

Os padrões de beleza levam a uma procura cada vez maior por métodos que promovam a perda de peso. Dentre as formulações comerciais mais comuns, destacam-se suplementos alimentares e compostos emagrecedores a base de extratos vegetais, entre eles os que contêm a associação de efedrina, sinefrina e cafeína. A efedrina e sinefrina são aminas utilizadas devido à ação termogênica por estimulação adrenérgica. Entretanto, o uso dessas tem sido associado a efeitos adversos cardiovasculares, sendo a comercialização de suplementos, em alguns casos, um risco para a saúde pública. A associação de substâncias com potencial cardiotoxico a outras substâncias sinérgicas pode ser nociva, tornando-se difícil atribuir a toxicidade a apenas um composto das combinações. É o caso da cafeína utilizada a fim de conduzir efeitos estimulatórios maiores, considerando que parece melhorar o desempenho atlético. Frente ao exposto, a preocupação com o controle de qualidade e o controle sobre a quantidade de substâncias ativas presentes nesses produtos aumentou, tornando-se necessário métodos analíticos viáveis e capazes de quantificar essas substâncias em associação. O objetivo do trabalho foi desenvolver e validar método por cromatografia gasosa com detecção de ionização de chama (GC/FID), confirmando-se a análise por GC com detector de espectrometria de massas (CG/MS). A octopamina foi incluída para fins de controle de qualidade, uma vez que essa é precursora da sinefrina na sua biossíntese, logo, produtos que contêm extratos de *Citrus* podem incluir essa substância. Por se tratarem de matrizes complexas, torna-se necessário a aplicação de uma etapa de limpeza das amostras realizada por extração em fase sólida (SPE), na qual foram utilizados cartuchos SCX pré-condicionados e eluídos com água:metanol (75:25 v/v) para retirada da cafeína e metanol:isopropanol:hidróxido de amônio (78:20:2 v/v/v) para sinefrina, efedrina e octopamina. A cafeína foi extraída por extração líquido-líquido com clorofórmio. Após a extração, procedeu-se a derivatização com acetato de etila e ATFA (1:1) a 80°C por 30 min. Realizou-se a secagem sob fluxo de nitrogênio e após a injeção em GC/FID. A validação do método foi realizada de acordo com normas da RE N°899 da ANVISA e RDC N° 27/12. Com relação ao cromatograma obtido, a separação dos analitos foi adequada, sendo o tempo de execução do método de 12 min. O tempo de retenção (TR) dos derivados de efedrina, octopamina, sinefrina e cafeína foram observados em 5,2, 5,8, 6,4 e 9,9 minutos. O tempo de análise é um fator importante, pois a aplicabilidade do método em um laboratório de rotina necessita de velocidade e versatilidade. O método demonstrou ser linear na concentração e intervalos estudados, apresentando R^2 mínima aceita de 0,99. Para aplicação do método analisou-se produtos comercializados como suplementos alimentares e compostos emagrecedores. A validação foi bem sucedida, na qual todos os parâmetros estabelecidos foram determinados e se encontraram dentro dos valores preconizados pela resolução. Com isso, o método validado pode ser instituído na rotina de laboratórios equipados com CG/FID para análise simultânea de compostos emagrecedores que possuem as quatro substâncias em associação.