

Emprego da Extração Líquido-Líquido com Partição à Baixa Temperatura para Determinação de Cocaína em Sangue por GC-MS.

Elisangela J. Magalhães¹ (PG), Clésia C. Nascentes^{1*} (PQ), Rodinei Augusti¹ (PQ), Maria Eliana L.R. Queiroz² (PQ), clesia@qui.ufmg.br

1 – Departamento de Química, UFM, Av. Antônio Carlos 6627, Pampulha, Belo Horizonte, MG.

2 - Laboratório de Química Analítica (LAQUA), Departamento de Química, UFV, Viçosa, MG.

Palavras Chave: cocaína, sangue, ELL-PBT, GC-MS

Introdução

A cocaína (COC) é uma droga ilícita consumida por 0,7 % da população brasileira. O uso abusivo de COC está relacionado a situações criminais, quer por sua baixa dose letal (pode levar a situações de overdose com relativa facilidade), quer pelos efeitos desencadeados no usuário, que se torna mais agressivo e violento¹. Para identificação e quantificação de drogas, a ciência forense requer métodos de análise caracterizados pela ampla aplicação e alta especificidade. Neste contexto, o presente trabalho objetivou desenvolver um método para determinação de cocaína em amostras de sangue baseado na extração líquido-líquido com partição à baixa temperatura (ELL-PBT) e quantificação por GC-MS.

Resultados e Discussão

Para otimização do método, 1,0 mL de um "pool" de amostras de sangue (brancas, coletadas de 10 voluntários, não-usuários de cocaína) fortificadas com 1,0 µg mL⁻¹ de cocaína foram acrescidas de 1,0 mL de tampão. O método de ELL-PBT foi aplicado a essas amostras. Esse método consiste em formar uma fase única entre a matriz (sangue) e o solvente extrator (acetoneitrila) na proporção de 1:2. Após agitação em vórtex por 30s as amostras são resfriadas -20 °C *over night*. A acetoneitrila, contendo a cocaína, é então separada da amostra (congelada) por filtração. As análises cromatográficas foram realizadas em um cromatógrafo a gás Shimadzu QP2010 GC (Columbia, MD) acoplado com um espectrômetro de massas com analisador do tipo quadrupolo (GC-QMS). O GC/MS operou com linha de transferência e fonte à 230 °C. A separação cromatográfica foi conduzida em uma coluna Restek RTx-5MS (30 m de comprimento, 0,25 mm de diâmetro interno e 0,25 µm de espessura do filme). Hélio foi empregado como gás carreador a um fluxo de 1,2 mL min⁻¹. O injetor do GC operou a 240 °C no modo *splitless*. A programação da coluna foi: 100°C/2 min; taxa de 30 °C min⁻¹ até 230°C (5 min); e 70 °C min⁻¹ até 300°C com isoterma de 2 min.

Após uma avaliação preliminar de alguns fatores, realizou-se um planejamento composto central para se determinar o pH e o volume de acetoneitrila que conduziria à melhor eficiência de extração. Pelos

resultados obtidos verificou-se que o volume de acetoneitrila é o fator mais crítico e que maiores volumes aumentam a eficiência de extração. De forma univariada, avaliou-se o efeito *salting out* e verificou-se que a adição de NaCl melhorou a extração.

O método otimizado consistiu de: 1,00 mL de sangue foi acrescido de 1,00 mL de solução tampão pH 9,82. Acrescentou-se NaCl a fim de obter uma concentração de 1,0 mol L⁻¹ e adicionou-se 4,00 mL de acetoneitrila. A mistura foi submetida ao procedimento descrito anteriormente.

Após otimização o método foi validado e os parâmetros de mérito obtido estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1. Parâmetros de mérito obtidos na determinação de cocaína em sangue após o procedimento de ELL-PBT e análise por GC-MS

Curva de calibração	Matrizada
Faixa Linear (µg L ⁻¹)	5 a 1000
Coefficiente de correlação (R)	0,9998
LD (µg L ⁻¹)	1,1
LQ (µg L ⁻¹)	3,7
Precisão (CV, %) ^a	6,1 a 7,7
Recuperação (%) ^a	79,2 a 91,7

^aNíveis avaliados: 50, 200 e 800 µg L⁻¹

Conclusões

Um método simples e de baixo custo foi desenvolvido para a determinação de cocaína em sangue. Os parâmetros de mérito obtidos são adequados à aplicação do método em laboratórios de química forense, uma vez que o limite de quantificação, a precisão e a exatidão foram satisfatórios.

Agradecimentos

CNPq, FAPEMIG, CAPES

¹ Janicka, M., Kot-Wasik, A. et al. *Trac-Trends in Analytical Chemistry*, 2010 29, 209.