

Desenvolvimento de método analítico para determinação de estimulantes anfetamínicos inalterados em urina empregando DLLME e GC-MS

Ricardo Leal Cunha^{1,2*} (PG), Wilson Araújo Lopes^{1,4} (PQ), Pedro Afonso de Paula Pereira^{1,3,4} (PQ)
*rlcunha@ufba.br

¹Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, 40170-115, Salvador-BA; ²Departamento de Polícia Técnica da Bahia (DPT), 40100-180, Salvador, BA; ³Centro Interdisciplinar de Energia e Ambiente - CIEnAm, UFBA, 40210-630, Salvador-BA; ⁴INCT de Energia e Ambiente, UFBA, 40170-115, Salvador-BA

Palavras Chave: estimulantes anfetamínicos, DLLME, GC-MS.

Introdução

O consumo de drogas de abuso é uma prática crescente no mundo moderno. Nesse contexto, as drogas sintéticas e, mais particularmente, os derivados da anfetamina, ocupam um lugar de destaque. O consumo de estimulantes anfetamínicos, tais como fenproporex dietilpropiona (DIE) e sibutramina (SIB), se tornou uma prática comum, entre motoristas profissionais nas estradas brasileiras nos últimos anos e entre pessoas que desejam perder peso, mas fazem o uso dessas substâncias de forma indiscriminada. O presente trabalho constitui o desenvolvimento de um método analítico, empregando microextração líquido-líquido dispersiva (DLLME), capaz de detectar e quantificar essas substâncias em baixas concentrações em amostras de urina. As análises foram realizadas utilizando cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas (GC-MS).

Resultados e Discussão

As amostras de urina utilizadas foram fornecidas pelo Laboratório de Toxicologia Forense, do Departamento de Polícia Técnica da Bahia. O procedimento de extração foi otimizado considerando os diferentes parâmetros que influenciam a recuperação dos analitos na microextração líquido-líquido dispersiva. Dessa forma, a natureza e o volume dos solventes extrator e dispersor, o pH da amostra e o efeito *salting-out* foram estudados. As condições otimizadas para o procedimento foram: metanol como solvente dispersor (1 mL), diclorometano como solvente extrator (300 µL), pH = 11, sem adição de sal e centrifugação por 5 min a 3000 rpm, gerando ao final um volume de gota no tubo de 50 µL. As análises foram realizadas em GC-MS Agilent 7890A / 5975C, utilizando-se coluna HP-5MS (30 m x 0,25 mm ID x 0,25 µm) e injeção *splitless*. Os analitos foram monitorados e quantificados no modo SIM, utilizando-se os seguintes íons para a quantificação: DIE (m/z) = 100; FEN (m/z) = 97 e SIB (m/z) = 114. O método apresentou excelente linearidade na faixa dinâmica de 1 a 1000 ng/mL para DIE, FEN e SIB, com valores de R² de respectivamente 0,9926, 0,9994 e 0,9951. Os limites de detecção (LD) foram de 0,1 ng mL⁻¹ para DIE e FEN e de 0,05 ng mL⁻¹ para SIB. O coeficiente de variação inter-dia variou de 3,89% a 5,47% e a recuperação relativa média,

determinada para três níveis de concentração, foi superior a 90,0%.

Na Figura 1 é mostrado um cromatograma de uma amostra de urina “contaminada” com os referidos estimulantes anfetamínicos e extraída de acordo com o procedimento otimizado.

Na aplicação do método, dentre os três estimulantes anfetamínicos avaliados, apenas o fenproporex (FEN) foi encontrado em uma das vinte amostras de urina analisadas, com uma concentração de 634,6 ng mL⁻¹.

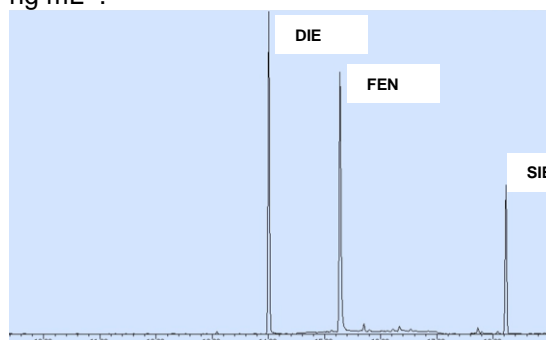


Figura 1. Cromatograma (GC-MS) de um extrato obtido a partir de uma *spike* em urina na concentração de 100 ng mL⁻¹.

Conclusões

A microextração líquido-líquido dispersiva (DLLME), demonstrou ser uma técnica bastante eficaz para a determinação de derivados anfetamínicos, na sua forma inalterada, em urina, quando analisados por GC-MS. A capacidade de pré-concentração da técnica é um dos seus atributos mais relevantes, sendo aplicável ainda que os analitos estejam em baixas concentrações. Finalmente, cabe destacar que o método analítico desenvolvido (DLLME - GC-MS) demonstrou ser uma opção altamente viável para análises forenses, considerando a sua sensibilidade, rapidez de execução e o uso de pequenos volumes de solvente, podendo assim ser facilmente implementada em laboratórios de toxicologia, no âmbito da polícia científica.

Agradecimentos

DPT, CNPq, FAPESB, FINEP, CAPES, INCT E&A

¹ Strano-Rossi, S.; Molaioni, F.; Botrè, F. *J. Analytic. Tox.* May/Jun 2005, 29.

² Rezaee, M., Assadi, Y., Milani Hosseini, M.-R., Aghaee, E., Ahmadi, F., Berijani, S. *J. Chromatogr A*, 2006, 1116.