

Oggetto: Richiesta di acquisizione di un sistema fast GC-MS/MS triplo quadrupolo per la determinazione di residui di pesticidi con metodi multiclasse in matrici complesse

Il Laboratorio Contaminanti Ambientali del Reparto Chimica degli Alimenti e Mangimi da oltre 20 anni si occupa del controllo di residui di pesticidi in alimenti di origine animale campionati nell'ambito dei piani di monitoraggio PNR, UVAC, PIF, NAS secondo quanto indicato dal Ministero della Salute. Attualmente il Reparto copre questa attività mediante più metodi analitici suddivisi per classe di pesticidi in quanto utilizza strumentazione gas-cromatografica dotata di detector classici, in dotazione al laboratorio da circa 20 anni. Questi strumenti permettono l'analisi solo di pacchetti di molecole che presentano caratteristiche tra loro simili e non danno la possibilità di analisi multiresiduali, possibili invece con detector di spettrometria di massa. L'uso di detector classici per la ricerca di pesticidi a livello residuale in matrici complesse quali gli alimenti di origine animale, ha costretto il laboratorio a mettere a punto metodi con tecniche di estrazione e di purificazione laboriose e dispendiose sia in termini di ore-lavoro sia di reagenti e solventi.

In aggiunta i due sistemi GC con detector classici in dotazione al Laboratorio sono vetusti e necessitano di essere sostituiti, in quanto la ditta per alcuni pezzi di ricambio non garantisce più la certa disponibilità.

In considerazione delle nuove tecnologie che si sono sviluppate in questi ultimi anni per l'analisi di residui in matrici complesse e delle sempre più pressanti richieste di tempi di risposta rapidi e di metodi adeguati al rispetto della normativa di settore che si evolve in continuazione, il laboratorio è ora nelle condizioni di dover **trasferire l'analisi di pesticidi in alimenti di origine animale ad un metodo multiresiduale e multiclasse utilizzando la gas-cromatografia abbinata alla spettrometria di massa (triplo quadrupolo)**.

Presso il laboratorio sono già presenti due strumenti GC-MS/MS acquisiti mediante gara e con prove sperimentali comparative sul quale sono stati

sviluppati con successo metodi per la determinazione multiresiduale e multiclasse di fitofarmaci e di IPA in alimenti vegetali con preparazione QuEChERS e di pesticidi in latte con preparazione del campione con tecniche di purificazione spinta/elevata; **non rimane spazio per altre attività.**

Pertanto, si rende necessario l'acquisto di un nuovo sistema GC-MS/MS.

Sul mercato esistono due tipologie di sistemi che potrebbero consentire di soddisfare le esigenze del laboratorio e precisamente:

1. Spettrometri di massa accoppiati alla gas cromatografia (GC-MS/MS) in cui il sistema gascromatografico opera in modo tradizionale – sono la maggior parte dei sistemi
2. Spettrometri di massa accoppiati alla gas cromatografia (GC-MS/MS) in cui il sistema gascromatografico è di nuova generazione sia dal punto di vista del riscaldamento del forno che della tipologia di colonne cromatografiche impiegate.

In considerazione della complessità delle matrici che dovranno essere analizzate (alimenti di origine animale ad elevato contenuto lipidico), del fatto di poter disporre di strumentazione di più semplice utilizzo fruibile anche da parte di operatori non particolarmente esperti, l'apparecchiatura più idonea allo scopo che è stata individuata è un sistema costituito da un GasCromatografo fast di nuova generazione con detector a spettrometria di massa triplo Quadrupolo.

Questo strumento è l'evoluzione di quelli già presenti in laboratorio, è gestito dalla medesima piattaforma software e può essere interfacciato con il sistema cromatografico già in dotazione. **I metodi già sviluppati dal laboratorio per l'analisi dei residui di pesticidi possono essere trasferiti sul nuovo sistema velocemente e con pochi accorgimenti.**

Le caratteristiche che rendono unico lo strumento individuato sono:

- Presenza di una ***tecnologia di riscaldamento diretto della colonna*** tramite elemento riscaldante in grado di raggiungere incrementi di

temperatura fino a 250°C/min (per contatto diretto con l'elemento riscaldante)

- Presenza del sistema di **pre-colonna “Guard Chip” a dimensioni predeterminate e con controllo della temperatura indipendente rispetto al forno colonna**
- Presenza del **sistema brevettato di avvolgimento planare della colonna cromatografica e di connessioni “click and run” che consentono la sostituzione della pre-colonna e della colonna senza doverla tagliare né assemblare con dadi e ferule**
- **Assenza di ferule nel sistema GC ma presenza di connessioni leak-free di tipo “Flow Chip” inerti**
- **Possibilità di intervenire manualmente sulla temperatura dei singoli quadrupoli, aumentandola fino a 200°**

I motivi di tale scelta sono dettagliati di seguito

1. Il sistema richiesto è un fast GC-MS/MS triplo quadrupolo composto da un gascromatografo di nuova generazione in grado di effettuare analisi sia in modalità tradizionale sia fast essendo **in grado di lavorare con riscaldamento e raffreddamento molto veloci** accoppiato ad uno spettrometro di massa triplo-quadrupolo ad alta sensibilità, velocità e gamma dinamica, compreso di software e accessori per una completa automazione. Il software è in grado di gestire sia l'analisi qualitativa sia quantitativa. Lo strumento garantisce l'applicazione a matrici complesse, quali alimenti di origine animale, che in modo particolare tendono a ridurre la vita del filamento, a sporcare la sorgente e a far perdere velocemente le prestazioni della colonna cromatografica in termini di efficienza e di risoluzione, obbligando in questo modo ad elevati interventi di pulizia e manutenzione per il ripristino delle performance strumentali, con conseguenti fermi macchina e perdita di produttività del laboratorio. Lo strumento è stato progettato per essere dedicato ad attività di routine dove sono previste sequenze con alti numeri di campioni analizzati, in

quanto è in grado di garantire elevata processabilità, pienamente automatizzabile, ed elevata robustezza; è idoneo alla iniezione seriale di campioni da matrici complesse mantenendo una risposta stabile, con verifica immediata delle performance di qualità del metodo.

2. Nei metodi che prevedono la determinazione di numerosi analiti contemporaneamente in matrici complesse, quali sono quelle alimentari, la purificazione è per forza di cose ridotta al minimo rispetto ai metodi monoclasse e quindi la presenza di interferenti dalla matrice è l'aspetto più critico per la tenuta del sistema gascromatografico e la riproducibilità del metodo analitico che viene sviluppato. Il sistema richiesto ha una tecnologia di riscaldamento diretto della colonna tramite un elemento riscaldante in grado di raggiungere incrementi di temperatura fino a 250°C/min, e questa caratteristica, unita all'utilizzo di colonne capillari planari, garantisce un'elevata efficienza e riproducibilità (fattori fondamentali in una routine con elevati numeri di campioni e di analiti da ricercare) delle rampe di temperatura e dei tempi di ritenzione. Il sistema è inoltre in grado di raffreddare in maniera molto rapida senza l'utilizzo di gas criogenici riducendo così gli intervalli tra un'iniezione e l'altra e garantendo la sicurezza dell'operatore.
3. La pre-colonna definita "Guard-chip" a dimensioni predeterminate e con controllo della temperatura indipendente rispetto al forno colonna è un elemento che consente di limitare drasticamente la contaminazione della colonna analitica;
4. Grazie al **particolare "design chip inerti" privo di ferule**, nel quale le connessioni sono realizzate mediante dei chip resi inerti, è possibile ridurre i tempi di manutenzione permettendo una rapida sostituzione della pre-colonna e/o della colonna, senza necessità di aggiornamento dei tempi di ritenzione e immediato riutilizzo in routine del sistema, in favore di tempi di risposta del laboratorio più rapidi. Nei sistemi tradizionali le ferule, essenziali per mantenere l'efficacia e la tenuta delle connessioni, sono materiale di

consumo soggetti ad usura e periodicamente devono essere sostituiti, con conseguenti interruzioni dell'attività analitica oltre che problemi maggiori alla tenuta della fluidica di tutto il sistema. **L'assenza di dadi e ferule rende molto più facile e veloce la manutenzione permettendo che tale attività possa essere effettuata anche da operatori non particolarmente esperti.**

5. Per quanto riguarda il detector di massa, la presenza di un doppio filamento in sorgente è vantaggiosa per ridurre il fermo macchina in caso di rottura di uno dei due. **La possibilità di intervenire manualmente sulla temperatura dei singoli quadrupoli, aumentandola fino a 200°C, permette di mantenerli puliti riducendo gli interventi di pulizia.**
6. Tutto il sistema è gestito da un'unica piattaforma software. Il software che garantisce il controllo dinamico della strumentazione e il processamento dei dati, sia dal punto di vista qualitativo sia quantitativo, è quello in uso per alcuni strumenti GC-MS/MS e LC-MS/MS presenti in Laboratorio; questo renderà **possibile un immediato utilizzo del nuovo strumento da parte del personale IZSLER, senza necessità di ulteriore tempo per la familiarizzazione e per la relativa formazione.**