

Otimização dos parâmetros de extração por SPME-HS para análise de canabinóides em cabelo por GC-MS/MS

Elissandro S. Emídio (PG)*, Vanessa de M. Prata (IC), Sandro Navickiene (PQ), Haroldo S. Dórea (PQ)

Laboratório de Análise de Compostos Orgânicos Poluentes (LCP). Departamento de Química. Universidade Federal de Sergipe. Av. Marechal Rondon, s/n. Jardim Rosa Elze. São Cristóvão-SE. Tel: (79) 2105-6654.

*e-mail: elissandro_se@yahoo.com.br

Palavras Chave: SPME, canabinóides, cabelo, GC-MS/MS

Introdução

O consumo de drogas de abuso tem criado diversos problemas de ordem moral, social e econômica, além de não possuir fronteiras de classes sociais, educacionais, religiosas etc. A análise toxicológica, portanto, é um recurso indispensável para confirmar a exposição de pessoas a essas drogas. Os resultados são de grande importância para profissionais envolvidos no tratamento da dependência ou no controle e prevenção ao uso de drogas lícitas e ilícitas. Dependendo da finalidade da análise, diversos espécimes biológicos podem ser utilizados¹. Atualmente, o cabelo é reconhecido como o terceiro principal espécime biológico para análises de drogas, ao lado da urina e do sangue. A coleta de amostras de cabelo é um processo simples, não invasivo, sendo difícil sua adulteração². Este trabalho tem a finalidade de otimizar os principais parâmetros que norteiam a Microextração em Fase Sólida (*Solid Phase Microextraction*, SPME) para a determinação dos canabinóides: Δ^9 -tetraidrocannabinol (THC), canabidiol (CBD) e canabinol (CBN) em cabelo humano (cabeça) por GC-MS/MS.

Resultados e Discussão

Para o desenvolvimento das condições cromatográficas na análise dos canabinóides foi utilizado o GC-ion trap-MS/MS, CP-3800, Varian, com coluna capilar VF-5MS (30m x 0,25mm x 0,25 μ m). Programação de temperatura do forno: 150°C (1min); 150-280°C a 15°C.min⁻¹ por 9 min. Gás de arraste: Hélio, fluxo de 0,6 mL.min⁻¹. Temperatura do injetor (*split/splitless*) e interface foram 250°C e 280°C, respectivamente. Os íons pai (íon de maior intensidade – íon base) foram selecionados para cada canabinóide a partir do fragmentograma referente a cada pico obtido nas análises no modo SCAN. Estudo do AMD (Automated Method Development) foi realizado para a obtenção dos íons filhos que são formados a partir da colisão que induz a dissociação (CID – collision induced dissociation). Posteriormente, o espectrômetro de massas foi operado no modo tandem (MS/MS). Os íons pai (m/z), energia de excitação (modo não-ressonante) e íons filhos (m/z) selecionados foram, respectivamente: (THC - 314, 89 volts, 299 e 243); (CBD- 231, 74 volts, 174);

(CBN - 295, 88 volts, 238); (THC-d3 – padrão interno, 317, 90 volts, 302 e 234). As amostras de cabelo foram descontaminadas previamente com éter de petróleo, água destilada e novamente com éter de petróleo em ultra-som por 10 min. A digestão do cabelo foi realizado pela hidrólise alcalina com 1mL de NaOH (1 mol.L⁻¹) a 90°C por 20 minutos; o pH foi ajustado a aproximadamente 10 com H₂SO₄ (0,5 mol.L⁻¹). O planejamento univariado (tabela 1) foi utilizado para o estudo de otimização dos parâmetros de SPME, sendo estes: pH (4; 7; 10), temperatura (50; 70; 90°C); massa de cabelo (10; 20; 40 mg); tempo de adsorção (20; 30; 40 min); tempo de dessorção (5; 10 min); força iônica (NaCl; Na₂CO₃); tempo de saturação (10; 20min). Para extração dos analitos utilizou-se a fibra PDMS 100 μ m no modo *headspace* em um vial de 10 mL. Todos os experimentos foram realizados em triplicata, com concentração de 4,0 ng.mg⁻¹ de cada canabinóide na matriz.

Tabela 1. Resultados do planejamento univariado.

Parâmetros	Valores otimizados
pH	10
Temperatura	90°C
Massa de cabelo	10 mg
Tempo de adsorção	40 min
Tempo de dessorção	10 min
Força iônica	25% (m/v) - Na ₂ CO ₃
Tempo de saturação	10 min

Conclusões

Os parâmetros de SPME foram definidos com as melhores respostas das drogas analisadas. O método é adequado para a utilização de cabelo como amostra biológica para determinação de canabinóides utilizando SPME com GC-MS/MS.

Agradecimentos

A FAPITEC-SE pela bolsa concedida e ao CNPq pelo apoio financeiro

¹ Silva, O. A.; Yonamine, M. Drug abuse among Brazilian workers. Rimini: European Workplace Drug Testing Society, 2000. 56.

² Kintz, P.; Samyn, N. *Ther. Drug. Monit.* 2002, 29, 239.