

Aplicación del Método de Dispersión de Matriz en Fase Sólida para el análisis de cannabinoides por cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas

Julián Alexander Castrillón Murcia
Instituto Nacional de Medicina Legal y Ciencias Forenses
julian.castrillon@medicinalegal.gov.co

Palabras clave: Dispersión de matriz en fase sólida (MSPD), Productos alimenticios, Cannabinoides, Cromatografía de gases, Espectrometría de masas

Introducción

Resumen

Aproximadamente desde el año 2017, la Policía Nacional allegó al laboratorio muestras de productos alimenticios tipo torta de chocolate (*Brownie*), de los cuales se sospechaba contener derivados de la marihuana, en ese momento se aplicó el procedimiento de análisis que se aplica a Cannabis en su forma vegetal. Los resultados no fueron reproducibles debido a la heterogeneidad de estos productos artesanales y en algunos casos no se lograba observar el pico cromatográfico correspondiente al delta-9-THC (FIGURA 1). En consecuencia a esto, se aplicó el método de extracción por dispersión de matriz en fase sólida (MSPD) debido a su robustez y versatilidad.

Hipótesis

- 01
- Hipótesis 1: La aplicación de la MSPD facilita la extracción de cannabinoides presentes en productos alimenticios.
- 02
- Hipótesis 2: El método de extracción de cannabinoides por MSPD es efectivo sin importar el tipo de matriz de la muestra.

Objetivos

- Aplicar el método de extracción MSPD a muestras de productos alimenticios de casos que han llegado al Laboratorio de Estupefacientes
- Analizar por Cromatografía de Gases acoplada con espectrometría de masas, los extractos obtenidos por MSPD



Investigación

Metodología

Todos los solventes utilizados en el proceso de preparación de las muestras fueron grado reactivo, adquiridos de MERCK y J.T. Baker, el agente dispersante utilizado fue Extrelut® Merck, agente de limpieza octadecilsilano (C18) fue Isolute® Biotage, el estándar interno utilizado, tetracosano, fue Sigma-Aldrich, las muestras analizadas corresponden a casos reales de productos alimenticios incautados por la Policía Nacional (IMAGEN 1): torta de chocolate, gomitas, galletas, chocolate en barra, chocolate esparcible y muestras líquidas en matrices indeterminadas, con sospechas de contener Δ9-THC, (ESQUEMA 1).

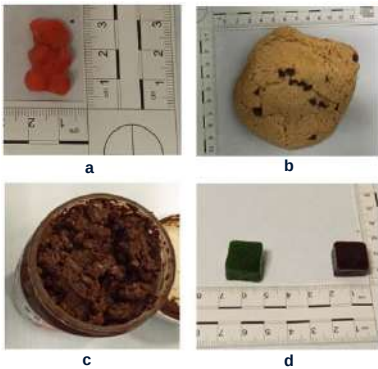
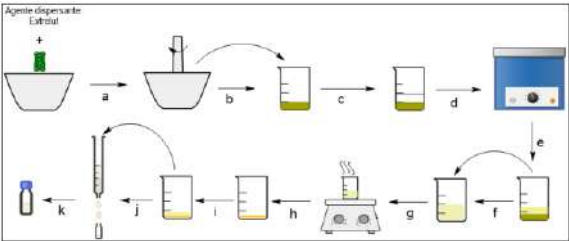


IMAGEN 1. Ejemplos de productos alimenticios que han sido objeto de análisis de cannabinoides utilizando MSPD: a. gomita de oso; b. galleta con chips de chocolate; c. chocolate esparcible Nutella®; d. gomitas.



ESQUEMA 1: procedimiento completo de la extracción de cannabinoides de productos alimenticios: a. Se homogeneiza la muestra y el agente dispersante; b. Se transfiere la mezcla a un vaso de precipitado; c. se le adiciona el mismo volumen de n-hexano; d. Se lleva a baño de ultrasonido por 15 min; e. Se deja enfriar y decantar a temperatura ambiente; f. El líquido es transferido a otro vaso de precipitado y se realiza un lavado usando el mismo volumen de n-hexano; g. El líquido es evaporado hasta sequedad con agitación magnética; h. El líquido pastoso se deja enfriar a temperatura ambiente; i. Se le adiciona entre 2 y 3 mililitros de metanol y se agita manualmente por 1 minuto; j. El líquido es transferido a un cartucho de C18 y eluido con el émbolo de la jeringa, directamente en el vial de análisis; k. se le adicionó tetracosano en solución etanólica como estándar interno.

Resultados

Con los resultados obtenidos aplicando esta metodología se confirmó la presencia de delta 9-THC en todas las muestras sospechosas analizadas (10). Se obtuvieron cromatogramas muy semejantes sin importar el producto alimenticio (FIGURA 2), donde se puede observar como picos más intensos, el estándar interno, tetracosano 5,56 min. y el pico del Δ9-THC, 6,22 min.; otros picos minoritarios en 3,4 min y 4,3 min corresponden a los ácidos grasos palmítico y oleico respectivamente.

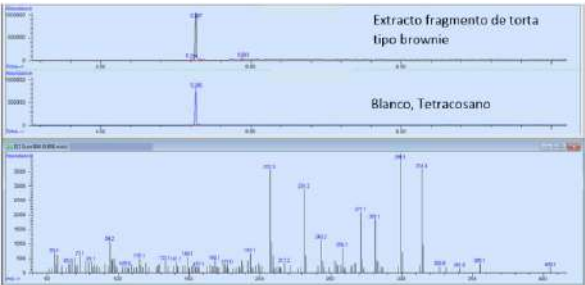


FIGURA 1. Cromatograma obtenido de un fragmento de torta de chocolate utilizando el método convencional de análisis de vegetal tipo cannabis: en 5,25 minutos se observa el pico correspondiente al estándar interno, tetracosano; y en 5,89 minutos se aprecia ligeramente el pico correspondiente al Δ9-THC. En el espectro de masas se pueden observar, el ión molecular (M/Z 314,3) y los iones fragmento (M/Z), 299, 271, 258, 243 y 231 de mayor abundancia y característicos del Δ9-THC; y adicionalmente se pueden observar iones (M/Z) provenientes de la fase estacionaria (polidimetilsiloxano) de la columna: 207 y 208, característicos de la línea base del cromatograma.

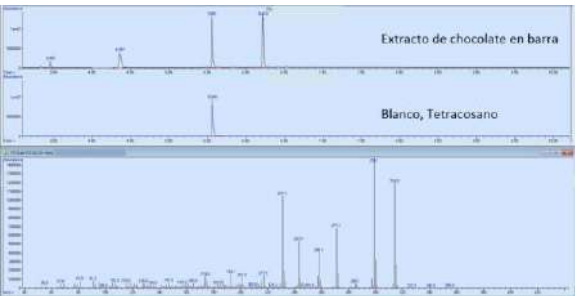


FIGURA 2. Cromatogramas del extracto de muestra de chocolate en barra y su respectivo blanco, y espectro de masas del pico cromatográfico en 6,22 min. Correspondiente al Δ9-THC

Conclusiones

Conclusiones



El método de extracción MSPD y posterior limpieza con C18 es adecuado para el análisis cualitativo de cannabinoides en diversos productos alimenticios, ya que se detectó el analito de interés (Delta-9-THC) por la técnica GC-MS, con un perfil cromatográfico resuelto con pocas impurezas y sin elevación de la línea base



El método de preparación de muestras aplicado en casos forenses, confirmó su versatilidad al ser aplicado a diferentes matrices al extraer el analito de interés, sin necesidad de utilizar equipos sofisticados.

Recomendaciones



Se recomienda validar el método, utilizando diferentes productos alimenticios en lo posible preparados en el laboratorio y con una cantidad conocida de cannabinoides adicionados, con el objetivo de evaluar el porcentaje de recuperación.



Se recomienda explorar otros agentes de limpieza que puedan retener con mayor eficacia los ácidos grasos libres que puedan contener las muestras.