

# Estabelecimento das condições cromatográficas para determinação de quatro hormônios estrógenos em água potável

Raphael Teixeira Verbinnen<sup>\*1</sup> (PG), Gilvanda Silva Nunes<sup>1</sup> (PQ), Eny Maria Vieira<sup>2</sup> (PQ)  
raphaeltv@hotmail.com

<sup>1</sup>Núcleo de Análises de Resíduos de Pesticidas (NARP), CCET/UFMA, Av. dos Portugueses s/n. CEP: 65080-040, São Luís/MA.

<sup>2</sup>Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, Av. Trabalhador São-carlense, 400, Centro. CEP: 13566-590, São Carlos/SP.

Palavras Chave: Cromatografia a líquido, hormônios estrógenos, água.

## Introdução

Hormônios sexuais estrógenos naturais e sintéticos são micropoluentes de efeito perturbador endócrino, amplamente utilizados em terapias de reposição hormonal e métodos contraceptivos, e têm sido continuamente lançados em esgotos sanitários. Estes, juntamente com os esgotos industriais e a lixiviação de campos de agriculturas adubados com lodo proveniente de estações de tratamento de esgotos (ETE's), são as principais fontes de contaminação da água<sup>1</sup>. Este trabalho apresenta resultados preliminares para o estabelecimento de condições cromatográficas para posterior determinação dos hormônios estrógenos naturais 17 $\beta$ -estradiol (E2), estrona (E1) e estriol (E3), além do sintético 17 $\alpha$ -etinilestradiol (EE2) em água potável.

## Resultados e Discussão

Foi utilizada CLAE-DAD, no modo fase reversa, empregando coluna C<sub>18</sub> (250x4,6mm, 5 $\mu$ m). Os testes foram iniciados, verificando-se a eluição dos compostos em diferentes fases móveis (FMs), variando-se seus constituintes e proporção, além do pH e do fluxo. Para cada teste, foram avaliados os seguintes parâmetros cromatográficos: fator de retenção (k), fator de separação ( $\alpha$ ), número de pratos teóricos (N) e resolução (R), resultando nos valores apresentados na Tabela 1 e Fig. 1.

**Tabela 1.** Parâmetros cromatográficos.

| Substância | k    | $\alpha$ | N     | R     |
|------------|------|----------|-------|-------|
| E3         | 1,97 | 2,80     | 86853 | 22,15 |
| E2         | 3,55 | 1,80     | 62592 | 27,97 |
| EE2        | 4,11 | 1,16     | 59020 | 7,11  |
| E1         | 4,64 | 1,13     | 55863 | 5,93  |

As melhores condições empregaram como FM a mistura acetonitrila:água (ACN:H<sub>2</sub>O), em modo gradiente com rampa linear iniciando em 10:90, a 50:50 em 5min e 54:46 até 15min (fluxo 1mL min<sup>-1</sup>, volume de injeção 20 $\mu$ L,  $\lambda$  = 280nm). O método foi

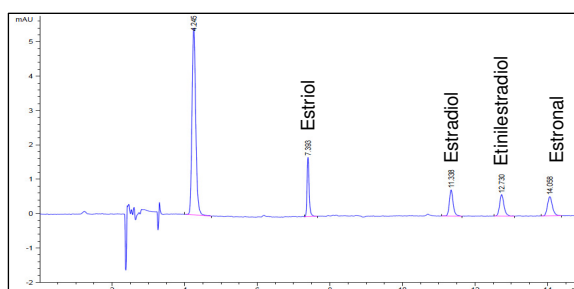
32ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

linear entre 100 e 1000 $\mu$ g L<sup>-1</sup>. Os limites de detecção (LD = 3,3sS<sup>-1</sup>) e de quantificação (LQ = 10sS<sup>-1</sup>) foram estimados, utilizando-se os parâmetros das curvas analíticas (Tabela 2).

**Tabela 2.** Curvas analíticas, coeficientes de regressão e limites de detecção e quantificação

| Substância | Curva analítica      | r <sup>2</sup> | LD*   | LQ*   |
|------------|----------------------|----------------|-------|-------|
| E3         | y = 0,0071x - 0,1977 | 0,9985         | 16,84 | 51,05 |
| E2         | y = 0,0057x - 0,1243 | 0,9989         | 8,89  | 26,93 |
| EE2        | y = 0,0053x - 0,1314 | 0,9980         | 9,47  | 28,68 |
| E1         | y = 0,0056x - 0,1916 | 0,9956         | 27,06 | 82,00 |

\* LD e LQ =  $\mu$ g L<sup>-1</sup>.



**Figura 1.** Cromatograma de solução-padrão mista dos analitos (concentração 1000  $\mu$ g L<sup>-1</sup>).

Nestas condições, foram obtidos valores de recuperação, em cartucho C<sub>18</sub>, variando de 88,4 % a 96,5 %, para os compostos estudados, empregando-se como matriz a água potável e um fator de pré-concentração de 400 vezes.

## Conclusões

As condições analíticas estabelecidas mostraram-se adequadas para a determinação dos analitos. O método encontra-se em fase de validação, para posterior aplicação em amostras de água potável.

## Agradecimentos

À CAPES (PROCAD 2007), à CAEMA e ao IQSC/USP.

<sup>1</sup> Reis Filho, R. W.; ARAÚJO, J. C.; VIEIRA, E. M. *Química Nova*. 2006, 29 (4), 817.