

## PREPARAÇÃO DE PADRÕES PARA ANÁLISE DE COCAÍNA A PARTIR DE FARMÁCOS APREENDIDOS PELA RECEITA FEDERAL

BRUNO NUNES DA ROSA<sup>1</sup>; BRUNA SILVEIRA PACHECO<sup>2</sup>; CAROLINE NICOLODI<sup>2</sup>; KATHLEEN TAVARES WINKEL<sup>2</sup>; CAROLINE CARAPINA DA SILVA<sup>2</sup>; CLAUDIO MARTIN PEREIRA DE PEREIRA<sup>3</sup>

<sup>1</sup>*Universidade Federal de Pelotas – brunondrosa@gmail.com*

<sup>2</sup>*Universidade Federal de Pelotas – pacheco.sbruna@gmail.com*

<sup>2</sup>*Universidade Federal de Pelotas – caroline\_nicolodi@hotmail.com*

<sup>2</sup>*Universidade Federal de Pelotas – kathwinkel@gmail.com*

<sup>2</sup>*Universidade Federal de Pelotas – carapina7@hotmail.com*

<sup>3</sup>*Universidade Federal de Pelotas – claudiochemistry@gmail.com*

### 1. INTRODUÇÃO

A cocaína é uma droga estimulante do sistema nervoso central e forte anestésico local, cujos efeitos apresentam curta duração de acordo com o modo de uso, ocasionando posteriormente estado de depressão (OGA, 2008). A droga é comumente consumida na forma de sal, o cloridrato de cocaína, ou na forma de pasta base, o crack (CONCEIÇÃO, 2014). O cloridrato de cocaína é solúvel em água, podendo ser administrado por aspiração ou injeção intravenosa. Já o crack é encontrado na forma de pedra e tem o seu uso mais facilmente quando aquecido, onde o princípio ativo é volatilizado e administrado pela fumaça (CARVALHO, 2016). Cabe salientar que, a cocaína tem o seu uso proscrito no Brasil segundo a portaria nº 344 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) e seu porte é caracterizado como crime.

Segundo o World Drug Report de 2014 realizado pelo Escritório das Nações Unidas Sobre Drogas e Crime (UNODC), a América Sul está entre os principais produtores e distribuidores da droga. Ressaltando o Brasil, devido à sua localização geográfica e população, é um dos países que mais faz o uso e o tráfico do estimulante, ocasionando diversos problemas sociais e de saúde pública. Nesse sentido, para aumentar o lucro de venda da droga no mercado ilícito, vários adulterantes são adicionados à cocaína a fim de aumentar seu volume. O estudo desses adulterantes na cocaína desempenha um papel importante nas ciências forenses, uma vez que, a partir da caracterização dos mesmos pode-se distinguir ou fazer conexões entre diferentes fontes e rotas de tráfico (FLORIANI, 2013). Estudos já revelam que os adulterantes mais encontrados na cocaína da América do Sul são cafeína, lidocaína e benzocaína (COLE, 2010). Desse modo, para que esses compostos sejam utilizados como padrão em análises forenses, faz-se necessário que as substâncias estejam puras. Para isso, podem ser utilizados processos químicos como a recristalização.

A purificação de sólidos por recristalização baseia-se em diferenças de solubilidade em um solvente ou misturas de solventes. Dessa forma, o processo consiste na dissolução da substância impura no solvente apropriado; filtração da solução quente para separar partículas insolúveis e poeira; deixar a solução quente esfriar, formando assim os cristais do composto dissolvido; e a secagem dos cristais (VOGEL, 1989), que por fim podem ser avaliados por ponto de fusão e cromatografia.

Nesse sentido, o presente trabalho tem como objetivo purificar, por meio de recristalização, a cafeína, a lidocaína e a benzocaína proveniente de apreensões

da Receita Federal Brasileira, a fim de posterior utilização como padrão na análise de cocaína.

## 2. METODOLOGIA

Em um erlenmeyer de 125 mL, foram pesados 250 mg de cafeína e adicionados 20 mL de acetato de etila e aquecido à 70 °C sob agitação. Após 10 min foram adicionados 5 mL de diclorometano. Quando houve total solubilização, a solução foi filtrada ainda quente e deixada resfriar a temperatura ambiente. Feito isso, os cristais formados foram filtrados. Da mesma forma foi feito para benzocaína e lidocaína, porém utilizando 20 mL de hexano e 5 mL de acetona como solventes.

O ponto de fusão dos compostos foi obtido em triplicata em um equipamento Fisatom 430. Além disso, foram analisados por cromatografia gasosa com detector de ionização em chama (GC-FID) modelo (Shimadzu - QP-2010) com uma coluna capilar Elite-Wax (30 m x 0,25 mm i.d. x 0,25 µm); e cromatografia gasosa acoplado aacoplado à espectrometria de massas (GC-MS) modelo GC-MS-QP 2010SE (Shimadzu, Japão) equipado com autoinjetor AOC-20i. Foi utilizada uma coluna capilar Rtx- 5MS 30m x 0,25mm x 0,25µm (PerkinElmer, EUA)

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

De acordo com os fármacos apreendidos pela receita federal, foi confirmada a estrutura molecular por espectrometria de massas para os compostos, como ilustrado na Figura 1.

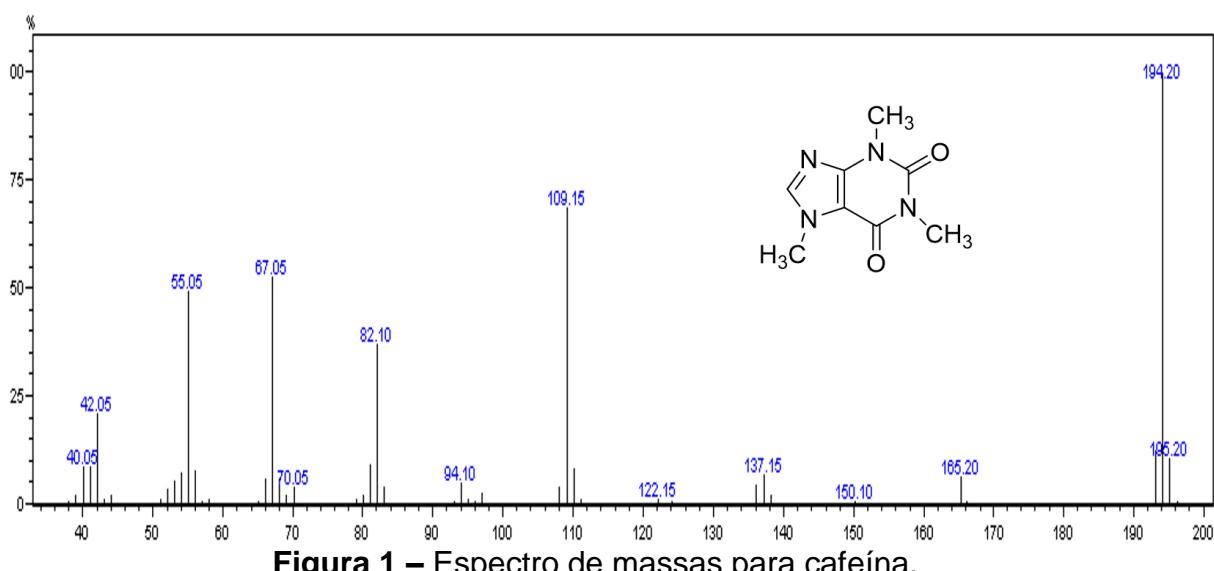


Figura 1 – Espectro de massas para cafeína.

O espectro de massas mostra o íon molecular do composto em 194 m/z referente ao peso molecular da cafeína, confirmando sua estrutura. Bem como fragmentos característicos da molécula em 109, 82 e 67 m/z.

A partir das recristalizações feitas para a cafeína, a benzocaína e a lidocaína foi possível determinar o rendimento do produto recristalizado, bem como o ponto de fusão experimental, de acordo com a Tabela 1.

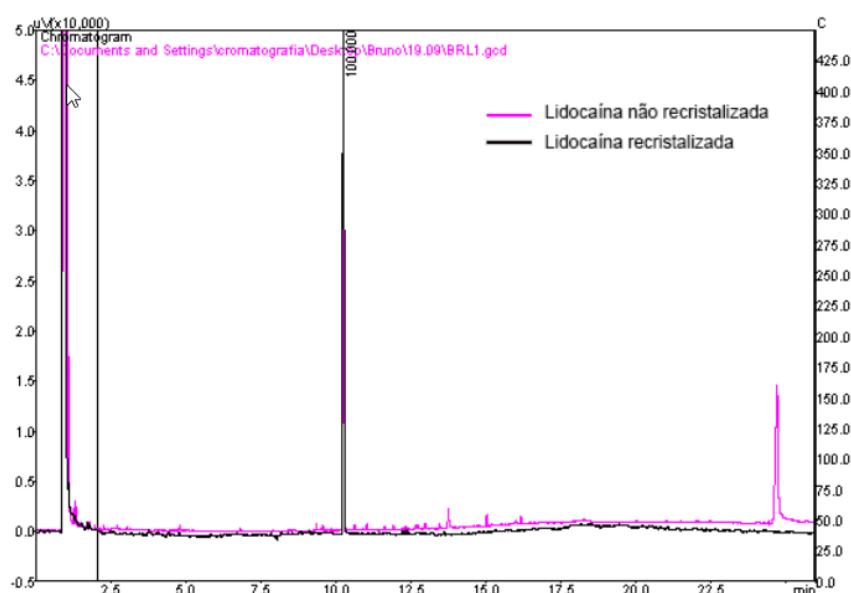
**Tabela 1** – Ponto de fusão e rendimento da recristalização para cafeína, benzocaína e lidocaína.

Composto	Ponto de Fusão Exp. Não Recristalizado (°C)	Ponto de Fusão Exp. Recristalizado (°C)	Ponto de Fusão Lit.* (°C)	Rendimento Recristalização (%)
Cafeína	228-233	230-233	235	74,8
Benzocaína	82-85	87-89	89-92	84,7
Lidocaína	69-73	69-70	68	70,7

\*Merck Index

Por meio dos pontos de fusão, pode-se observar que os compostos não recristalizados tiveram uma faixa maior de temperatura do que os recristalizados, e ambos com proximidade ao encontrado na literatura. Enquanto que o rendimento se demonstrou satisfatório, uma vez que, dificilmente será obtida toda a massa adicionada para recristalização.

Além disso, por meio da cromatografia gasosa, foram obtidos os cromatogramas para os compostos na forma purificada e não purificada, como exemplificado na Figura 2, onde é apresentada a sobreposição dos cromatogramas da lidocaína (não recristalizada e recristalizada).



**Figura 2** – Cromatogramas para lidocaína recristalizada e não recristalizada.

De acordo com os cromatogramas de GC-FID para os compostos, pode-se observar que houve variação na concentração em comparação das substâncias purificadas e não purificadas. Por exemplo, para lidocaína, onde pode ser observado em rosa, o composto não recristalizado e em preto recristalizado. Com essa relação, é possível identificar que a lidocaína não recristalizada apresenta picos em 14, 15, 16 e 24 min, enquanto que a recristalizada apresentou apenas o pico referente à lidocaína em 11 min.

Cabe salientar que, de forma análoga os três fármacos foram confirmados por GC-MS, bem como tiveram a sua purificação confirmada por GC-FID.

## 4. CONCLUSÕES

Fundamentado nos resultados apresentados, pode-se concluir que a purificação da cafeína, da benzocaína e da lidocaína, apreendidas pela Receita Federal Brasileira, foi efetiva, utilizando uma metodologia de baixo custo e eficiente. Além disso, por se utilizar do aproveitamento de regentes apreendidos, tem-se um melhor custo benefício, uma vez que esses seriam descartados. Então, esses padrões preparados serão de suma importância para futuras análises forenses de amostras de cocaína, a fim de caracterizar a droga proveniente de diferentes regiões de acordo com a concentração e a frequência com que esses compostos são utilizados como adulterantes.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CARVALHO, T.C., TOSATO, F., SOUZA, L.M., SANTOS, H., MERLO, B.B., ORTIZ, R.S., RODRIGUES, R.T., FILGUEIRAS, P.R., FRANÇA, H. S., AUGUSTINI, R., ROMÃO, W., VAZ, B. G. Thin layer chromatography coupled to paper spray ionization mass spectrometry for cocaine and its adulterants analysis. **Forensic Science International**. V. 262, P. 56-65, 2016.

COLE, C., Jones, L., McVeigh, J., Kicman A., Syed, Q., Bellis, M. **A Guide to Adulterants, Bulking Agents and Other Contaminants Found in Illicit Drugs**, Centre for PublicHealth, Faculty of Health and Applied Social Sciences, Liverpool, 2010.

CONCEIÇÃO, V.N., SOUZA, L.M., MERLO, B.B., FILGUEIRAS, P.R., POPPI, R.J., ROMÃO, W. Esudo do teste de scott via técnicas espectroscópicas: um método alternativo para diferenciar cloridrato de cocaína e seus adulteratens. **Química Nova**. V. 37, No. 9. P. 1538 – 1544, 2014.

FLORIANI, G., GASPERETTO, J.C., PORTAROLO, A.G.G. Development and validation of an HPLC-DAD- method for simultaneous determination of cocaine, bezoic acid, benzoylecgonine and the main adulterants foun in products based on cocaine. **Forense Science International**. V. 235, P. 32-39, 2014.

OGA, S., CAMARGO, M.M., BATISTUZZO, J.A. **Fundamentos de Toxicologia**. São Paulo: Atheneu, 3<sup>a</sup>ed 2008.

Portaria nº 344, Agência Nacional de Vigilância Sanitária - ANVISA, 12 de maio de 1998

United Nations Office on Drugs and Crime (UNODC), **World Drug Report**. Vienna 24 de Jun de 2014. Acessado em 23 de Set de 2017. Online. Disponivel em: [https://www.unodc.org/documents/lpo-brazil/noticias/2014/06/World\\_Drug\\_Report\\_2014\\_web\\_embargoed.pdf](https://www.unodc.org/documents/lpo-brazil/noticias/2014/06/World_Drug_Report_2014_web_embargoed.pdf)

VOGEL, A.I. **Textbook of Practical Organic Chemistry**. New York: Longman Group, 5<sup>a</sup>ed 1989.