



Analisi di conferma per droghe d'abuso in campioni di urina idrolizzata

ITSP (Instrument Top Sample Prep) GC-MS/MS, completa automazione, produttività, "Green Chemistry Compliant".

Sulla base dell'automazione e integrazione strumentale della parte preparativa con il sistema di rivelazione GC-MS/MS sono stati testati i sistemi di purificazione SPE su micro-cartucce impaccate a letto misto, per l'estrazione delle **droghe d'abuso neutre acide e basiche, in matrice urina idrolizzata.**

Introduzione

La determinazione delle droghe d'abuso in MS è argomento molto dibattuto poiché l'approccio a quest'analisi può essere assai variegato.

La tendenza di semplificare al massimo la preparazione del campione e ridurre al minimo i tempi di analisi trova applicazione nella tecnica LC-MS con la procedura **dilute and shoot.**

La tecnica GC-MS, seppur obblighi a procedure di estrazione derivatizzazione e concentrazione che allungano i tempi di analisi, resta la tecnica di riferimento.

L'automazione e l'integrazione dei sistemi di campionamento e sample preparation alla tecnica di rivelazione GC-MS/MS ha permesso di:

- sviluppare soluzioni strumentali e analitiche che consentono analisi multiresiduale con l'impiego di ridotte quantità di campione,
- raggiungere limiti di sensibilità che soddisfano ampiamente i requisiti delle normative vigenti,
- **ridurre sensibilmente il costo di analisi per campione**

Purificazione SPE con ITSP™ (Instrument Top Sample Prep) MicroLiter



Caratteristiche principali:

- cartucce estremamente leggere, tanto che il trasporto da una posizione all'altra dell'autocampionatore avviene direttamente sfruttando l'ago della siringa del campionatore. Uno speciale inserto sotto al setto delle cartucce permette la perfetta tenuta dell'ago nel setto/inserto della cartuccia;
- la cartuccia è in grado di sopportare un carico fino ad 1 mL di urina (quantità di fase impaccata da 20 a 50 mg);
- l'impiego di piccoli volumi, assicura un **considerevole risparmio di solventi e consente un alto grado di automazione** (96 vial campioni e 96 cartucce);
- le cartucce ITSP sono disponibili con qualsiasi tipo di fase presente sul mercato.



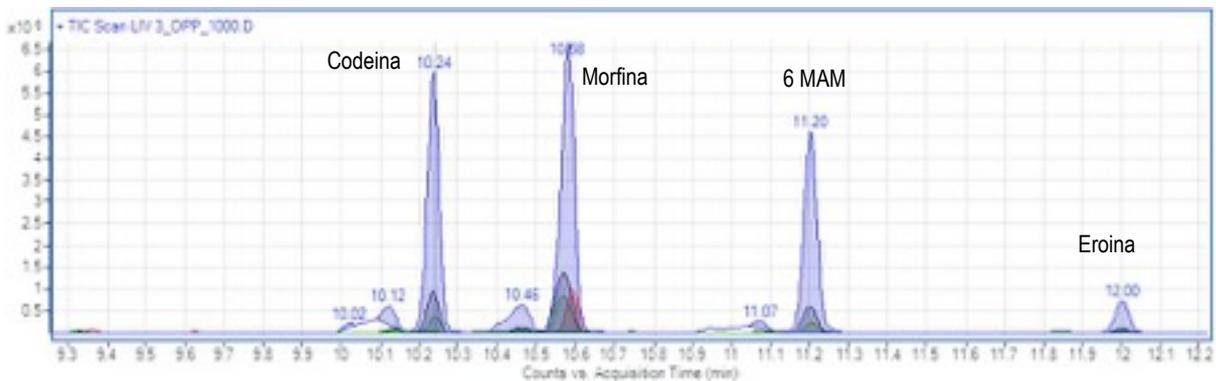
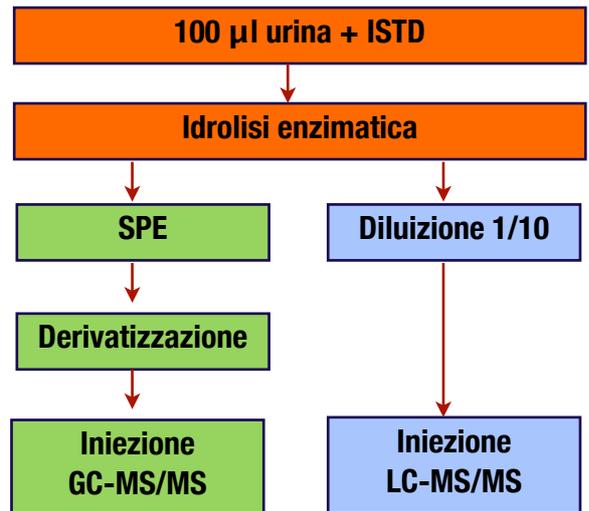
Sample preparation

Il campione di urina idrolizzato e acidificato, è caricato sul vassoio dell'autocampionatore Gerstel MPS.

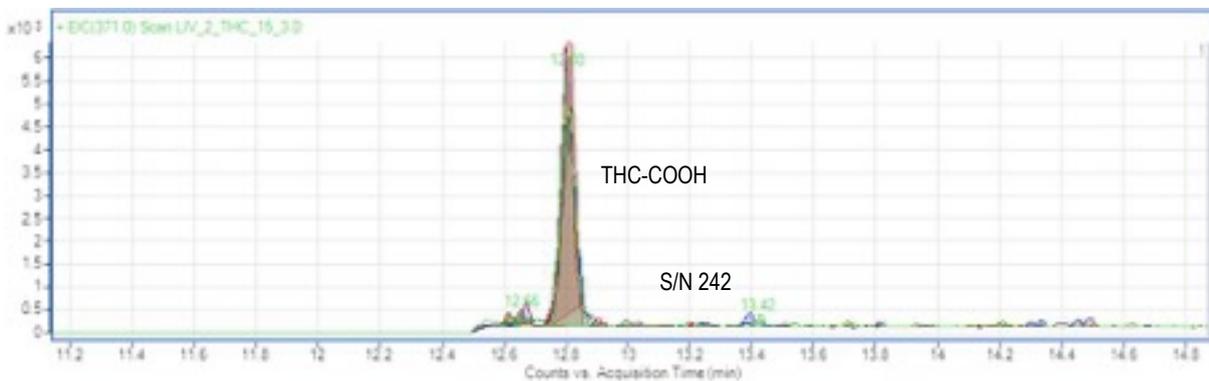
- **Lavorando in LC-MS/MS**, il campionatore inietta direttamente dopo diluizione il campione nella valvola di iniezione del sistema HPLC/MS/MS.
- **Lavorando in GC-MS/MS**, il campione purificato in SPE, viene portato a secco, l'estratto è ripreso e derivatizzato con MSTFA o BSTFA, prima dell'iniezione in GC-MS/MS.

I risultati di seguito riportati sono stati ottenuti utilizzando un sistema GC triplo quadrupolo Agilent Technologies

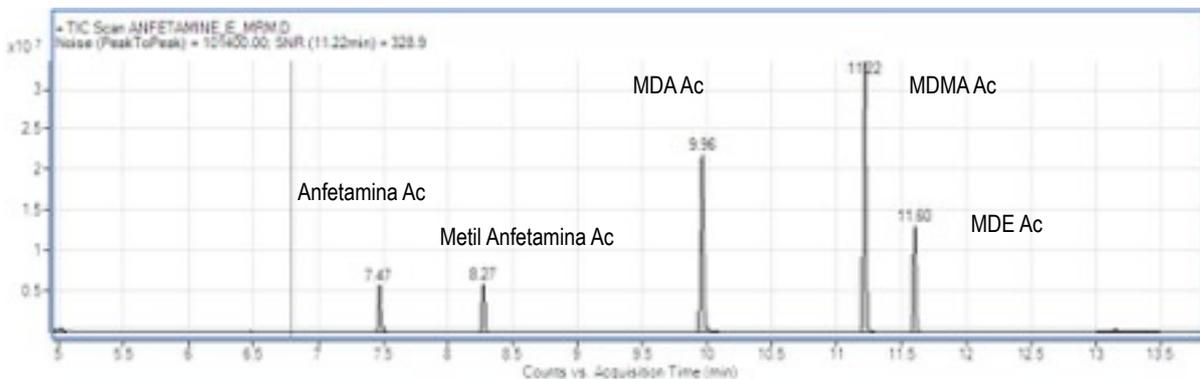
Purificazione del campione con: ITSP UDBX 10 mg (ITSP, MicroLiter Analytical Supplies, Inc. GA, USA).



Iniezione di un campione spiked alla concentrazione di 100 ng/mL e 200 ng/mL e 1000 ng/mL (cut-off 200 ng/mL)



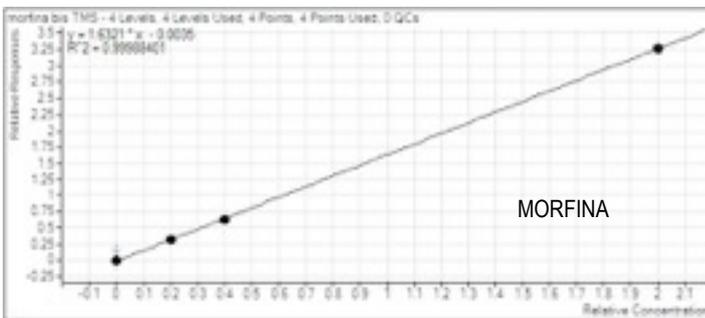
Iniezione di un campione spiked alla concentrazione di 10 ng/mL e 15 ng/mL (cut-off 15 ng/mL)



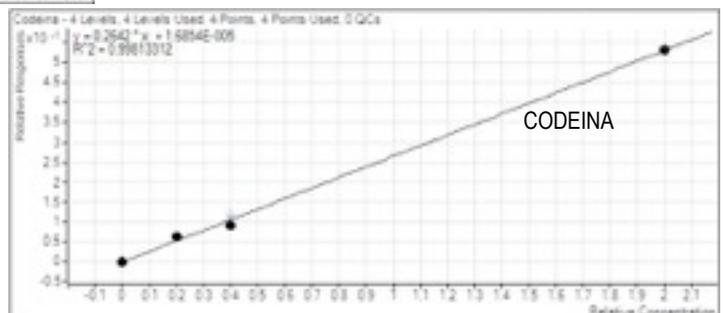
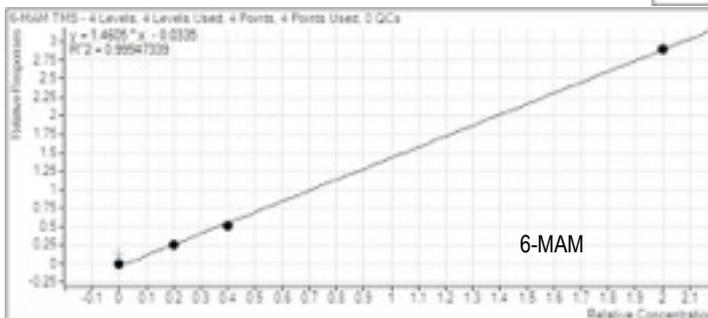
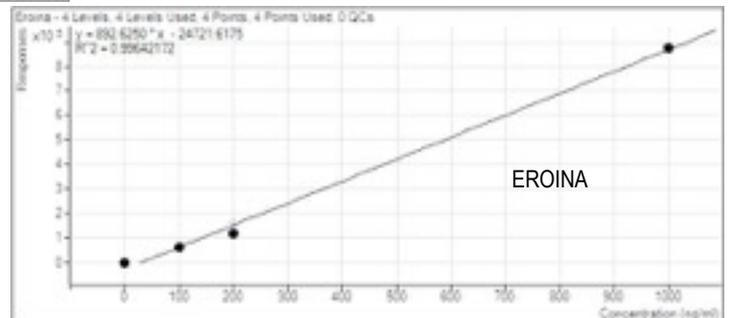
Iniezione di un campione spiked alla concentrazione di 1000 ng/mL (cut-off 200 ng/mL)

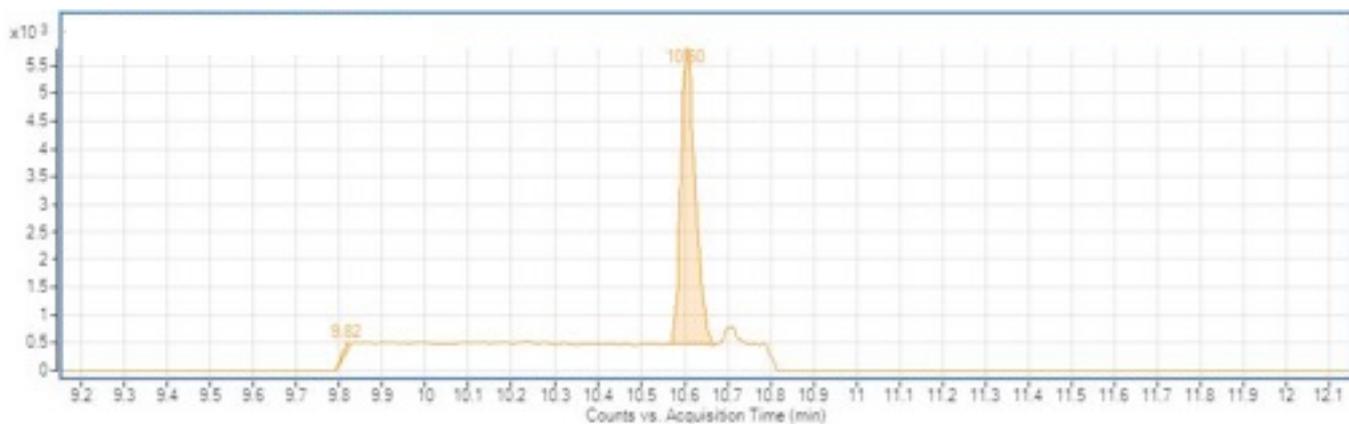
**Molecole analizzate
e
relative transizioni**

Name	Transizioni		
6-MAM TMS	399 → 340	399 → 287	399 → 162
Anfetamina Ac	118 → 91	140 → 69	140 → 92
BEG TMS	240 → 82	240 → 108	240 → 122
Cocaina	182 → 82	182 → 108	182 → 122
Codeina TMS	371 → 234	371 → 146	371 → 214
MDA Ac	135 → 77	135 → 105	162 → 104
MDE Ac	162 → 104	162 → 131	168 → 140
MDMA Ac	162 → 104	154 → 110	162 → 131
Metil Anfetamina Ac	118 → 91	154 → 110	161 → 113
Morfina TMS	429 → 220	429 → 287	429 → 234
THC COOH TMS	488 → 371	371 → 290	-
THC	303,6 → 246	386 → 330,6	386 → 303

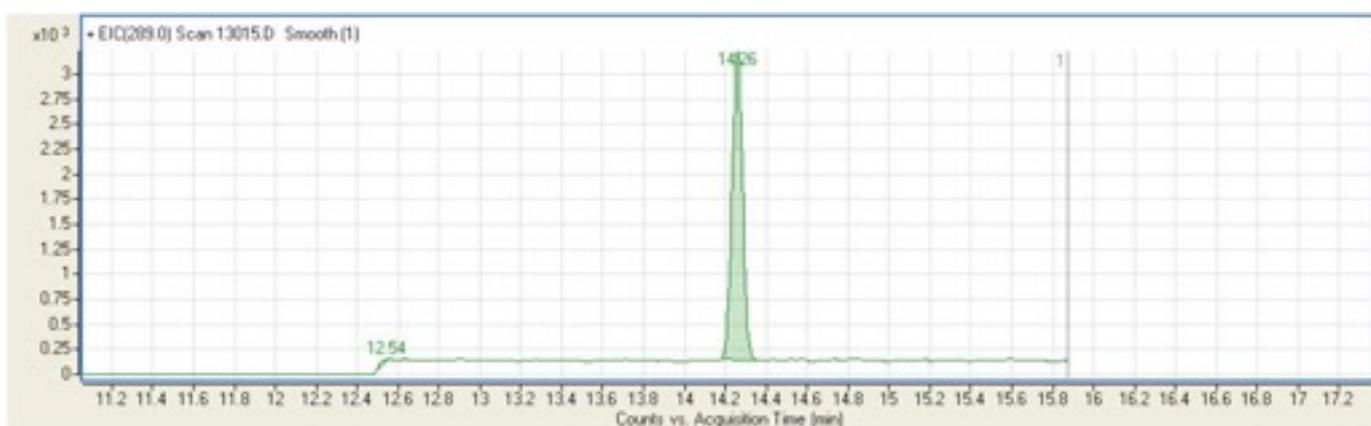


**Calibrazioni:
100 ng/mL e 200 ng/mL e 1000 ng/mL**





Cromatogramma di un campione reale positivo agli oppiacei



Cromatogramma di un campione reale positivo a THC COOH[®]; (dallo screening immunoenzimatico risultato di 80 ppb)

Conclusioni:

L'automazione e l'integrazione dei sistemi di campionamento e sample preparation alla tecnica di rivelazione GC-MS/MS ha permesso di:

- sviluppare soluzioni strumentali e analitiche che consentono analisi multiresiduale con l'impiego di ridotte quantità di campione,
- raggiungere limiti di sensibilità che soddisfano ampiamente i requisiti delle normative vigenti,
- ridurre sensibilmente il consumo di solventi,
- ridurre il costo di analisi per campione.