

Desenvolvimento de metodologia analítica para a determinação de disruptores endócrinos em água do mar da Baía de Todos os Santos

Normando da S. Lisboa Filho^{1*}(PG), Cristiane S. Fahning¹ (PG), Gabriel Cotrim¹ (PG), Jeancarlo Pereira¹ (PG), Gisele O. Rocha¹ (PQ), Vanessa Hatje¹ (PQ), Jailson B. de Andrade (PQ)¹.

¹Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Rua Barão de Geremoabo, 147- Campus Universitário de Ondina, Salvador-BA, Brasil. *Nando.lisboa@gmail.com

Palavras Chave: disruptores endócrinos, cromatografia líquida, validação, Baía de Todos os Santos

Introdução

Disruptores Endócrinos (DEs) são compostos hormonalmente ativos causadores de distúrbios no sistema endócrino de humanos e biota, mesmo em baixas concentrações¹. O objetivo deste trabalho foi desenvolver e validar o método baseado em cromatografia líquida, acoplada a detector de fluorescência (LC-FLU), para determinação dos DEs: bisfenol A (BPA), 4n-nonilfenol (4NP), 4n-octilfenol (4nOP), 4-t-octilfenol (4tOP), estriol (E3), estrona (E1), 17 β -estradiol (E2) e 17 α -etinilestradiol (EE2). Para extração foi utilizado sistema de pré-concentração/extração em fase sólida para contaminantes emergentes em águas naturais. A separação foi realizada em uma coluna cromatográfica Shimadzu shim-pack XR-ODS C-18 (2,0 mm ID x 50 mm), fase móvel acetoneitrila:água ultra pura com gradiente de eluição; fluxo: 0,12 mL min⁻¹; temperatura da coluna de 60°C; λ de emissão 306 nm e de excitação de 280 nm; tempo total de corrida de 9,5 minutos.

Resultados e Discussão

Neste trabalho foram feitas curvas de calibração com injeções em triplicatas para valores de 5 $\mu\text{g L}^{-1}$ até 200 $\mu\text{g L}^{-1}$. O método desenvolvido foi validado mediante avaliação dos parâmetros mostrados na tabela 1. Triplicatas das amostras foram fortificadas com padrões de 25, 100 e 150 $\mu\text{g L}^{-1}$. O fator de concentração relativa de 4 L pré-concentrados a 2 mL de amostra, num fator de 1/2000 vezes. Os LDs e LQs são da amostra no ambiente. A separação dos analitos é mostrada na figura 1.

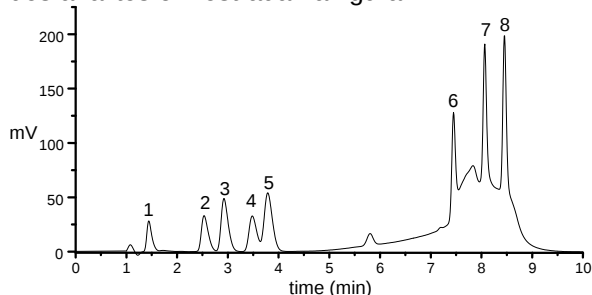


Figura 1: Cromatograma - padrões analíticos dissolvidos em MeOH, concentração de 200 $\mu\text{g L}^{-1}$. Identificação dos picos: 1- E3 (1,44 min), 2- BPA (2,58 min), 3- E2 (2,985 min), 4- EE2 (3,57 min), 5- E1 (3,88 min), 6- 4tOP (7,504 min), 7- 4nOP (8,096 min), 8- 4NP (8,498 min).

35^a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Tabela 1: figuras de mérito para validação do método cromatográfico.

DEs	Faixa linear ($\mu\text{g L}^{-1}$)	R ²	RSD (%)	LD (ng L ⁻¹)	LQ (ng L ⁻¹)
E3	5-200	0,9983	1,6	2,8	9,3
BPA	5-200	0,9959	4,5	3,3	16,4
E2	5-200	0,9981	1,9	3,0	9,7
EE2	5-200	0,9990	3,0	2,0	37
E1	50- 2000	0,9982	1,5	23	96
4tOP	5-200	0,9923	4,5	13	4,5
4nOP	5-200	0,9954	2,1	4,5	15
4NP	5-200	0,9958	1,8	4,3	15

Essa metodologia foi empregada para amostras reais de água do mar da Baía de Todos os Santos, BA., e os valores de recuperações variaram entre 85% e 119%, os quais estão dentro do intervalo aceitável de recuperação para a análise de traços, que, de acordo com o GARP (1999)^{II} devem estar entre 70% e 120% com precisão de $\pm 20\%$.

Conclusões

O método cromatográfico proposto foi validado e mostrou-se eficiente para a análise simultânea de 8 DEs em amostras de água da baía de todos os santos. Apresentando limites de detecção e quantificação consideráveis, na ordem de $\mu\text{g.L}^{-1}$.

Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPESB, CNPq e Capes pelo subsídio financeiro.

I- Postigo, C., Kuster et al. The Handbook of Environmental Chemistry, DOI:10.1007/698_2009_18, 2009

II- Associação do grupo de analistas de resíduos de contaminantes emergentes e pesticidas- GARP 1999.