trabajos en curso sobre nanociencia/nanotecnología en España y fomentar la cooperación mutua; y
- 4) Presentar las empresas de base tecnológica (EBTs) originadas de la transferencia de nanotecnología de grupos analíticos españoles,

En el workshop se impartieron 11 ponencias invitadas y hubo un total de 45 presentaciones en forma de cartel. Desde un punto de vista científico, puede afirmarse que el nivel español en Nanotecnología Analítica es pujante y competitivo.

La transferencia tecnológica ha sido una temática relevante.

Uno de los problemas organizativos más relevantes es que el número de inscritos, 123 participantes procedentes de 17 universidades) sobrepasó con creces las expectativas iniciales, ya que se trataba del primer encuentro nacional sobre la materia.

Es inexcusable dejar constancia del agradecimiento del Comité Organizador a las entidades patrocinadoras UCO, OTRI-UCO, SEA, SEQA, Junta de Andalucía y MEC, sin cuyo apoyo no hubiese sido posible organizar el workshop.

También debe constatar las consecuencias que ha tenido el workshop:

- 1) Establecer la continuidad del mismo. El II workshop tendrá lugar en Tarragona organizado por la Universitat Rovira i Virgili en primavera de 2008.
- 2) Iniciar los trámites para establecer una Red de Nanotecnología Analítica para ser presentada en las Acciones Complementarias del Plan Nacional de I+D+I 2008-2011.

Miguel Valcárcel

MIGUEL VALCÁRCCEL INGRESA EN LA REAL ACADEMIA DE CIENCIAS DE MADRID COMO MIEMBRO NUMERARIO

El Pleno de la Real Academia de Ciencias Exactas, Física y Naturales de Madrid, en su sesión de 31 de octubre de 2007, ha acordado nombrar Académico Numerario al Prof. Miguel Valcárcel Cases, del Departamento de Química Analítica de la Universidad de Córdoba, primer químico analítico que alcanza esta distinción. El nuevo académico ha sido inscrito en la sección de Ciencias Físicas y Químicas. Su discurso de ingreso está previsto para el año 2008.

La Real Academia de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales fue creada por la Real Orden de 23 de diciembre de 1847, y ha tenido una gran actividad e

impacto en la Ciencia Española durante casi dos siglos. Forman y han formado parte de la misma científicos españoles muy relevantes. Sus esfuerzos sobre divulgación de la Ciencia son una de sus principales actividades en la actualidad, además de publicaciones de gran interés e impacto.

Es un enorme orgullo para la química analítica española ver el nombre de Miguel Valcárcel al lado de insignes de nuestra ciencia contemporánea como Margarita Salas o Jesús Santamaría recogiendo el testigo de antiguos académicos de la talla de Santiago Ramón y Cajal, Enrique Gutiérrez Ríos, Magín Bonet o Enrique Moles.

DAMIÁ BARCELÓ RECIBE EL PREMIO REY JAIME I DE PROTECCIÓN DEL MEDIO AMBIENTE



La XIX edición del Premio Rey Jaime I en su modalidad de Protección del Medio Ambiente, ha sido concedido a nuestro compañero Damiá Barceló en su última edición.

El nombre de los galardonados, dado a conocer por Santiago Grisolia en su condición de Secretario de la Fundación Premios Rey Jaime I, se hizo público en un acto celebrado en el Salón de Corts del Palau de la Generalitat, con la presencia del jefe del Consell, Francisco Camps, y del presidente de la Fundación Valenciana de Estudios Avanzados, Francisco Murcia, entre otras personalidades, entre las que se encontraban algunos de los veinte Premios Nobel que componen los jurados de esta 19 edición, a la que se presentaron un total de 157 candidaturas de toda España.

Damiá Barceló (Lleida, 1954) es doctor en Química Analítica por la Universidad de Barcelona (1984). Desde 1987 desarrolla su actividad investigadora en el Instituto de Investigaciones Químicas y Ambientales de Barcelona (CSIC), donde en la actualidad es jefe del departamento de Química Ambiental.

El premio reconoce su trayectoria científica e investigadora en cuestiones sobre la calidad del agua, en especial, "por su contribución al desarrollo de métodos de control de los contaminantes de las aguas residuales y naturales". En concreto, Barceló ha trabajado con los denominados contaminantes emergentes (pesticidas polares, tensioactivos, disruptores endocrinos y fármacos). El jurado ha reconocido de modo muy especial su labor de formación de jóvenes investigadores y una actividad de edición de textos de análisis y defensa del ecosistema, que hacen de él un ejemplo en el año del Medio Ambiente.

La entrega de los premios tuvo lugar el pasado día 29 de Noviembre en la Lonja de Valencia, en un solemne acto presidido por S.M. el Rey Don Juan Carlos I, al que acompañó el Presidente de la Fundación Premios y de la Generalitat, Francisco Camps y la Alcaldesa de Valencia, Rita Barberá.

El ámbito de los Premios es nacional y se convocan anualmente en seis modalidades: Investigación Básica; Investigación Médica; Protección al Medio Ambiente; Economía, y Urbanismo, Paisaje y Sostenibilidad. Los Premios Rey Jaime I fueron creados en 1989 con el objetivo de aunar, en estudios e investigación, entidades científicas y empresariales para la promoción de la investigación y el desarrollo científico en España. Este año, han formado parte del jurado hasta un total de 20 Premios Nobel, venidos expresamente, algunos de ellos, desde sus países de origen en Estados Unidos, Francia, Italia o Gran Bretaña, para el fallo.



UN EJERCICIO DE COLABORACIÓN UNIVERSIDAD - EMPRESA ORIENTADO A LA SOCIEDAD

Las empresas, como entes sociales, se estructuran para satisfacer necesidades que emanan de la Sociedad y hacia ella dirigen sus actividades y sus beneficios. En la actualidad, la inserción de los temas de protección ambiental y responsabilidad social en las estrategias corporativas de las grandes compañías multinacionales es un hecho que, además de poner de relieve la complejidad de las actividades empresariales, revela una creciente concienciación por la limitación de las actividades con posible impacto negativo sobre la naturaleza. En cuanto a la Universidad, puede afirmarse probablemente simplificando mucho- que es el organismo social de mayor rango encargado de generar y transmitir conocimiento. En consecuencia, una de las líneas maestras de la Universidad debe ser devolver a la Sociedad, en forma de conocimientos y avance social, lo que ésta invierte en la primera. Desde luego, la Química es una ciencia que tradicionalmente ha tenido esta vinculación y, sin duda, la Química Analítica ha sido abanderada en ella.

El 13 de noviembre de 2002 se observan las primeras imágenes de un buque tanque con una vía de agua en el costado de estribor, la cual se iría abriendo paulatinamente. Al día siguiente, y tras la evacuación de parte de sus tripulantes, el buque deriva sin máquinas en plena tormenta hasta quedar a sólo 5 millas de costa. Los esfuerzos del personal de salvamento y los remolcadores gallegos consiguen evitar el posible embarrancamiento. A partir de ese momento sucesivos cambios de rumbo, no siempre por razones evidentes, provocan la (esperada) ruptura del casco por los enormes esfuerzos mecánicos a los que se somete la zona central de la quilla y del casco. El día 19 de noviembre a las 8h el buque se parte en dos a 133 millas al OSO de cabo Finisterre, vertiendo unas 10.000 Tm de fuel, que se suman a los liberados desde el 13 al 19 (estimados en 25.500 Tm). Proa y popa se hundieron con unas 41250 Tm, de las cuales sobre 26000 se liberaron a través de escotillas y grietas. Meses después, la mayor parte del fuel remanente en los pecios (unas 13.800 Tm) es recuperado por Repsol-YPF en una acción técnica sin precedentes en la exploración y rescate a grandes profundidades..

Los hechos resumidos se traducen en sucesivas "mareas negras" sobre la costa Gallega y, en menor extensión, norte de España y SO de Francia, con el consiguiente desastre ecológico. La Sociedad Española se moviliza para ayudar en la limpieza y regeneración de las zonas afectadas, destacando la aportación desinteresada y espontánea de sinnúmero de voluntarios (la

llamada "marea blanca", como obvia contraposición a la "negra") y personal científico-técnico.

Pocos días después del accidente, el Grupo de Química Analítica Aplicada de la Universidad de A Coruña (QANAP) y el Complejo Industrial de Repsol Petróleo en A Coruña acuerdan establecer líneas comunes de actuación en torno a la caracterización y evolución del fuel vertido. La colaboración técnica que desde el primer momento prestó Repsol-YPF (con la cual ni el buque ni la carga tenían relación) para paliar el problema se vió extendida, así, al campo científico. Sin duda, a ello no fue ajena la colaboración que ambas instituciones mantenían desde hacía años y el deseo de que esa relación Universidad-Empresa se materializase en un nuevo beneficio inmediato para la la vigilancia y protección ambiental y, por ende, para la Sociedad

El grupo conjunto de trabajo establecido comienza sus tareas de forma casi inmediata y, posteriormente, presentan su proyecto al Ministerio de Educación y Ciencia (Convocatoria de Acciones Estratégicas de Vertidos Marinos). Tanto en esa convocatoria como en dos posteriores se consiguen las ayudas FIT-050100-2003-4, FIT-310200-2004-106 y CIT-310200-2005-37. El título genérico del proyecto era "Estudio de procesos de envejecimiento y evolución de vertidos de hidrocarburos en el medio ambiente marino". Adicionalmente, se han continuado realizando actividades de investigación a lo largo de los años 2006 y 2007.

A continuación se resumen las principales líneas de trabajo llevadas a cabo en este proyecto, alguna de las cuales está siendo ultimada en la actualidad.

- 1.- Implementación de metodologías analíticas rápidas y fiables para realizar labores de screening, basadas en el uso de la espectrometría FTIR, zona media, mediante Reflectancia Total Atenuada.
- 2.- Implementación de metodologías analíticas para caracterizar detalladamente las muestras de hidrocarburos, basadas en la cromatografía de gases con detección FID y MS. Estudio de robustez y parámetros analíticos.
- 3.- Diseño de recintos adecuados para realizar vertidos a escala piloto y monitorizar la evolución de los productos en el tiempo.
- 4.- Toma de muestras en el litoral gallego, con objeto de determinar la procedencia de las capas de hidrocarburos arribadas a costa (en especial, su relación con el vertido del Prestige). Recopilación de una colección amplia de crudos de petróleo que circulan habitualmente frente a la costa gallega.

Recopilación de un conjunto de productos típicos de refino que pueden presentar problemas de vertidos en el mar.

5.- Realización de estudios quimiométricos multivariantes para caracterizar cada uno de los productos estudiados, el fuel del Prestige y la evolución en el tiempo de los mismos. Establecimiento de pautas de diferenciación.

6.- Realización de estudios quimiométricos de selección de variables para determinar un conjunto pequeño de sustancias trazadoras que permitan diferenciar los productos estudiados y, en particular, diferenciar las muestras procedentes del Prestige. Monitorización de un vertido.

7.- Diseño e implementación de una interfaz (software) que integre la recogida de datos procedentes de la etapa analítica, los estudios quimiométricos y la presentación de conclusiones finales.

Claramente, los objetivos 1 y 2 reciben máxima prioridad. De hecho, a lo largo del primer año de trabajo se implementan y estudian los métodos analíticos, en buena medida derivados de protocolos internacionales y/o adaptación de guías ASTM, dada la acuciante necesidad de estandarización de los protocolos empleados y la necesaria comparabilidad de los resultados generados.

Los objetivos 3 y 4 se solapan en buena medida con los primeros ya que la toma de muestra no podía ser postpuesta. Además, y ante la sucesión de acontecimientos, habrá de continuarse durante los años posteriores (2003-2006) ya que en las playas siguen apareciendo restos de hidrocarburos.

Los objetivos 5 y 6 están muy relacionados y son, obviamente, posteriores a todas las etapas anteriores. En estos momentos se está finalizando la fase 6 y se trabaja a buen ritmo sobre la 7 (que ha sido un reto posterior afrontado por el grupo de trabajo).

De los resultados obtenidos hasta el momento puede destacarse el hecho de que un buen número de muestras recogidas entre los años 2003 y 2006 no se corresponden con el fuel del buque Prestige. Algo que pone de manifiesto, de manera objetiva, la permanente existencia de descarga ilegal de lastre contaminado, limpieza de sentinas y otras prácticas perniciosas para el medio ambiente marino.

Como conclusión, y más allá de los resultados científicos, debe constatarse una vez más que la colaboración Universidad-Empresa ofrece buenos resultados a corto plazo. También se verifica que la Química Analítica es una ciencia aplicada, con una enorme repercusión social (si bien no muy reconocida, con cierta frecuencia) y que, unida al esfuerzo decidido de las empresas, puede alcanzar resultados que repercuten directamente en beneficio de los diferentes ámbitos que conforman la Sociedad: científico, técnico, empresarial, administrativo, protección social, etc. No en vano, cualquier metodología analítica exacta, precisa y realizable en un tiempo prudencial (a un costo asequible) es un pilar crítico en la vigilancia y control de cualquiera de los aspectos en los que se fundamenta nuestra existencia (medio ambiente, alimentación, salud, etc.).

AGRADECIMIENTOS

Se agradece la financiación del Ministerio de Ciencia y Tecnología y del Ministerio de Educación y Ciencia, programas Profit.

Deseamos también manifestar nuestro reconocimiento a quienes nos han ayudado, directa o indirectamente, tanto en Repsol-YPF, como en la Fundación Universidade da Coruña y en el Departamento de Química Analítica de la Universidad de A Coruña.

José Manuel Andrade

MIEMBROS DEL GRUPO DE TRABAJO

Repsol-YPF en A Coruña

Laboratorio Analítico
Complejo Industrial de Repsol Petróleo
Polígono de Bens, A Coruña

Francisco Ramírez Villalobos
Juan Rico Caínzos
Ramón Pérez Sobreira

Universidad de A Coruña

Grupo de Química Analítica Aplicada
Campus da Zapateira s/n, 15071, A Coruña.

Darío Prada Rodríguez
Soledad Muniategui Lorenzo
Purificación López Mahía
José Manuel Andrade Garda
Alatzne Carlosena Zubieta
Raquel Fernández Varela
María Paz Gómez Carracedo
Patricia Fresco Rivera

COMUNICACIONES PREMIADAS EN LA XIV REUNIÓN DE LA SOCIEDAD ESPAÑOLA DE QUÍMICA ANALÍTICA

DEVELOPMENT OF A DNA SENSOR BASED ON THIOLATED ESCHERICHIA COLI LAC Z GENE PROBES SELF-ASSEMBLED MONOLAYERS MODIFIED GOLD SCREEN PRINTED ELECTRODES

Oscar A. Loaiza, Susana Campuzano, María Pedrero, and José M. Pingarrón.

Dpto. Química Analítica, Facultad de CC. Químicas

Universidad Complutense de Madrid, E-28040 Madrid, Spain. E-mail: pingarro@quim.ucm.es

An electrochemical DNA sensor based on immobilization of a thiolated 25 base single stranded probe, specific to E. coli lac Z gene, onto screen printed gold electrodes is described. The capture probe is attached through the strong gold-sulphur interaction, and mercaptohexanol (MCH) is used as spacer for the displacement of non-specifically adsorbed oligonucleotide molecules.

The biosensor allows the enhancement of the efficiency of the DNA hybridization process with the complementary target on the gold surface. The hybridization is detected by square wave voltammetry of methylene blue intercalated to hybridized DNA. The approach provides quick (< 3 h), sensitive (target DNA detection limit of 0.60 ng without amplification), and convenient methodology for the quantification of E. coli, which, moreover, allows the detection of mismatch oligonucleotides.

EXPLORACIÓN DEL POTENCIAL DEL ICP-MS COMO SISTEMA DE DIAGNÓSTICO EN LA SÍNTESIS DE QUANTUM DOTS

A.R. Montoro Bustos, M.T. Fernández Argüelles, J. Ruiz Encinar, J.M. Costa Fernández, A. Sanz Medel

Grupo de Espectrometría Analítica, Departamento de Química Física y Analítica

Universidad de Oviedo, C/ Julián Clavería 8, 33006 Oviedo.

Un importante desarrollo de extraordinario potencial y de gran actualidad en nuestra sociedad está protagonizado por el empleo de nuevos materiales sintetizados en tamaño nanoparticulado. Este tipo de materiales presentan interesantes funcionalidades y un rendimiento superior en numerosas aplicaciones, demostrando ser esenciales a la hora de impulsar la innovación en un gran número de tecnologías, dispositivos y sistemas. En esta línea podemos afirmar, sin duda, que el empleo de las nanotecnologías puede conducir a una verdadera revolución en el desarrollo de nuevas metodologías de análisis bioquímico.

Así, de forma particular, los "quantum dots" (QDs) (nanopartículas semiconductoras, habitualmente con un núcleo de CdSe o CdS) están experimentando un gran interés en bioanálisis, resultando especialmente adecuados para el desarrollo de nuevos (bio)sensores y "marcas" fluorescentes []. En efecto, debido a su reducido tamaño (típicamente con dimensiones entre 2 y 8 nm) estos materiales exhiben unas propiedades optoelectrónicas características debido a efectos de confinamiento cuántico. Así, estos materiales inorgánicos, cuando se sintetizan en dimensiones nanométricas, desarrollan una emisión fluorescente muy intensa. Además, cuando se comparan con las moléculas orgánicas fluorescentes habitualmente usadas como marcadores luminiscentes, los quantum dots presentan una serie de importantes ventajas entre las que cabe destacar los elevados rendimientos cuánticos (dando lugar a señales de emisión muy intensas), los estrechos espectros de emisión luminiscente (típicamente con fwhm~30 nm) ó la mayor resistencia a fenómenos de fotodescomposición. Pero quizás, la propiedad más estudiada y aplicada de los QDs es la capacidad que éstos presentan de modificar la longitud de onda máxima de emisión luminiscente simplemente controlando el tamaño y naturaleza de la nanopartícula.

Es preciso señalar que a la hora de llevar a cabo la caracterización y cuantificación de los QDs, las técnicas más habitualmente empleadas son aquellas basadas en medidas espectrofotométricas y de microscopía de transmisión electrónica, que son bastantes imprecisas y no proporcionan información cuantitativa del contenido elemental de la nanopartícula.

En la presente comunicación se propone el empleo del ICP-MS como herramienta analítica para determinar el contenido elemental de los QDs, a través de la cuantificación exacta, precisa y específica del contenido de Cd y Se presente en las nanopartículas, tras un tratamiento de muestra rápido y sencillo.

La información obtenida con la metodología aquí desarrollada permitirá, de esta manera, profundizar en el conocimiento y optimización de la síntesis de los QDs, aportando información clave sobre la evolución temporal tanto de la estequiometría elemental como de su rendimiento absoluto en la síntesis de la nanopartícula. En la comunicación se recoge además una discusión sobre la posibilidad de utilizar la información obtenida con el fin de investigar con exactitud el número de átomos de cada elemento por nanopartícula así como la relación de dicho contenido con el diámetro y propiedades fluorescentes del QD sintetizado.

De entre las distintas conclusiones derivadas, se podría destacar que la utilización de la técnica ICP-MS junto con la dilución isotópica proporciona medidas útiles para abordar la cuantificación absoluta y precisa del contenido elemental de Cd y Se en los QDs, permitiendo conocer el rendimiento de la incorporación de dichos elementos y las relaciones molares entre ellos. Los resultados obtenidos mediante técnicas ópticas (moleculares), complementan los obtenidos con técnicas elementales (ICP-MS) y nos permiten relacionar el contenido de los elementos con el número de nanopartículas presentes, obteniendo así la estequiometría elemento nanopartícula.

IDENTIFICACIÓN Y MIGRACIÓN DE COMPUESTOS DE DEGRADACIÓN DE FILMS MULTICAPAS DE POLIAMIDA 6 USADOS PARA PRODUCTOS CÁRNICOS Y QUESO ESTERILIZADOS CON RADIACIÓN GAMMA

J. S. Félix, M. Monteiro, J. E. Manzoli, M. Padula, D. Pezo, J. Romero, C. Nerín

Departamento de Química Analítica, CPS - Universidad de Zaragoza

María de Luna 3 - Edificio Torres Quevedo, E-50018 Zaragoza

Se estudian los compuestos de degradación producidos durante la irradiación con Rayos gamma de films multicapa de poliamida 6 en dosis de 3, 7 y 12 kG. LA extracción de los componentes se realizó por SPME empleando GC-MS para su identificación y cuantificación. Mediante un diseño experimental se optimizaron los parámetros que pueden afectar SPME, tiempo de extracción, temperatura de extracción y agitación. Los compuestos se cuantificaron en agua y etanol 95% empleados como simulantes de alimentos en ensayos de migración y se validó el procedimiento en estos medios. La fibra de PDMS dio los mejores resultados en la extracción. Las condiciones óptimas de tiempo, temperatura y agitación para

extraer los compuestos fueron 20 minutos, 80°C y 225 rpm. Los resultados de la validación mostraron alta sensibilidad, precisión y exactitud. Además, se identificaron caprolactama, 2-ciclopentilciclopentanona y aldehídos entre otros, mediante SPME-headspace-GC-MS de los films. El estudio de migración en los simulantes de alimentos agua y etanol 95% de los compuestos desde films multicapa de poliamida 6 irradiados y no irradiados se realizó a 40°C durante 10 días.

El método fue eficiente para cuantificar decaldeído, 2-ciclopentilciclopentanona y caprolactama que migraron desde los films multicapa de poliamida 6 a los simulantes de alimentos.

ANÁLISIS DIRECTO DE TRIMETILAMINA EN PRODUCTOS PESQUEROS POR GENERACIÓN DE FASE VAPOR ACOPLADA A ESPECTROMETRÍA INFRARROJA

Miguel Ángel Sánchez, Marco Ries, Sergio Armenta, Salvador Garrigues y Miguel de la Guardia
Departamento de Química Analítica. Universitat de València (EG)
Edificio Jeroni Muñoz. C/ Dr. Moliner 50. 46100 Burjassot (Valencia) España

La TMA se produce durante el deterioro del pescado como consecuencia de la reducción bacteriana del óxido de trimetilamina (OTMA) mediante la enzima OTMA-reductasa. Por tanto, una medida del contenido de TMA en productos pesqueros permite evaluar objetivamente la calidad higiénico-sanitaria y el nivel de frescura de los mismos. Niveles de TMA inferiores a 1 mg/100 g suponen un pescado de calidad, mientras que para el pescado conservado en hielo los límites de aceptabilidad de TMA son de 10-15 mg/100 g.

El método oficial de determinación de TMA propuesto por la AOAC se basa en una extracción con ácido tricloroacético, la adición de formaldehído para eliminar interferencias y su alcalinización previamente a la extracción con tolueno. Después de secar la fase orgánica, se adiciona ácido picrico y se determina colorimétricamente el complejo formado.

La TMA es un compuesto con un bajo punto de ebullición (2,9°C) que puede separarse con relativa facilidad de una disolución acuosa mediante generación de fase vapor y obtener su espectro IR en fase gas. En este trabajo se han estudiado diferentes tratamientos de la muestra para la determinación de TMA en productos pesqueros mediante espectrometría FT-IR con generación de fase gas. Estas propuestas son una alternativa a los métodos existentes y tienden a simplificar al máximo la manipulación de la muestra y reducir el consumo de reactivos y la generación de residuos.

Se han comparado dos estrategias basadas en el empleo de ácido tricloroacético (TCA) y de hidróxido sódico para el tratamiento de las muestras.

En la primera de ellas, una pequeña cantidad del pescado se pesa y se trata directamente con TCA en un vial de vidrio cerrado. Se introduce una alícuota del extracto para la generación, separación y medida en línea de la TMA. Para acelerar el proceso de extracción de TMA con el TCA se puede utilizar un baño de ultrasonidos.

La segunda estrategia se basa en el tratamiento directo de la muestra con NaOH en un vial de vidrio y posterior separación de la TMA mediante arrastre directo con una corriente de nitrógeno y medida en continuo de la señal IR. Se usa un montaje sencillo en el que solamente es necesario el calentamiento del vial para asegurar una adecuada extracción de la TMA y un eficiente arrastre de la misma sin prolongar el tiempo de medida.

Se analizaron muestras de diferentes tipos de pescado y crustáceos por ambos procedimientos, encontrándose que el tratamiento directo con NaOH proporcionaba contenidos más elevados. Tras comprobar que la utilización de NaOH no producía una transformación del OTMA presente en el pescado en TMA, se concluyó que estos resultados más altos podían deberse a que el empleo de NaOH produce una disgregación completa de la muestra, resultando por tanto más efectiva la extracción que cuando se utiliza TCA.

Con estos nuevos métodos se simplifica la manipulación de las muestras, se suprime la utilización de TCA y se reduce la cantidad de reactivo. Los estudios en curso se centran en el diseño y desarrollo de un dispositivo portátil que, mediante el empleo de sistemas LEDs, permita la realización in-situ de los análisis del contenido de TMA.

ELECTROCHEMICAL EXTRACTION OF LIGHT Lns ON A W ELECTRODE AND SOLUBILIZATION STUDIES OF LnsOy IN THE EUTECTIC LiCl-KCl

M.R. Bermejo, E. Barrado, M. Herguedas, A.M. Martínez and Y. Castrillejo
Dpto de Química Analítica. Facultad de Ciencias. Prado de la Magdalena s/n. 47005 Valladolid Spain

Existe un enorme interés a nivel mundial en el desarrollo tecnológico de un nuevo ciclo del combustible nuclear, denominado ciclo avanzado, que garantice una mejora de la sostenibilidad, incluyendo una minimización de los residuos generados así como de su radiotoxicidad. En este sentido, el reciclado o destrucción (transmutación) de los actínidos (Ans) presentes en los combustibles irradiados, convirtiéndolos en nucleidos estables o de vida corta, reduciría el volumen de los residuos, su inventario radiotóxico, así como su tiempo de almacenamiento [1], disminuyendo al mismo tiempo el riesgo de proliferación nuclear. No obstante, antes de llevar a cabo la transmutación, es necesario separar los actínidos minoritarios (MAns) de otros productos de fisión (PFs), especialmente de los lantánidos (Lns), ya que si no se separan los Lns absorberían eficazmente los neutrones impidiendo que fuesen capturados por los actínidos transmutables.

Desgraciadamente, la separación de los MAs de los Lns no es una tarea fácil, debido a la cantidad de Lns en los productos de fisión y la similitud en sus propiedades químicas. No obstante, los esquemas de separación piroquímica utilizando sales fundidas y metales fundidos parecen ser los más adecuados [3-4] para un reciclado homogéneo de los Ans. Tales métodos de reproceso, pueden concebirse racionalmente vía un análisis termodinámico basado en un conocimiento profundo de la química y electroquímica de los Ans y Lns en sales fundidas, siendo importante considerar que tras varios ciclos de separación la sal fundida ha de ser descontaminada de los PFs que se han ido acumulando en ella. En este Área el grupo de Sales Fundidas de la Universidad de Valladolid viene trabajando en un Programa de Investigación en el cual se contemplan dos Etapas-Procesos, correspondientes a i) la extracción selectiva de Ans, y ii) la extracción de Lns para la descontaminación del medio salino. Nuestros estudios se

centran por lo tanto en la adquisición de datos básicos de Lns ligeros y pesados que nos permitan un diseño conceptual y una valoración de los procesos de reproceso, estando involucradas como etapas de separación, la electroextracción vía cátodos inertes (p.e W) y reactivos (p.e Cd o Bi como cátodos líquidos y Al como sólido), extracción con metales líquidos, y precipitaciones/disoluciones selectivas.

El trabajo presentado está relacionado con las propiedades químicas y el comportamiento electroquímico de lantánidos ligeros La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu y Gd en la mezcla eutéctica LiCl-KCl. Las condiciones más adecuadas para llevar a cabo solubilizaciones o precipitaciones selectivas de los óxidos y oxiclорuros de los lantánidos estudiados, se pueden predecir utilizando los diagramas tipo Pourbaix generalizados (GPTD), E-pO₂-, de los compuestos Lns ligeros-O y los de diversas mezclas gaseosas clorurantes, permitiéndonos a su vez proponer los principales esquemas de los procesos de separación piroquímica Ans/Lns. Para la construcción de estos diagramas se necesitan los siguientes datos: i) Potenciales normales aparentes de los diversos sistemas electroquímicos, los cuales se obtienen a partir de medidas de f.e.m.(p.e. La,Ce,Pr, Gd), o a partir de la simulación de voltamperogramas experimentales (p.e. Nd,Sm, Eu), y ii) información acerca de la estabilidad de los diferentes cloruros y oxiclорuros. Dicha información se obtuvo experimentalmente mediante valoraciones potenciométricas monitorizadas con un electrodo de ZrO₂-Y₂O₃, selectivo a los iones O₂-.

La reacción electrónica en la superficie de un electrodo inerte de W también se estudió mediante la utilización de diversas técnicas electroquímicas de pulsos (CV, ASW, CP y CA). En el trabajo se determinan los parámetros cinéticos correspondientes a la transferencia de carga y los coeficientes de difusión.

AUTOMATIC IN VITRO DETERMINATION OF HYPOCHLOROUS ACID SCAVENGING CAPACITY EXPLOITING MULTISYRINGE FLOW INJECTION ANALYSIS AND CHEMILUMINESCENCE

Luis M. Magalhães, Marcela A. Segundo, Salette Reis, José L. F. C. Lima, José Manuel Estela, and Víctor Cerdà
Department of Chemistry, Faculty of Sciences, University of the Balearic Islands, Carretera de Valldemossa Km 7.5
E-07122 Palma de Mallorca, Illes Balears, Spain

In the present work, a chemiluminometric automatic flow methodology for the in vitro determination of hypochlorous acid scavenging capacity is proposed, aiming its determination in pH and concentration conditions similar to those found in vivo. As the pH found in physiological conditions (7.4) and the pH required for the CL detection reaction (> 10) are different, the multisyringe flow injection analysis features were exploited here to perform the in-line reaction of HOCl and the scavenger molecule at physiological pH (or at the pH of CL detection, for comparison purposes) prior to reaction of the remaining HOCl with luminol at alkaline conditions. These two reactions were

carried out in about three seconds, allowing the determination of fast reacting antioxidants, in a timeframe closer to in vivo generation of HOCl when compared to previously described methods. The developed method was applied to non-steroidal anti-inflammatory drugs of different chemical families, and positive controls (cysteine, gallic acid, lipoic acid). The HOCl scavenging reaction was evaluated at pH 7.4 and 10.0; different results were found for oxamic derivatives, providing evidence that the pH of in vitro methods should be carefully selected to allow assumptions about putative in vivo effects.

PREMIO AL MEJOR INVESTIGADOR JOVEN DE LA SOCIEDAD ESPAÑOLA DE QUÍMICA ANALÍTICA

El jurado elegido por la Junta de Gobierno de la SEQA para evaluar los CV de los candidatos aspirantes, decidió otorgar el Premio al mejor Investigador Joven a Doña Carolina Simó Ruiz. La Dra. Simó cursó la Licenciatura de Químicas en la Universidad San Pablo CEU de Madrid, terminando sus estudios en el año 2000. Se incorpora en ese mismo año al Instituto de Fermentaciones Industriales del CSIC y realiza su tesis doctoral con la dirección de Coral Barbas y de Alejandro Cifuentes. Su línea de investigación está centrada en el uso de la electroforesis capilar para el análisis de alimentos y aplicaciones de proteómica mediante el uso de distintos detectores ópticos y de masas. Defiende su Tesis Doctoral en el año 2005, trasladándose a la Facultad de Ingeniería de los Procesos Industriales del Instituto Politécnico de Milán como investigador postdoctoral.

Su productividad científica hasta la fecha se resume en una treintena de artículos de investigación y de revisión en revistas de elevado impacto científico Journal Of Chromatography, Electrophoresis y Analytical Chemistry.

Algunas de las publicaciones más relevantes son las siguientes:

- C. Simó, R. González, C. Barbas, A. Cifuentes, "Combining peptide modelling and capillary electrophoresis-mass spectrometry for fast characterization of enzymes cleavage patterns: Recombinant vs. Natural bovine pepsin A", Analytical Chemistry 77 (2005) 7709-7716

- C. Simó, A. Rizzi, C. Barbas, A. Cifuentes, "Chiral capillary electrophoresis-mass spectrometry of amino acids in foods", Electrophoresis, 26 (2005) 1432-1441

La Dra. Simó ha realizado varias estancias durante su periodo pre- y postdoctoral en centros de investigación de Austria, Canadá y la realizada en la actualidad en Italia.

Desde estas páginas la felicitamos muy sinceramente por la concesión de este premio que augura muchos éxitos profesionales.

SERGIO GARMÓN LOBATO, PRIMER PREMIO NACIONAL DE FIN DE CARRERA DE QUÍMICA



Sergio Garmón Lobato, becario predoctoral en el Departamento de Química Analítica de la Universidad del País Vasco, ha obtenido el Primer Premio Nacional Fin de Carrera en los estudios de Química. En la actualidad realiza su tesis doctoral en el grupo de investigación formado por

los profesores Francisca Vicente Estévez, Blanca Gallo Hermosa y Luis Angel Berrueta Simal.

El objetivo de su trabajo es aplicar la técnica HPLC-MS-MS para buscar nuevos marcadores químicos característicos de las diferentes frutas dentro de la familia de los compuestos polifenólicos, productos de origen natural que están presentes en las distintas especies vegetales.



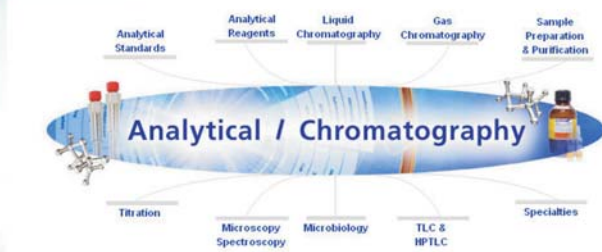
Buscar soluciones es nuestro objetivo. Porque hay gente esperando buenas noticias.

Thermo Electron, líder en el suministro a laboratorios analíticos le ofrece soluciones adaptadas a sus necesidades. Desde la preparación de la muestra hasta la interpretación de resultados, podemos equiparle con la instrumentación más tecnológicamente avanzada. Desde una simple pipeta hasta un laboratorio completo, Thermo Electron dispone de los instrumentos y la tecnología necesaria para ayudarle. Visitenos en : www.thermo.com en España : Tfno.-916574930 -Fax -916574937 e-mail : comercial@thermo.es

Un líder en Ciencias de la Vida y Laboratorio

Thermo
ELECTRON CORPORATION

SIGMA ALDRICH ANALÍTICA



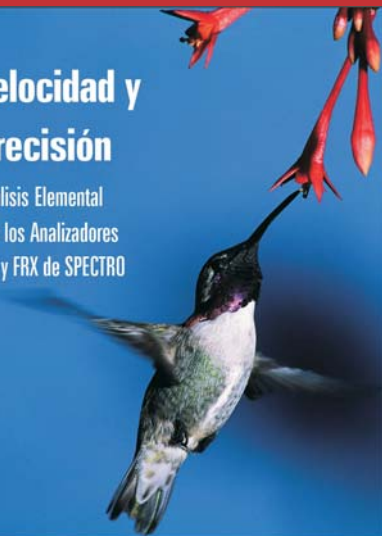
Contacte con nosotros:
Teléfono: 900101376
Fax: 900102028
E_mail: espmarket@europe.sial.com

www.sigmaaldrich.com/analytical



Velocidad y Precisión

Análisis Elemental con los Analizadores ICP y FRX de SPECTRO



Tecnología de vanguardia para su laboratorio

De SPECTRO usted puede esperar:

- El instrumento adecuado para cada aplicación
- La solución analítica perfecta para todas las etapas de la producción, control de infraestructuras y contaminación
- Un servicio profesional global
- Instrumentos analíticos con la tecnología más avanzada



Hable con SPECTRO y descubra por qué los analizadores de SPECTRO son una inversión para una mayor eficacia y rentabilidad

Tel. +34 94 471 04 01
Fax +34 94 471 17 41
comercial@spectro.es
www.spectro.com



Número 20, Diciembre 2007



ACTUALIDAD ANALÍTICA