



## **Una procedura in HS-SPME GC-MS per lo screening delle principali droghe ricreative**

(a cura di Stefano Gentili – Dipartimento del Farmaco, ISS)

Un numero crescente di droghe cosiddette ricreative (ecstasy e amfetaminosimili, cannabis, inalanti, cocaina, ketamina, LSD e altri allucinogeni) viene segnalato nei sequestri e nei luoghi frequentati dai giovani. I test di screening in commercio non rilevano la maggior parte di questi composti e, al momento, non si dispone di una metodica analitica appropriata per la loro rilevazione simultanea a scopi clinici ed epidemiologici.

In un precedente lavoro [1], è stata messa a punto una procedura idonea allo screening in diverse matrici biologiche, procedura che però non consentiva la rilevazione della cocaina. La significativa diffusione nel consumo di questa sostanza, anche nel nostro paese, ha reso necessario una soluzione analitica che fosse in grado di soddisfare questa esigenza conservando però le caratteristiche di rapidità e semplicità.

Nel lavoro cui la scheda fa riferimento [2] viene descritta una nuova procedura in HS/SPME/GC/MS per la determinazione simultanea della cocaina e delle principali droghe ricreative in diverse matrici (capelli, saliva, siero, plasma, urina). La procedura è semplice e veloce, necessita, soltanto per i capelli, di una breve estrazione con acido cloridrico 1M, richiede piccole quantità di campione e nessuna derivatizzazione.

Ne lavoro [2] sono presentati i risultati di una applicazione preliminare di questa metodica a campioni di capelli appartenenti a 183 giovani assuntori.

La scheda che segue sintetizza la procedura messa a punto e le condizioni analitiche utilizzate. Si ritiene infine utile riportare, per quanti colleghi volessero utilizzare questa soluzione analitica, i tempi di ritenzione e gli ioni principali delle sostanze rilevabili nonché un cromatogramma e relativo spettro di massa di un campione reale preso a titolo esemplificativo.

[1] S. Gentili, A. Torresi, R. Marsili, M. Chiarotti, T. Macchia, J. Chromatography B, 780 (2002) 183.

[2] S. Gentili, M. Cornetta, T. Macchia, J. Chromatography B, 801 (2004) 289.

## **Preparazione del campione**

[Capelli]	Lavare i capelli per 5 minuti con acqua deionizzata e successivamente per 5 minuti con acetone in bagno ad ultrasuoni. Essiccare sotto flusso di azoto a temperatura ambiente e tagliare in segmenti di 3 millimetri circa.
[Urina]	Non è necessario pre-trattamento.
[Saliva, siero, plasma]	Porre il campione in una provetta conica Falcon da 15 ml, aggiungere 5 µl di Standard Interno (MDPA 5 µg/ml), 10 µl di acido tricloroacetico al 40%. Centrifugare per 5 minuti a 2600 rpm, raccogliere il sopranatante.
[Polveri/compresse]	Sciogliere 2 mg di campione in 1 ml di HCl 0.4M (soluzione A)

## **Procedura analitica**

Capelli	Porre 10 mg di capelli lavati, 5 µl di Standard Interno (MDPA 5 µg/ml) in una provetta di vetro a chiusura meccanica per spazio di testa da 20 ml contenente 200 µl di HCl 1M, chiudere ermeticamente e riscaldare per 60 minuti a 60°C in termostato. Dopo raffreddamento, separare l'estratto e trasferirlo in una provetta in vetro a chiusura meccanica da 2 ml contenente 80 mg di <u>carbonato di potassio</u> (K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ). Chiudere ermeticamente la provetta ed esporre la fibra per l'adsorbimento a 90°C per 5 minuti in blocco riscaldante. Introdurre la siringa nell'iniettore ed esporre la fibra per 5 minuti.
---------	---

Urina	<p>Porre 200 <math>\mu</math>l di campione, 5 <math>\mu</math>l di Standard Interno (MDPA 5 <math>\mu</math>g/ml) in una provetta di vetro a chiusura meccanica da 2 ml contenente 80 mg di carbonato di potassio (<math>K_2CO_3</math>). Chiudere ermeticamente la provetta ed esporre la fibra per l'adsorbimento a 90°C per 5 minuti in blocco riscaldante. Introdurre la siringa nell'iniettore ed esporre la fibra per 5 minuti.</p>
Saliva, siero, plasma	<p>Porre il soprannatante raccolto in una provetta di vetro a chiusura meccanica da 2 ml contenente 80 mg di carbonato di potassio (<math>K_2CO_3</math>). Chiudere la provetta ed esporre la fibra per l'adsorbimento a 90°C per 5 minuti in blocco riscaldante. Chiudere ermeticamente la provetta ed esporre la fibra per l'adsorbimento a 90°C per 5 minuti in blocco riscaldante. Introdurre la siringa nell'iniettore ed esporre la fibra per 5 minuti.</p>
Polvere e compresse	<p>Porre 200 <math>\mu</math>l soluzione A, 20 <math>\mu</math>l di Standard Interno (MDPA 10 <math>\mu</math>g/ml in una provetta di vetro a chiusura meccanica da 2 ml contenente 80 mg di <u>carbonato di potassio</u> (<math>K_2CO_3</math>). Chiudere ermeticamente la provetta ed esporre la fibra per l'adsorbimento a 90°C per 5 minuti in blocco riscaldante. Introdurre la siringa nell'iniettore ed esporre la fibra per 5 minuti.</p>

### ***Parametri strumentali***

Gas Cromatografo 6890 Plus, Mass Selective Detector 5973N (Agilent Technologies – Milano, Italia); colonna (5% PH ME Siloxane, film thickness 0,33  $\mu\text{m}$ ): lunghezza 12.5 m, ID 0.20 mm).

SPME Fiber Assembly 23 GA, 100  $\mu\text{m}$  PDMS 57342-U

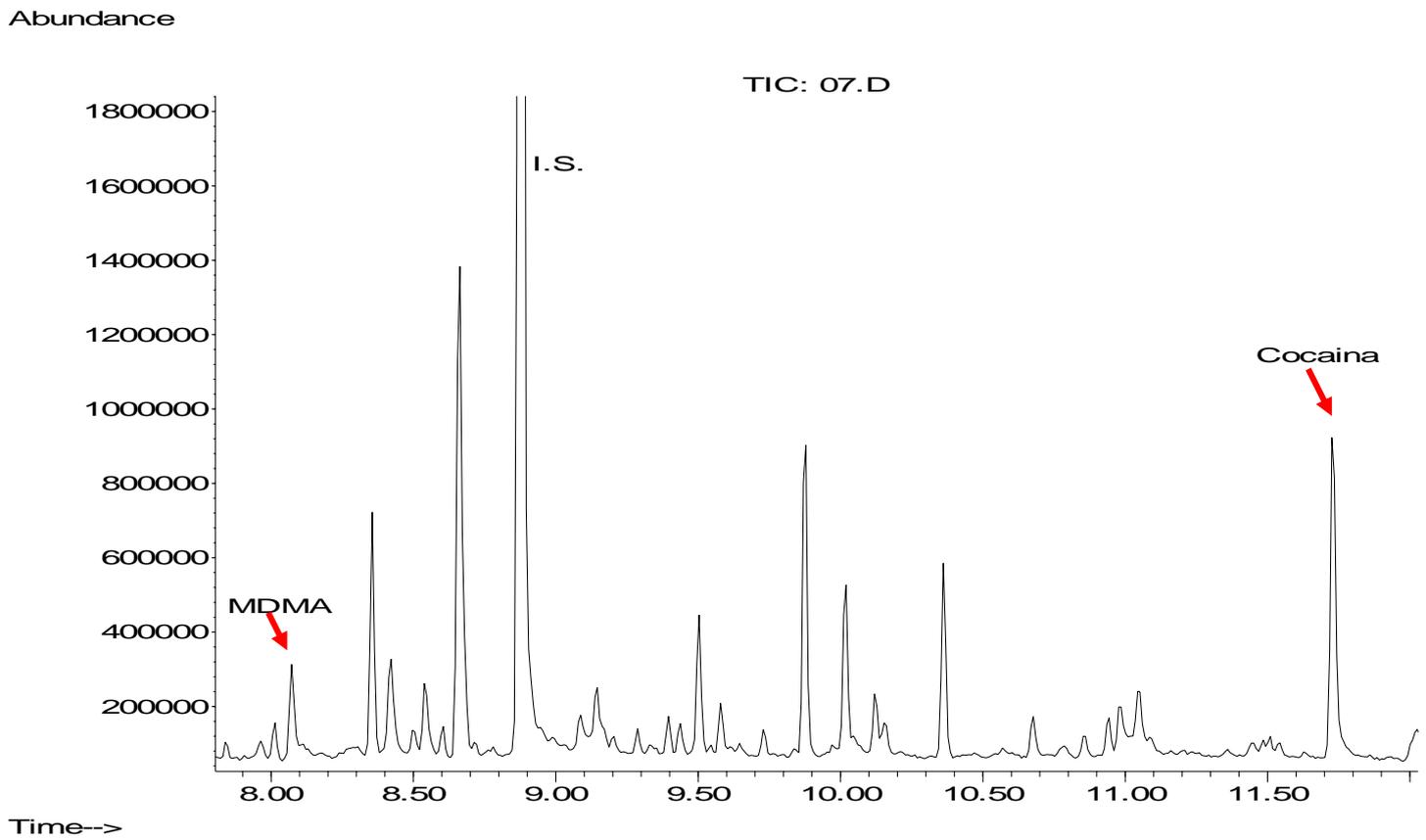
Temperatura della colonna	60°C (2 minuti isoterma) fino a 250°C (incremento 20°C/min) e 5 minuti isoterma finale
Temperatura della porta d'iniezione	250° C
Temperatura della sorgente ionica	230°C
Temperatura della linea di trasferimento	280°C
Flusso gas (elio)	1 ml/min
Desorbimento della fibra	250°C per 5 minuti nell'iniettore

Tabella 1. Sostanze rilevate con la procedura HS/SPME/GC/MS

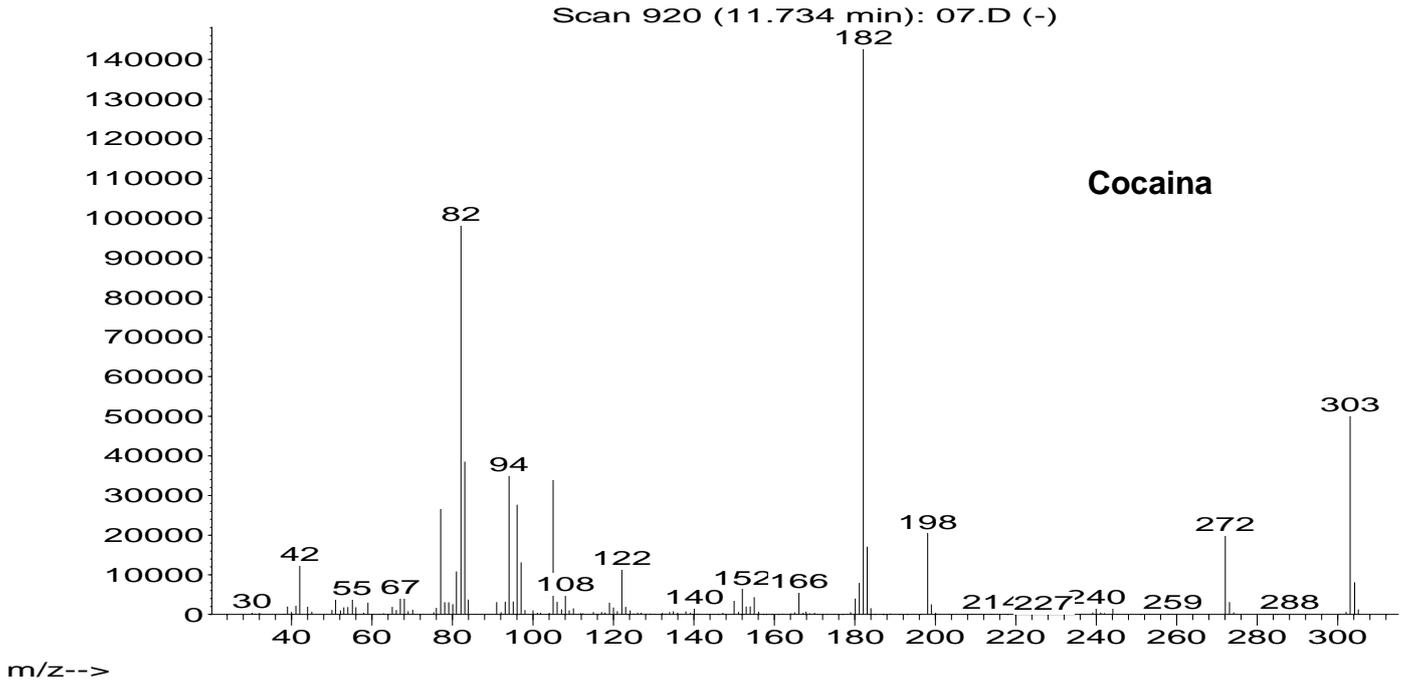
<b>Sostanze</b>	<b>Tempi di ritenzione</b>	<b>Ioni</b>
MA	5.60	*58, 91, 77
MDMA	8.08	*58, 77, 135
MDE	8.36	*72, 135,44
MBDB	8.62	*72, 135,44
MDPA (I.S.)	8.88	*86, 44, 135
Ketamine	10.01	*180, 182, 209
Metadone	11.39	*72, 294, 91
Cocaina	11.73	*182, 82, 303

\* Ione usato per la quantificazione

Figura 1. Cromatogramma a scansione completa in HS/SPME/GC/MS e relativo spettro di massa di un campione reale di capelli positivo per MDMA e cocaina.



Abundance



Abundance

