

Introdução

O uso crescente de cocaína, principalmente na forma de base livre, o *crack*, é considerado uma epidemia que preocupa a população e as autoridades, uma vez que o aumento do uso de drogas aumenta também a criminalidade e a insegurança da população. O *crack* é muito pouco solúvel em água, porém volatiliza-se facilmente, necessitando de uma temperatura de aproximadamente 98 °C para ser fumado. A administração pela via respiratória facilita a absorção e a chegada rápida ao SNC, produzindo efeitos intensos da cocaína em poucos segundos.

A cromatografia líquida (CL) é amplamente utilizada na área forense para análise de cocaína e seus produtos de degradação e pirólise. No entanto, esses produtos são na sua maioria moléculas pequenas, muito polares e com caráter anfotérico que dificultam a análise usando a cromatografia em fase reversa (CL-FR).

Uma alternativa na cromatografia líquida de alta eficiência em fase-reversa para a separação de compostos polares é a cromatografia líquida de interação hidrofílica (HILIC), uma variação da cromatografia líquida em fase-normal compatível com fase móvel de fase reversa tornando a técnica compatível com diversos detectores como os de massas (EM) e aerossol carregado (CAD).

Objetivo

O objetivo deste trabalho foi utilizar a cromatografia líquida por interação hidrofílica (HILIC) para determinar cocaína (COC), seus produtos de degradação, benzoilecgonina (BZE) e ecgonina (ECG), seus produtos de pirólise, anidroecgonina (AEC) e éster de metilanidroecgonina (AEME), e também levamisol (LEV), um contaminante muito comum nas apreensões.

Materiais e métodos

Os padrões foram sintetizados e caracterizados no laboratório de química farmacêutica em parceria com a Polícia Federal do RS. A detecção de todas as substâncias foi realizada utilizando dois detectores: CAD e UV, conectados em série. O método foi desenvolvido utilizando uma coluna Phenomenex Kinetex HILIC (150 mm x 4,6 mm I.D.; 2,6 µm), fase móvel acetronitrila: tampão acetato de amônia 10 mM, pH 6,3 (75:25; v/v) com um fluxo de 0,8 mL/min e temperatura do forno a 30 °C. A detecção foi realizada por UV em 200 nm e por CAD sob uma pressão de nitrogênio de 35 psi e faixa de 100 pA.

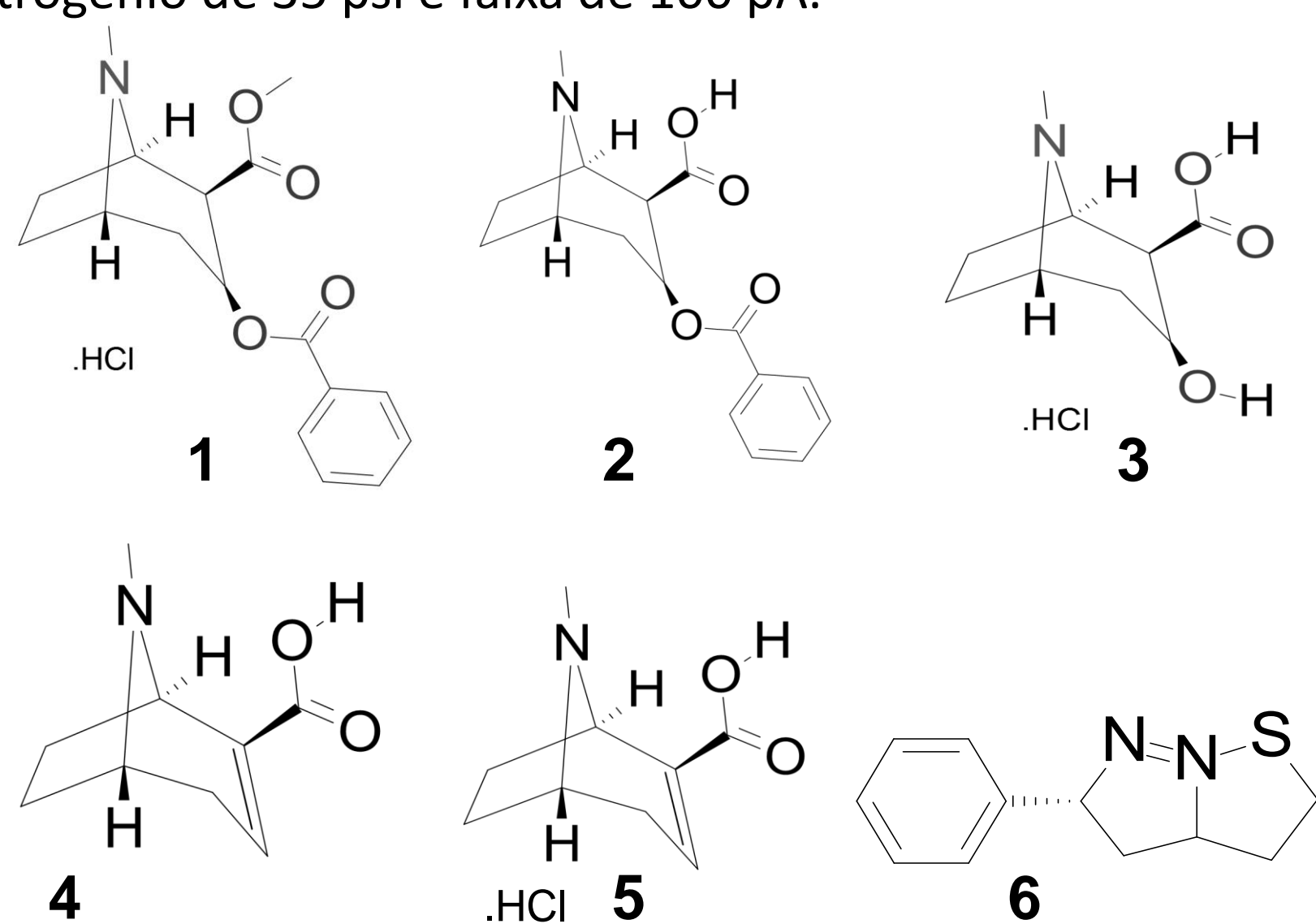


Figura 1. Estruturas químicas de cloridrato de cocaína (1), benzoilecgonina (2), cloridrato de ecgonina (3), metil-éster da anidroecgonina (4), cloridrato de anidroecgonina (5) e levamisol (6).

Resultados e Discussão

O método demonstrou-se específico frente a diferentes adulterantes possíveis: lidocaína, cafeína, fenacetina, epinefrina e manitol demonstrado na figura 2. As curvas construídas para as substâncias COC, AEC, ECG, BZE e AEME da área em relação a concentração dos analitos demonstraram ser lineares na faixa entre 40 e 120 µg/mL. Os coeficientes de correlação (r) para todos analitos ficaram acima de 0,99 em ambos os detectores. O estudo de ANOVA demonstrou regressão linear significativa ($P > 0,05$) e desvio de linearidade não significativo ($P > 0,05$). A precisão foi avaliada através da repetibilidade do método pela análise de seis replicatas na concentração média da curva (80 µg/mL) preparadas no mesmo dia e nas mesmas condições. Os valores revelam que os desvios padrão relativo (DPR) para os dois detectores são bastante próximos e abaixo de 2,0% para todos os compostos. A precisão interdia foi realizada em três dias diferentes analisando seis replicatas na concentração de 80 µg/mL, tendo valores de DPR abaixo de 2,0% para todos os compostos em ambos os detectores. A exatidão foi inferida após o estabelecimento da linearidade, seletividade e precisão. Os valores obtidos para a exatidão para todos os compostos usando o detector CAD ficaram entre 97,0 e 101,5%, e para o detector de UV ficaram entre 99,5 e 101,5%. Os resultados encontrados para a precisão e exatidão revelam que o método possui uma boa exatidão e precisão dentro da faixa selecionada para a linearidade.

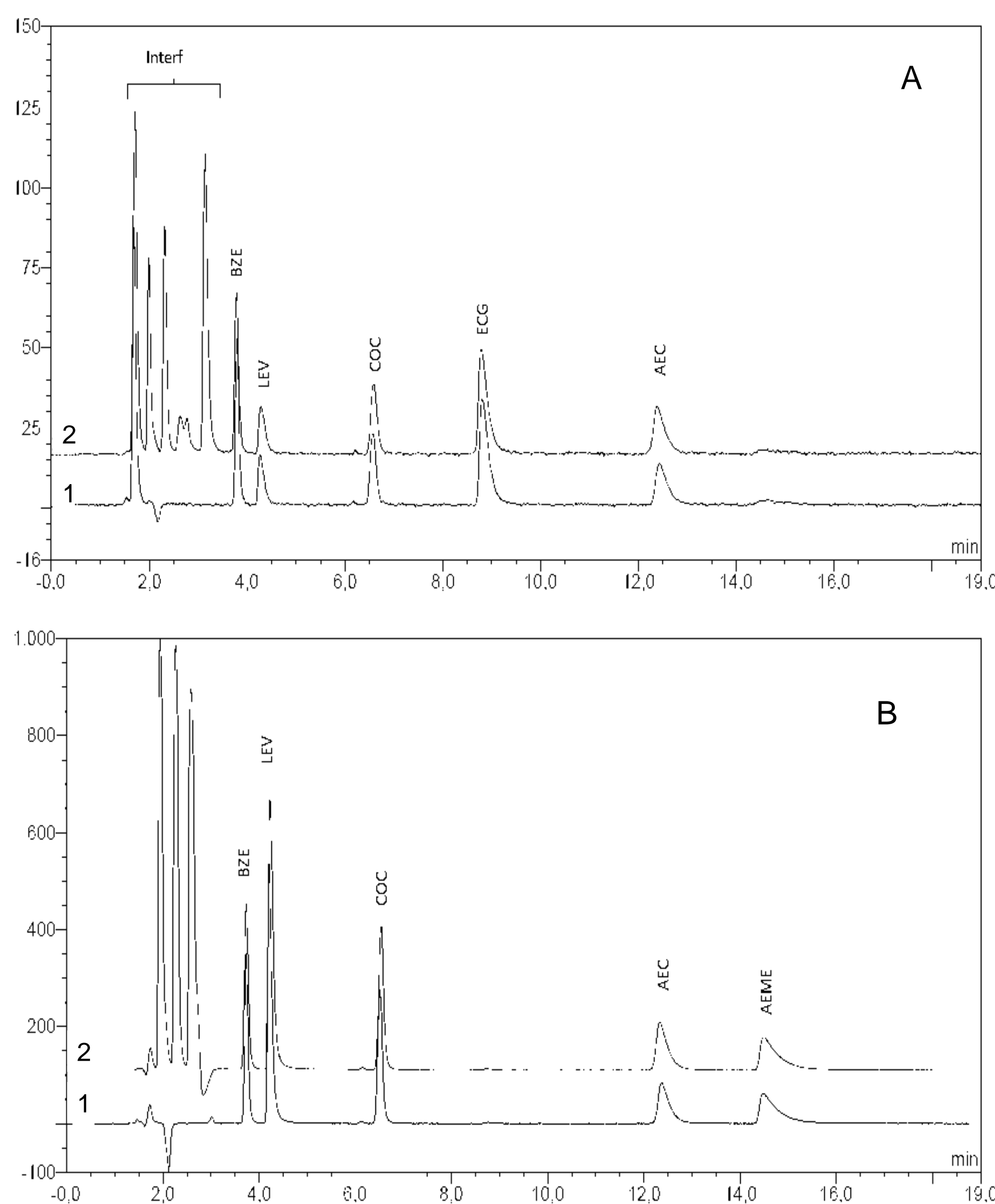


Figura 2. Cromatogramas sobrepostos da solução controle (1) e da solução adicionada de interferentes (2) para CLAE-CAD (A) e CLAE-UV (B).

Conclusão

Os dois métodos foram validados quanto à seletividade, linearidade, precisão, exatidão, limite de quantificação limite de detecção e estabilidade com sucesso. Os métodos por CLAE-CAD e CLAE-UV podem ser intercambiáveis para cloridrato de anidroecgonina, benzoilecgonina, cloridrato de cocaína e cloridrato de levamisol. O uso dos métodos em série permite a detecção do cloridrato de ecgonina e éster metílico da anidroecgonina em uma mesma análise.

Referências

- USP 34. The United States Pharmacopeia. 35th ed. Rockville: United States Pharmacopoeial Convention, 2011
 Conference I, Harmonisation ON, Technical OF, For R, Of R, For P, et al. ICH H ARMONISED T RIPARTITE G UIDELINE V ALIDATION OF A NALYTICAL P ROCEDURES : 2005;1994(November 1996).
 Imeling S, Ilko D, Holzgrabe U. Charged aerosol detection in pharmaceutical analysis. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis [Internet]. 2012; Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jpba.2012.03.019>

Agradecimentos