

Análise dos metabólitos de EAS por cromatografia gasosa bidimensional acoplada à espectrometria de massas por tempo de voo (CGxCG-EMTDV)

Franco de Castro Conceição (IC)^{1*}, Henrique M. G. Pereira (PQ)¹, Ademário Íris Da Silva Júnior (PQ)^{1,2}, Francisco R. Aquino Neto (PQ)¹

1Ladotec-DQO, Instituto de Química, UFRJ, CT, Bl. A, 6ª andar, Rio de Janeiro, 21949-900; 2 Cefet-Química, Rua Senador Furtado, 121, Rio de Janeiro, 20270-021; * francocastro@iq.ufrj.br

Palavras chave: Esteróides Anabolizantes Sintéticos, Cromatografia Gasosa Bidimensional, Boldenona

Introdução

Esteróides anabolizantes sintéticos (EAS) são fármacos com estrutura semelhante à da testosterona e capacidade de mimetizar sua ação. O abuso desses EAS é condenável, podendo acarretar danos à saúde dos atletas. Ainda que a cromatografia unidimensional forneça resultados satisfatórios no que diz respeito à identificação e separação desses analitos, a complexidade da matriz urina ou a especificidade da informação requerida por vezes transcende à capacidade de separação desse sistema com uma única coluna. De modo a contornar os problemas advindos da complexidade da matriz, adota-se a estratégia de aquisição de monitoramento de íons seletivos, com prejuízo no diagnóstico da presença dos analitos. O desenvolvimento do sistema bidimensional abrangente, onde há a utilização de colunas acopladas, permite melhorar a separação e a resolução cromatográficas. O objetivo do presente trabalho foi desenvolver um método analítico que permitisse a identificação rápida e inequívoca dos EAS a partir da detecção dos seus principais metabólitos, utilizando cromatografia bidimensional abrangente (CGxCG), acoplada à espectrometria de massas por tempo de voo. Com isso pretende-se não apenas melhorar a resolução cromatográfica, mas também a obtenção de espectros de massas por varredura total, permitindo um melhor diagnóstico da presença dos analitos e seus interferentes.

Resultados e Discussão

Foram analisados 27 EAS sintéticos, numa amostra de urina. A partir da injeção do extrato resultante do pré-tratamento dessa amostra no sistema bidimensional, foi possível avaliar a separação e identificação desses compostos no sistema bidimensional. A identificação dos analitos foi realizada por comparação da amostra com um branco de urina. Dentre os compostos analisados, destaca-se o caso da boldenona, por ter apresentado comportamento cromatográfico diferenciado no sistema bidimensional. O espectro de massas obtido no tempo de retenção típico da boldenona no sistema unidimensional apresenta o pico base m/z 267, íon não característico desse analito. A figura 1b mostra o espectro de massas

desse interferente. Tal dado serve de exemplo de como a complexidade da matriz interfere na análise de esteróides quando da utilização da aquisição por varredura total. O aumento da resolução, quando a análise é feita por cromatografia bidimensional, faz com que o pico referente ao fragmento m/z 267 esteja completamente resolvido dos íons diagnósticos da boldenona, como apresentado na figura 1a. Dessa forma, obteve-se um espectro de massas da boldenona por varredura total, que melhor diagnosticou a presença desse analito, o que é evidenciado na figura 1c.

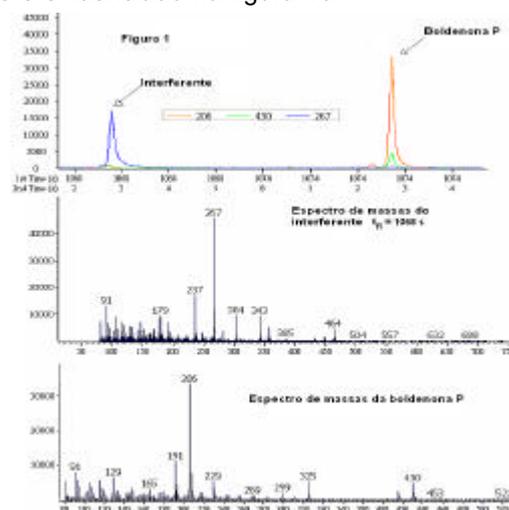


Figura 1a - Cromatograma dos íons principais da boldenona + o fragmento interferente m/z 267. Figura 1b - Espectro de massas do interferente. Figura 1c - Espectro de massas da boldenona P no sistema bidimensional.

Conclusões

Foi possível identificar inequivocamente todos os analitos presentes na amostra de urina, através da CGxCG. Além disso, esse sistema apresentou melhorias indiscutíveis em relação à separação e resolução, quando comparado à cromatografia gasosa unidimensional.

Agradecimentos e Referências

Ministério do Esporte, CNPq, LECO, CBF, FAPERJ.

[1] Silva Junior, A.I.; Pereira, H.M.G.; Casilli, A.; Aquino Neto, F.R., Proceedings of the 25th Cologne Workshop on Dope Analysis, Feb. 25 – March 2, 2007, Cologne, Germany. No prelo.