

## INTRODUÇÃO

Diversos contaminantes orgânicos e inorgânicos são encontrados no meio ambiente, oriundos principalmente da atividade humana. Dentre estas substâncias, há agentes que interferem com a síntese, secreção, transporte ou eliminação de hormônios naturais que são responsáveis pela manutenção e equilíbrio do corpo, comumente conhecidos como desreguladores endócrinos. A preocupação em quantificar estes componentes em amostra ambiental vem crescendo constantemente, visto que ainda não há um método eficaz de remoção destes poluentes. Este trabalho apresenta um desenvolvimento de metodologias analíticas para quantificação de hormônios em sedimentos de rio, com o objetivo de ser utilizado posteriormente para avaliação de remoção destes, por diferentes processos.

## ANALITOS

Os compostos avaliados foram o  $\beta$ -estradiol, largamente utilizado nos tratamentos de reposição hormonal, dois de seus metabólitos (estrona e estriol) e o etinilestradiol, sendo que os três primeiros são hormônios naturais que alcançam facilmente o meio ambiente por serem constantemente eliminados na urina, e o último é um hormônio sintético extremamente potente utilizado principalmente em contraceptivos, mas usado também para engorda ilícita de gado.

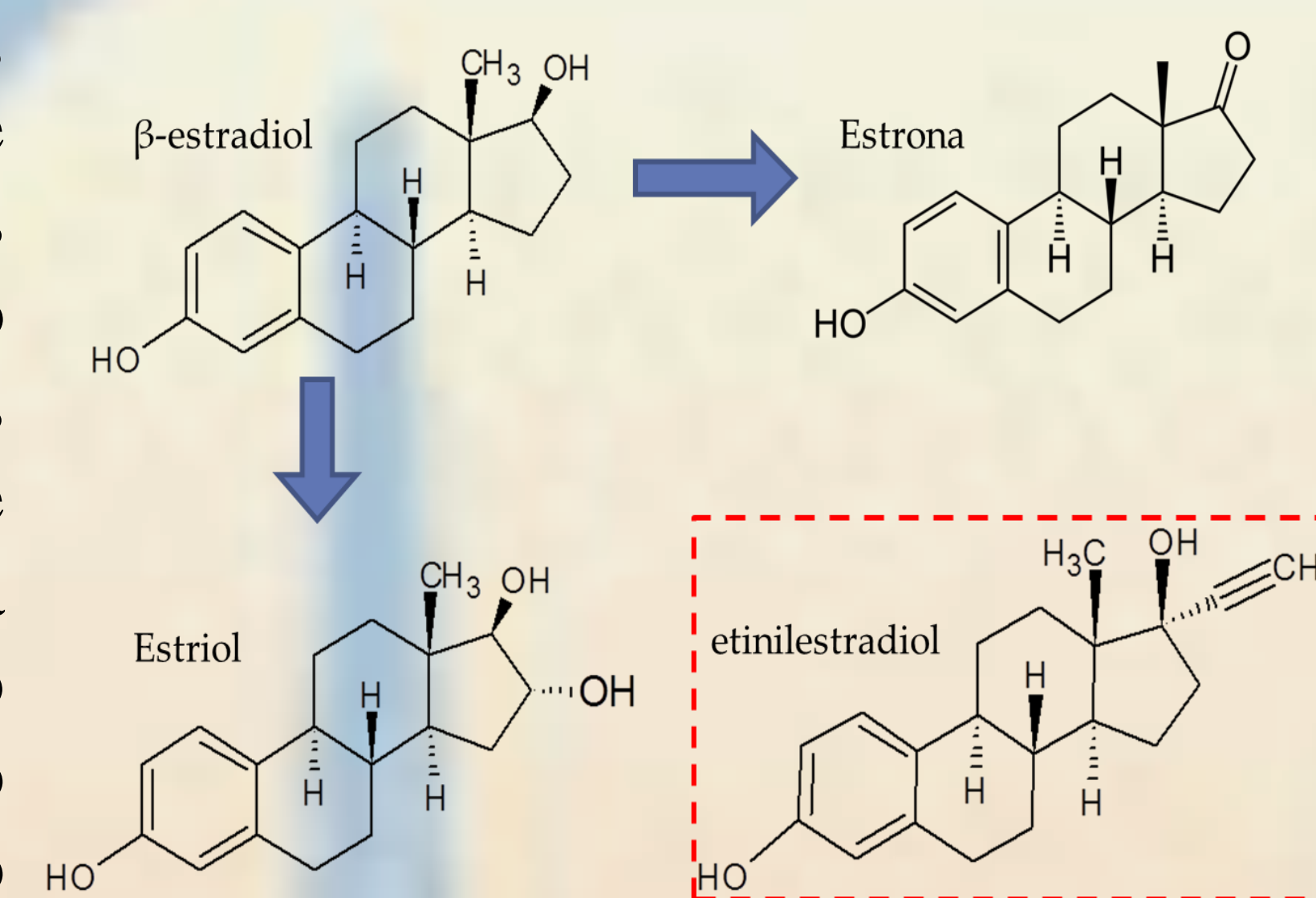
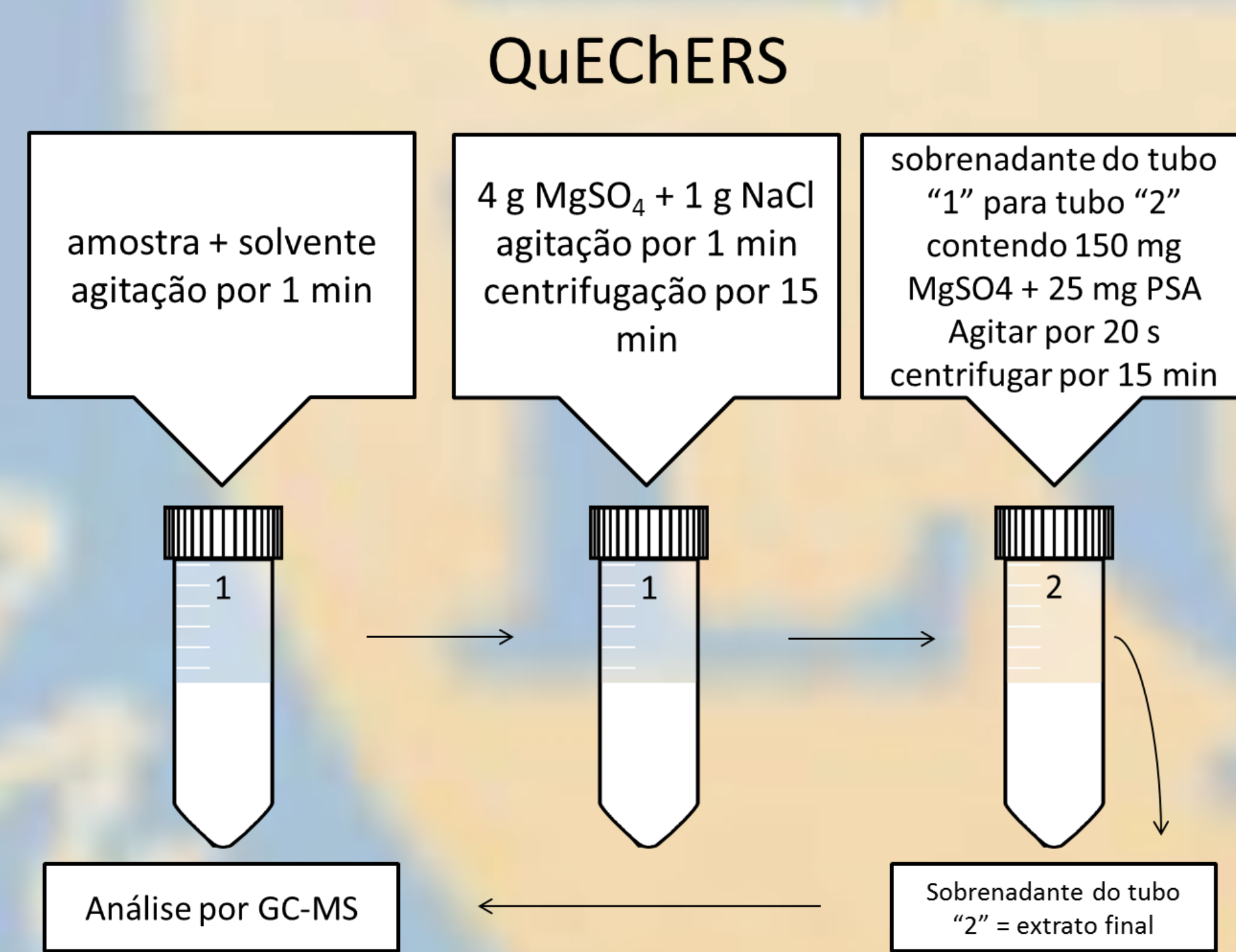


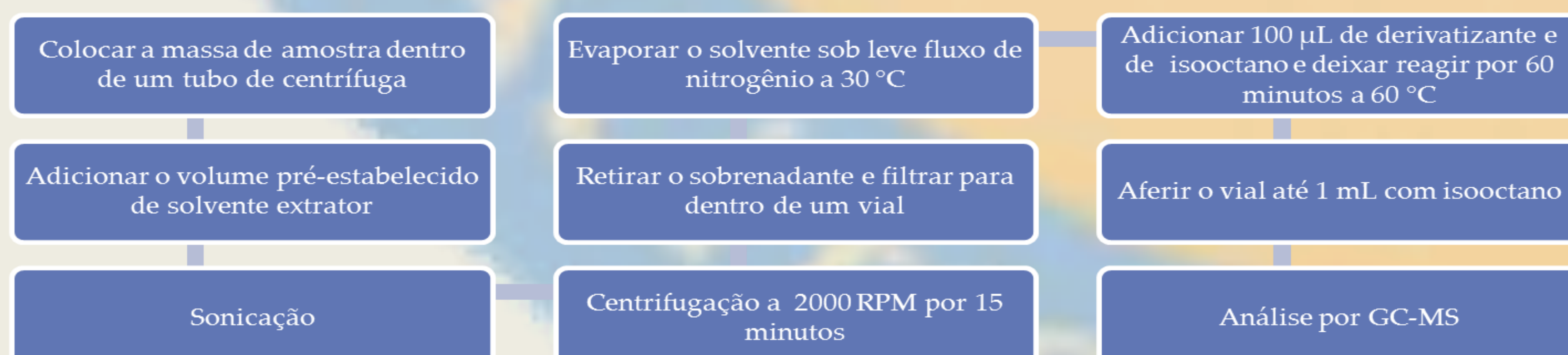
Figura 1 - Hormônios analisados

## METODOLOGIA

### Preparo das amostras



### Banho/Sonda de Ultrassom



### Dispersão da Matriz em Fase Sólida (MSPD)

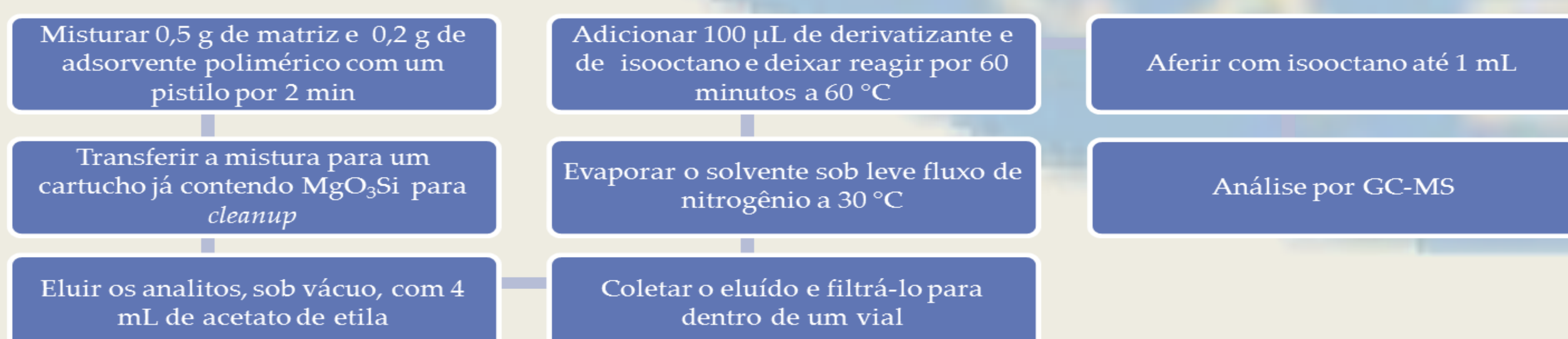


Figura 2 – Esquemática dos métodos utilizados para o preparo de amostra.

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

ANALITOS	MÉTODOS DE EXTRAÇÃO					
	#1	#2	#3	#4	#5	#6
Estrona	12%	136%	202%	96%	nd	119%
$\beta$ -estradiol	19%	74%	138%	78%	nd	101%
Etinilestradiol	5%	72%	193%	84%	nd	161%
estriol	14%	nd	nd	nd	nd	146%

Tabela 1 – Percentual de recuperação de cada método para cada hormônio

#1 – Banho de Ultrassom utilizando acetona + metanol; #2 – Sonda de Ultrassom utilizando acetato de etila e três ciclos de 0,5 min de sonicação; #3 – Sonda de Ultrassom utilizando acetato de etila e três ciclos de 1 min de sonicação; #4 – Sonda de Ultrassom utilizando acetato de etila e três ciclos de 1,5 min de sonicação; #5 – QuEChERS; #6 – Dispersão da matriz em fase sólida utilizando como adsorvente um estireno hidrofílico modificado

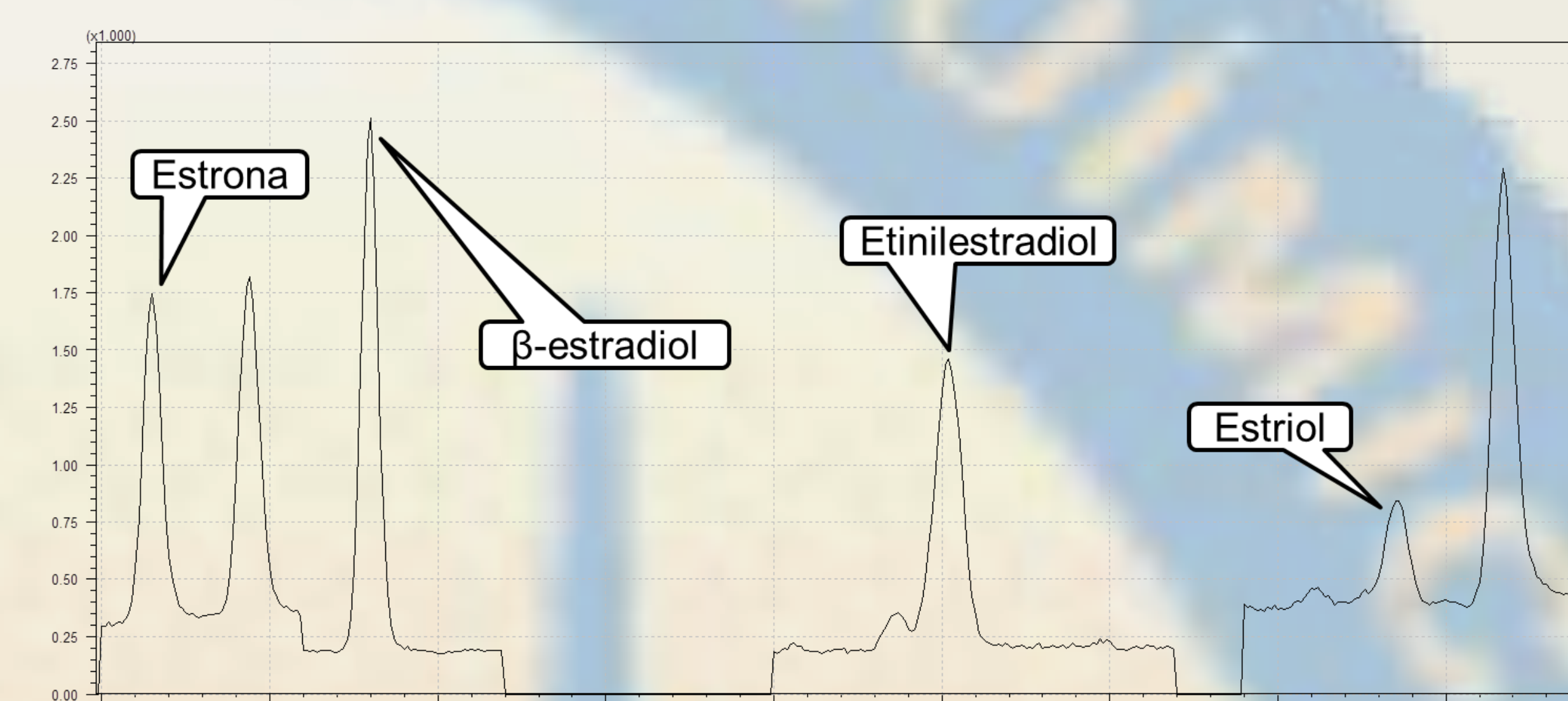


Figura 3 – Cromatograma com os picos dos hormônios avaliados

As recuperações foram normalizadas para o método com o melhor resultado, por isso existem algumas maiores que 100%. O melhor método foi definido levando em conta a extração de todos os hormônios avaliados e também se havia coeluição de algum interferente, como mostrado na figura 5, onde o sinal na cor rosa tem uma nítida coeluição, enquanto que o sinal na cor preta é mais "limpo", ou seja, não haviam interferentes com o tempo de retenção igual ao do analito em questão.

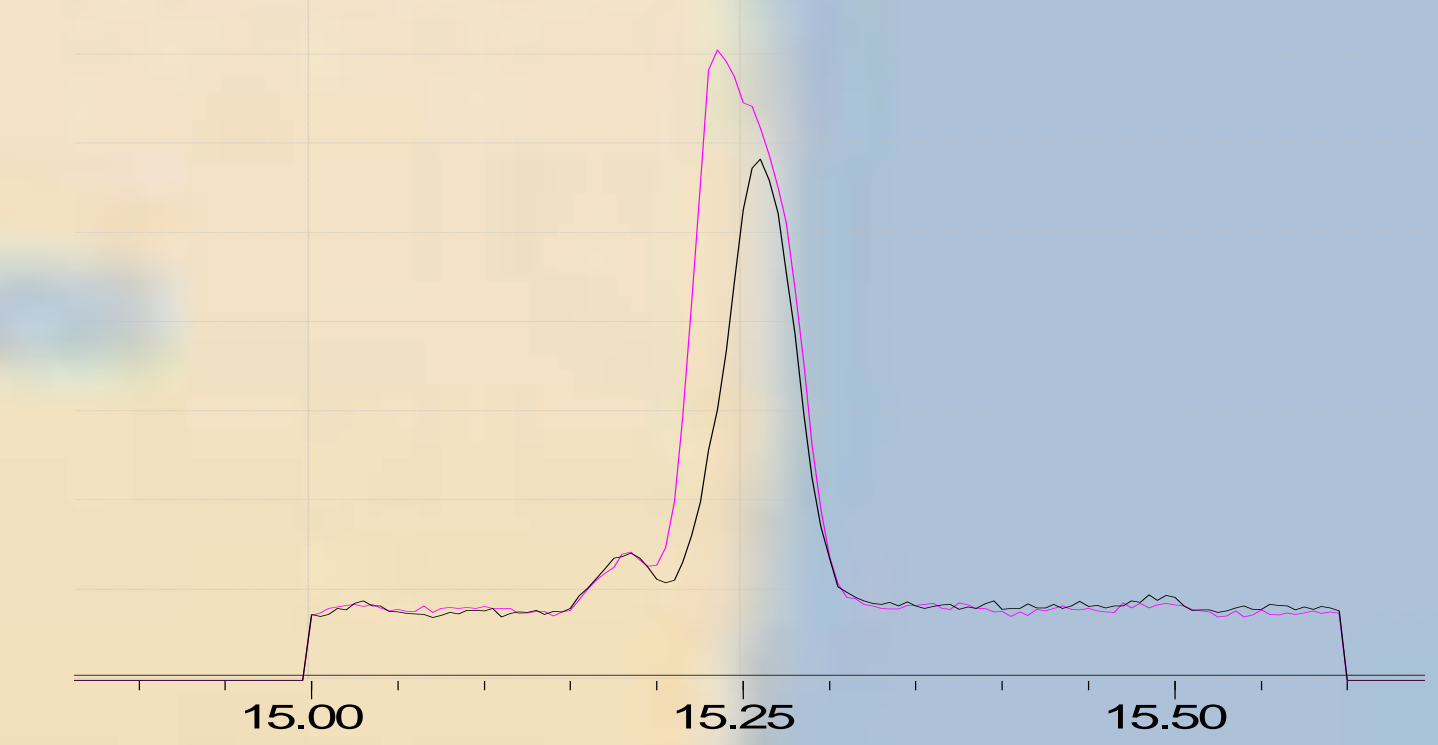


Figura 4 – Parte de um cromatograma comparando dois picos, um com coeluição e outro sem coeluição

## CONCLUSÕES

Para os analitos avaliados (estrona,  $\beta$ -estradiol, etinil-estradiol e estriol), o solvente que melhor extraiu-os da matriz foi o acetato de etila. Utilizando o método da sonda de ultrassom, as recuperações foram maiores, porém o estriol não foi detectado. Pelo método de dispersão da matriz em fase sólida, mesmo com menores recuperações, todos os hormônios foram detectados. Portanto, para a extração desses analitos, o método de dispersão da matriz em fase sólida (MSPD) utilizando 4 mL de acetato de etila como solvente de eluição se mostrou mais eficiente, pois obteve bons sinais em todos os compostos e apresentou menos coeluição se comparado aos outros métodos utilizados.

## REFERÊNCIAS

- Kvíčalová, M. (2012). Application of different extraction methods for the determination of selected pesticides residues in sediments. *Bull Environ Contam Toxicol* 89, 21-26.
- Dallegrave, A. (2012). Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.
- Xu, J. (2008). Simultaneous determination of pharmaceuticals, endocrine disrupting compounds and hormone in soil by gas chromatography-mass spectrometry. *Journal of Chromatography A*, 1202, 189-195.

## AGRADECIMENTOS