

TETRACLORURO DI CARBONIO Urinario in GC/MS spazio di testa
Codice GC17510

BIOCHIMICA

Il Tetracloruro di carbonio (o tetraclorometano) (CCl_4), noto anche come freon 10, è un composto sintetico utilizzato nei laboratori come solvente, in agricoltura come pesticida e nelle industrie come intermedio chimico nella produzione di fluorocarburi e nella pulizia dei metalli. In passato veniva utilizzato per il lavaggio a secco e come sgrassante. A temperatura ambiente è un liquido apolare, è volatile ed è molto tossico perché capace di innescare reazioni radicaliche a catena che degradano le membrane cellulari.

Il tetracloruro di carbonio viene assorbito per inalazione, ingestione e via cutanea; viene eliminato tal quale attraverso l'aria espirata e le urine.

L'esposizione ad elevate concentrazioni di tetracloruro di carbonio, anche in forma di vapori, colpisce il sistema nervoso centrale, causa cefalea e nei casi più gravi può portare al coma ed alla morte.

Il metodo proposto determina il tetracloruro di carbonio iniettando in GC-MS/spazio di testa un'aliquota di campione urinario precedentemente trattata in opportuno solvente.

I livelli del tetracloruro di carbonio vengono determinati su un campione urinario di inizio e fine turno.



EUREKA S.R.L. LAB DIVISION
Via M. D'Antona 28
60033 Chiaravalle (AN) - Italy
Tel. +39 071 7450790
eureka-support@sentinel.it
www.eurekakit.com



Questo prodotto adempie a tutte le esigenze della Direttiva 98/79/CE sui dispositivi medico-diagnostici in vitro (IVD). La dichiarazione di conformità CE è disponibile su richiesta.

N° 004	Tetracloruro di Carbonio urinario in GC/MS-spazio di testa	11/2024
--------	--	---------

CARATTERISTICHE DEL KIT

Principio del metodo :

Il presente metodo consente di determinare il tetracloruro di carbonio urinario in GC/MS spazio di testa. Il tetracloruro di carbonio viene prima diluito e poi viene direttamente iniettato in GC.

Recupero del Metodo : 100%

Sensibilità del Metodo : 3,4 µg/l in MS

Range dinamico del Metodo: 3,4 – 10.000 µg/l in MS

Valori di Riferimento: n.d.

CV%: 2,6% intra serie
5,8% inter serie

Contenuto della Confezione : Tutti i reagenti sono pronti all'uso e stabili 3 anni a 2-8 °C.

Reagente A – Soluzione Diluente, 1 x 100 ml

Reagente B – Soluzione test / Standard Chimico, 2 x 5 ml **Stoccare a 2-8 °C**
Per il prelievo del Reagente B, il tappo a chiusura ermetica necessita l'uso della siringa Hamilton da 100 ul Cod. ZRE24563

Dotazione strumentale minima richiesta : Strumento GC/MS
Computer gestionale

Dotazione opzionale : Autocampionatore

Modalità di prelievo : Alla fine del turno lavorativo, raccogliere 10 ml di urine in una provetta idonea.

Stabile 1 giorno a 4 °C.
Stabile circa 2 settimane a –20 °C.

PROCEDURA PREANALITICA

Preparazione della Soluzione Test.

Dispensare in una vial da 10ml per spazio di testa:

- 1000 µl di **Reagente A – Soluzione Diluente**
- 800 µl di Acqua di grado HPLC
- 200 µl di **Reagente B – Soluzione Test** (usando per 2 volte la siringa Hamilton da 100 µl)

Chiudere con apposito tappo a chiusura ermetica e vortexare per 5 secondi

Iniettare 1000 µl della soluzione nel gascromatografo GC ed attendere la stampa del cromatogramma. Verificare che il tempo di ritenzione della soluzione e lo spettro di massa siano simili a quelli riportati nelle figure sottostanti. Se l'esito è positivo si può procedere alla seduta analitica. Se così non fosse verificare la funzionalità del sistema analitico.

La siringa Hamilton da 100 µl va lavata con Metanolo dopo l'utilizzo.

PROCEDURA ANALITICA

FASE 1: Preparazione della soluzione Standard di Calibrazione a **125 µg/l**

Dispensare in una vial da 10 ml per spazio di testa:

- 975 µl di **Urina** esente da Tetracloruro di Carbonio
- 25 µl di **Reagente B – Soluzione Test/Standard Chimico** (utilizzando la siringa Hamilton da 100 µl)
- 1000 µl di **Reagente A – Soluzione Diluente**

Chiudere velocemente con apposito tappo a chiusura ermetica e vortexare per 5 secondi

La siringa Hamilton da 100 µl va lavata con Metanolo dopo l'utilizzo.

IMPORTANTE: **Tale soluzione Standard di Calibrazione va preparata di volta in volta**

Per verificare che l'urina sia effettivamente esente da Tetracloruro di carbonio, preparare un Bianco:

- 1000 µl di **Urina**
- 1000 µl di **Reagente A – Soluzione Diluente**

Chiudere velocemente con apposito tappo a chiusura ermetica e vortexare per 5 secondi

Qualora il Bianco urina presentasse il picco del Tetracloruro di carbonio, procedere all'individuazione quantitativa per differenza tra le aree/altezze dei picchi del Tetracloruro di carbonio presenti nell'urina arricchita e nel bianco.

- Iniettare 1000 µl della soluzione nel gascromatografo GC ed attendere la stampa del cromatogramma.

Preparazione dei campioni incogniti:

Dispensare in una vial da 10 ml per spazio di testa:

- 1000 µl di **Urina**
- 1000 µl di **Reagente A – Soluzione Diluente**

Chiudere velocemente con apposito tappo a chiusura ermetica e vortexare per 5 secondi

Iniettare in spazio di testa 1 ml di Calibratore, gli eventuali livelli di Controllo ed i Campioni incogniti precedentemente preparati ed avviare la serie secondo le specifiche del sistema.

N.B.: al termine della preparazione degli standard chiudere subito il flacone della soluzione Test/Standard Chimico con parafilm e stoccare immediatamente a 2 – 8 °C.

TETRACLORURO DI CARBONIO - Avvertenze

REAGENTE B : SOLUZIONE TEST / STANDARD CHIMICO

TETRACLORURO DI CARBONIO	5.000 µg/l
---------------------------------	------------

SETTAGGIO DELL'AUTOCAMPIONATORE :

- Temperatura siringa: 85 °C
- Temperatura agitatore: 85 °C (incubare per 3 minuti a 750 rpm)
- Agitatore ON: 5 sec
- Agitatore OFF: 2 sec
- Plunger Fill Speed: 500 µl/sec
- Fill Strokes: 0
- Viscosity Delay: 1 sec
- Pre-Injection Delay: 0 sec
- Plunger Injection Speed: 1000 µl/sec
- Post-Injection Delay: 0.1 sec
- Syringe Flush Time: 60 sec
- GC Cycle Time (for prep ahead): 19 min

SETTAGGIO DEL GAS-CROMATOGRAFO :

- Colonna Restek Rxi-5SILms 30 m x 0,25 mm, 0,25 µm (condizionata)
- Temperatura iniettore 230 °C
- Rapporto di Splittaggio: Initial ON Split 10
0.0 min OFF
0.03 min ON split 30
3 min ON split 10
- Temperatura forno colonna: 60 °C x 2 minuti + 8 °C/min fino a 100 °C x 0 min
+ 40 °C/min fino a 280 °C x 0 min (corsa tot. 12 minuti)
- Flusso Gas Elio 1 ml/min

SETTAGGIO DETECTOR DI MASSA (4000):

- Range di Massa 30 – 140
- Modo operativo in Impatto Elettronico (EI)
- Temperatura della Massa: 190 °C
- Temperatura Manifold: 80 °C
- Temperatura Transfer Line: 270 °C
- Filamento on: 0.2 minuti

CONDIZIONAMENTO DELLA COLONNA

Seguire le prescrizioni del costruttore.
Non condizionare la (le) colonna/e se attaccata al Detector di Massa.

PULIZIA DELLA COLONNA

Al termine di ogni seduta analitica portare il gradiente alla massima temperatura della colonna (consigliata dal costruttore) con una velocità di 30 °C/minuto. Vedi istruzioni del costruttore. Stoccaggio: a T° ambiente con setti su entrambe le estremità in modo da evitare l'ingresso di aria in colonna.

N.B.: si consiglia di utilizzare la siringa dell'autocampionatore per spazio di testa ESCLUSIVAMENTE per le iniziazioni di Tetracloruro di Carbonio per evitare eventuali effetti di trascinamento e/o interferenti dovuti ad altre tipologie di metodo.

ACCESSORI E CONSUMABILI

CODICE	DESCRIZIONE	CONFEZIONE
GC17520	Standard Chimico per Tetracloruro di Carbonio	1 x 2 ml
ZRE13623	Colonna Capillare Rxi-Sil 5MS (30 m x 0,25 mm) ID, DF=0,25	1 Pz
SCP8944	Colonna VF-5ms (30 m x 0,25 mm) ID DF=0,25	1 Pz
S51834475	Vial di vetro da 10 ml per spazio di testa	1 x 100 Pz
S80100165	Tappi magnetici con setto in teflon e silicone per vial spazio di testa	1 x 100 Pz
S50404669	New Easy Grip Manual Crimper for 20 mm	1 x 100 Pz

TETRACLORURO DI CARBONIO URINARIO

(Cromatogrammi di riferimento GC-MS / Spazio di Testa)

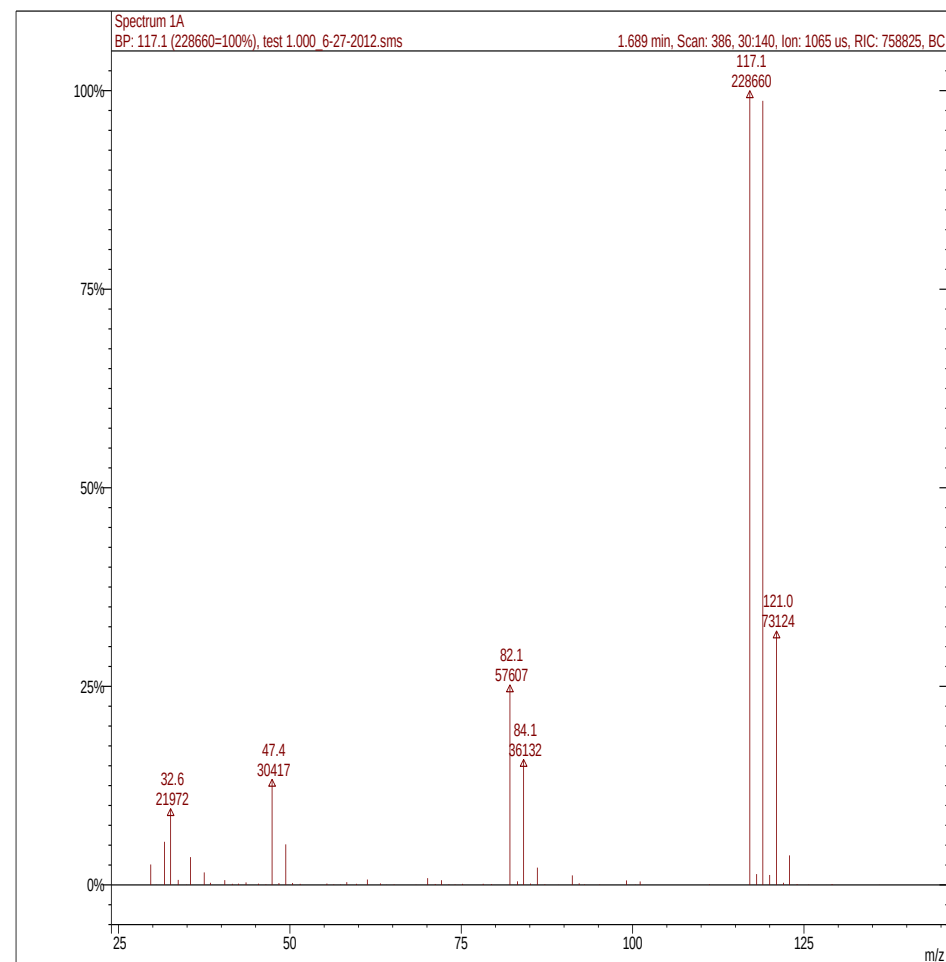
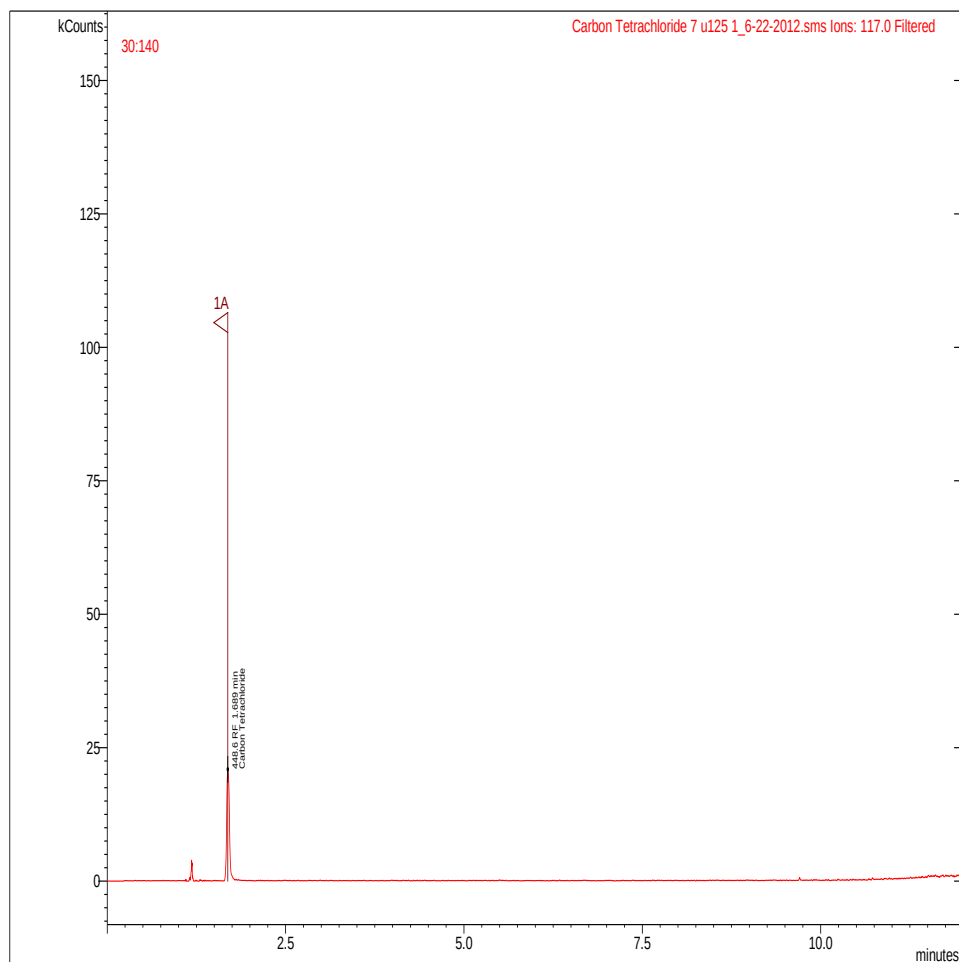


Fig. 1 :	Standard di Calibrazione
	R.T. 1.7 TETRACLORURO DI CARBONIO 125 µg/l

Fig. 2 :	Spettro di Massa di Standard di Calibrazione
	IONI MOLECOLARI : 117-121-82

TETRACLORURO DI CARBONIO URINARIO

(Cromatogrammi di riferimento GC-MS / Spazio di Testa)

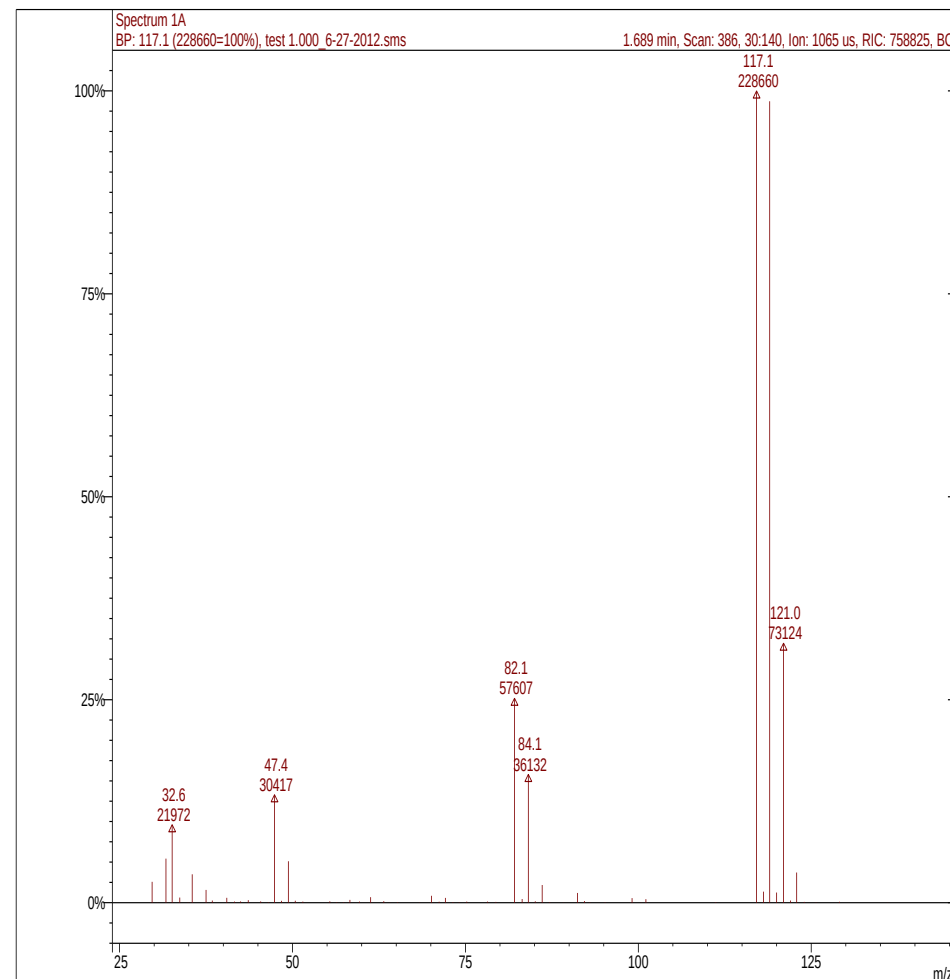
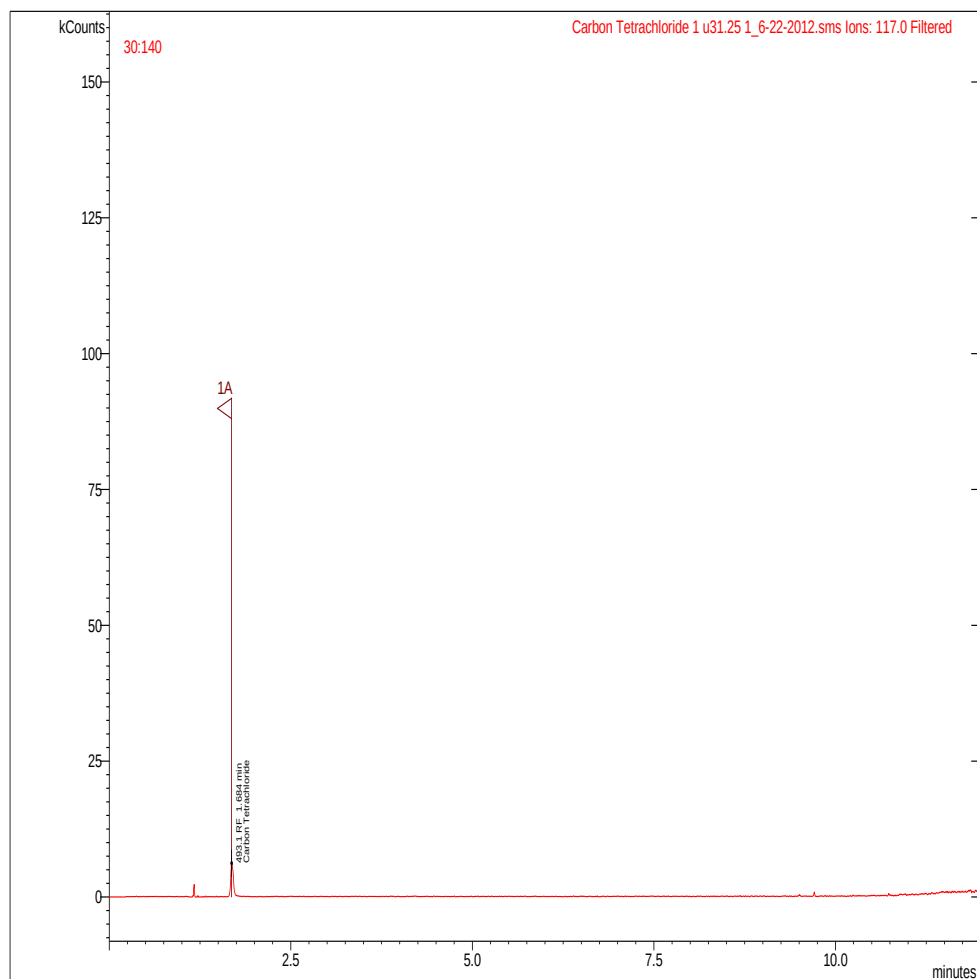


Fig. 3 :	Campione urinario
	R.T. 1.7 TETRACLORURO DI CARBONIO 25 µg/l

Fig. 4 :	Spettro di Massa di Campione urinario
	IONI MOLECOLARI : 117-121-82