



Caracterización de Extractos de Cannabis Medicinal Mediante Espectroscopía Infrarroja (FT-IR-ATR) y HPLC Combinada con Quimiometría

Characterization of Medicinal Cannabis Extracts Using Infrared Spectroscopy (FT-IR-ATR) and HPLC Combined with Chemometrics

Karla ROMERO¹, Yulibeth MORA¹, Dary MENDOZA^{1*}

¹ Grupo de Productos Naturales y Bioquímica de Macromoléculas. Universidad del Atlántico.

darymendoza@mail.uniatlantico.edu.co

Ponencia Oral 10

ABSTRACT

Regulation of medicinal cannabis production and use in Colombia has led to a nationwide boom in this industry. However, the growing popularity of these products demands the development of rapid and efficient analytical tools to verify the quality and safety of these preparations ^[1]. In this study, medicinal cannabis extracts sold in full-spectrum (n = 5) and artisanal (n = 5) formats, purchased from health food stores, were characterized. The total content of flavonoids, antioxidants, and total terpenes in the samples was evaluated using spectrophotometric methods ^[2]. High-performance liquid chromatography with a diode array detector (HPLC-DAD) was used for the quantitative determination of cannabidiol (CBD). The profile of volatile/semi-volatile compounds (terpenes and cannabinoids) was determined by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) ^[3]. Additionally, Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) combined with chemometrics (K-means, hierarchical clustering-HCA, principal component analysis-PCA, and partial least squares discriminant analysis-PLS-DA) was used to classify the samples according to their CBD content. As a result, the samples showed wide chemical variability with total flavonoid contents ranging from 65.5–1784.9 µg quercetin equivalent/mL; terpenes ranging from 216.6–455.7 µg linalool equivalent/mL; and antioxidant activity ranging from 12.71%–65.96% DPPH inhibition. The CBD concentration in the samples was 5.425–0.065 g, with two samples below the limit of quantification. Other compounds detected by GC-MS included CBD, Δ^9 -THC, Δ^8 -THC, Δ^9 -tetrahydrocannabivarin, cannabinol and cannabichromene, gamma-sitosterol, cycloecalenol, (Z, Z)-alpha-farnesene, isocaryophyllene, guaialol, and alpha-bisabolol, at varying concentrations. FT-IR-ATR analysis revealed characteristic bands associated with CBD, located between 1548-1650 cm⁻¹ and 1400-1470 cm⁻¹. Chemometric analysis was applied to the spectral data (FT-IR) of commercial samples (N = 10) and synthetic samples (N = 7). The K-means and HCA methods

REVISTA PRODUCTOS NATURALES. Abril, 2025, 6(1): 57



grouped the samples as follows: Group 1 [CBD] between 15-10 g % and Group 2 [CBD] <10 g %. PCA with the calibrators generated a model with five principal components that explained more than 95% of the data variance ($R^2 = 0.956$ and $Q^2 = 0.802$); cross-validation of the model using a test set ($N = 17$) resulted in $R^2 = 0.964$ and $Q^2 = 0.817$; this result was consistent with a PLS-AD analysis, which correctly classified 88.2% of the samples in the validation set. It is concluded that FT-IR spectroscopy combined with chemometrics can be used as a rapid screening method for the classification of commercial cannabis extracts.

Key words:

Medical cannabis, chemical characterization, cannabidiol, FTIR spectroscopy, chemometrics, discriminant analysis

RESUMEN

La regularización de la producción y uso del cannabis medicinal en Colombia ha generado un auge de esta industria a nivel nacional. No obstante, la popularidad creciente de estos productos demanda el desarrollo de herramientas analíticas rápidas y eficientes que permitan verificar la calidad y seguridad de estas preparaciones ^[1]. En este estudio, se caracterizaron extractos de cannabis medicinal de espectro completo ($n = 5$) y artesanales ($n = 5$), los cuales se adquirieron en tiendas naturistas. Se evaluó el contenido total de flavonoides, antioxidantes y terpenos totales, en las muestras, mediante métodos espectrofotométricos ^[2]. Se usó cromatografía líquida de alta eficiencia con detector UV (HPLC-UV) para la determinación cuantitativa de Cannabidiol (CBD). El perfil de compuestos volátiles/semi volátiles (terpenos y cannabinoides) se determinó mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (CG-EM) ^[3]. Además, se empleó espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FT-IR) combinado con quimiometría (K-medias, conglomerados jerárquicos-HCA, análisis de componentes principales-PCA y análisis discriminante de mínimos cuadrados parciales-PLS-DA) para la clasificación de las muestras de acuerdo con el contenido de CBD. Como resultado, las muestras mostraron amplia variabilidad química con un contenido de flavonoides totales entre 65,5 – 1784,9 μg equivalente de quercetina/mL; terpenos, entre 216,6 – 455,7 μg equivalente de linalool/mL y actividad antioxidante entre 12.71 % - 65.96 % inhibición del DPPH[•]. La concentración de CBD en las muestras fue entre 5,425 – 0,065 g %, con dos muestras por debajo del límite de cuantificación. Mediante CG-EM se detectaron otros compuestos como: CBD, Δ^9 -THC, Δ^8 -THC, Δ^9 -tetrahidrocannabivarina, cannabinol y cannabicromeno, gamma-sitosterol, clicoeucalenol, (Z, Z)-alfa-farneseno, isocariofileno, guaíol y alfa-bisabolol, en concentraciones variables. El análisis FT-IR reveló bandas características asociadas al CBD, ubicadas entre 1548 -1650 cm^{-1} y 1400-1470 cm^{-1} . El análisis quimiométrico se aplicó a los datos espectrales (FT-IR) de las muestras comerciales ($N = 10$) y sintéticas ($N = 7$). Los métodos K-medias y HCA agruparon las muestras así: Grupo 1 [CBD] entre 15 - 10 g %



REVISTA PRODUCTOS NATURALES

ISSN 1916-2413



Vol. 6 Núm. 1 (2025): I Congreso Colombiano de Productos Naturales

Disponible en línea en

<https://www.nozomiscience.org/index.php/rpn/issue/view/587>

doi: <https://doi.org/10.3407/rpn.v6i1po10>



y Grupo 2 [CBD] < 10 g %. El PCA con los calibradores generó un modelo con cinco componentes principales que explica más del 95 % de la varianza de los datos ($R^2 = 0,956$ y $Q^2 = 0,802$); la validación cruzada del modelo usando un grupo de prueba ($N = 17$) resultó en un $R^2 = 0.964$ y $Q^2 = 0.817$; este resultado fue consistente con un análisis PLS-DA, el cual clasificó de manera correcta el 88,2 % de las muestras del grupo de validación. Se concluye que la espectroscopia FT-IR combinada con quimiometría puede usarse como un método de cribado rápido para la clasificación de extractos comerciales de cannabis.

Palabras clave:

Cannabis medicinal, caracterización química, cannabidiol, espectroscopia FT-IR, quimiometría, análisis discriminante.

Agradecimientos/Acknowledgements

Esta investigación fue financiada por la “Segunda convocatoria interna para el fortalecimiento de la red institucional de semilleros de investigación (Redisia)-2022” de la Universidad del Atlántico.

Referencias/References

- [1] Analakkattillam S, Langsi VK, Hanrahan JP, Moore E. (2022). Analytical method validation for assay determination of cannabidiol and tetrahydrocannabinol in hemp oil infused products by RP-HPLC. Sci Rep, 12(1):12453. [\[DOI\]](#)
- [2] Lanzoni, D., Skřivanová, E., Rebucci, R., Crotti, A., Baldi, A., Marchetti, L., & Giromini, C. (2023). Total Phenolic Content and Antioxidant Activity of In Vitro Digested Hemp-Based Products. Foods, 12(3), 601. [\[DOI\]](#)
- [3] Ibrahim EA, Wang M, Radwan MM, Wanas AS, Majumdar CG, Avula B, et al., (2019). Analysis of Terpenes in Cannabis sativa L. Using GC/MS: Method Development, Validation, and Application. Planta Med, 85(5):431-438. [\[DOI\]](#)