

# Development and validation of a GC-FID method for the quantitation of minor alkaloids in cocaine

Dina R. da Silva<sup>1</sup> (PG), Adriano O. Maldaner<sup>2\*</sup> (PQ)

\* [adriano.aom@dpf.gov.br](mailto:adriano.aom@dpf.gov.br)

1- Instituto de Química, Universidade de Brasília– Brasília/DF

2- Instituto Nacional de Criminalística – Polícia Federal - SAIS Quadra 7 Lote 23 – Brasília/DF

Palavras Chave: *cocaine, minor alkaloids, chemical profiling*

## Abstract

The evaluated figures of merit complies lab requirements, with suitable linearity, precision, robustness, selectivity and LOD/LOQ.

## Introdução

A análise dos alcaloides minoritários da cocaína (substâncias presentes em concentrações menores que 1% m/m), que ocorrem naturalmente nas folhas de coca ou são gerados durante a produção clandestina e/ou armazenamento da droga, pode ser utilizada para estabelecer correlações químicas (*links*) entre amostras de diferentes apreensões e, dessa forma, desempenhar um papel importante na obtenção de dados relacionadas ao perfil químico da droga.

Uma vez que o estabelecimento de métodos analíticos para análises de drogas de abuso é uma tarefa de grande importância nos serviços de química forense, que os utilizam tanto para produção de provas materiais quanto na obtenção de dados de inteligência, este trabalho propõe o desenvolvimento e a validação de método para a identificação e quantificação de compostos minoritários em amostras de cocaína provenientes de apreensões policiais, utilizando cromatografia gasosa com detector de ionização em chama (CG-DIC), após derivatização com solução de N-metil-N-TMS-trifluoroacetamida / Piridina (MSTFA/Py).

O método deve ser capaz de identificar e quantificar simultaneamente os seguintes alcaloides minoritários (*Minor*) em amostras de cocaína (Tabela 1): anidroecgonina metil éster (AEME), anidroecgonina (AE), metilecgonina (ME), tropacocaína (TRO), norcocaína (NOR), N-formilcocaína (NFC), trimetoxicocaína (TRI), ecgonina (EC), benzoilecgonina (BE) e *trans*-cinamoilcocaína (TCC).<sup>1</sup>

## Resultados e Discussão

Para as análises, 10,00 mg da amostra é pesada diretamente em frasco lacrável (*vial*) de 2 mL, dissolvida em 500 µL solução clorofórmio/Py (5:1) contendo 0,3 mg/mL de heneicosano (padrão interno) e derivatizada após adição de 100 µL de MSTFA, lacreção do *vial* e aquecimento em bloco (*heat block*) a 80°C por 60 minutos. As soluções preparadas são injetadas diretamente no CG-DIC.

Para o desenvolvimento do método e experimentos da validação, foram utilizadas amostras de cocaína de referência (cloridrato e base livre), que apresentavam em sua composição os compostos alvo analisados.

O método foi avaliado quanto à linearidade (*Lin*), seletividade (*Sel*), limite de detecção (*LD*), limite de quantificação (LQ) e precisão / repetitividade do método [*CV% (met)*] e repetitividade instrumental [*CV% (instr)*] (Tabela 1).

Os critérios de aceitação utilizados constam do sistema de gestão da qualidade do laboratório de química forense do INC/PF: Resolução (*Rs*) > 1,5; Precisão (*CV%*) > 10%; Linearidade  $R^2 > 0,998$ .

Tabela 1. Figuras de mérito da validação.

Minor	Lin (R <sup>2</sup> )	Sel (Rs)	LD (ppm)	LQ (ppm)	CV% (met)	CV% (instr)
AEME <sup>1</sup>	0,999	12,8	6,3	20,9	4,2	2,6
AE <sup>2</sup>	0,999	4,6	5,0	16,6	2,3	1,2
ME <sup>1</sup>	0,999	10,5	5,1	17,0	2,3	0,1
TRO <sup>1</sup>	0,999	1,7	6,1	20,2	4,3	0,9
NOR <sup>1</sup>	0,999	3,8	5,5	18,2	9,8	0,5
NFC	0,999	8,8	7,0	23,3	n.d. <sup>3</sup>	n.d. <sup>3</sup>
TRI <sup>2</sup>	0,999	30,9	6,5	21,6	2,8	1,3
EC <sup>1</sup>	0,999	1,2	7,5	25,0	2,3	0,7
BE <sup>1</sup>	0,999	8,1	8,2	27,3	3,1	0,8
TCC <sup>1</sup>	0,999	5,5	12,0	39,9	1,8	0,2

<sup>1</sup> analito presente em amostra de cloridrato de cocaína controle;

<sup>2</sup> analito presente em amostra de cocaína base controle; <sup>3</sup> n.d.: não determinado (N-formilcocaína < LQ nas amostras controle).

## Conclusões

As figuras de mérito obtidas para o método de quantificação de alcaloides minoritários foram consideradas adequadas aos objetivos do projeto de pesquisa de perfil químico da cocaína e atendem aos requisitos do sistema de gestão da qualidade do laboratório de química forense do INC/PF.

A avaliação da precisão intermediária e de exatidão encontra-se em andamento no escopo do projeto.

## Agradecimentos

CAESB, SEPLAB/INC/PF, FINEP/MCT (01.09.0275-00)

<sup>1</sup> Esseiva, P.; Gaste, L.; Alvarez, D.; Anglada, F. *Forensic Science International* **2011**, *207*, 27.