

Optimização da Extracção Sorptiva em Barra de Agitação com Desorção Líquida e Análise por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência com Detecção por Rede de Díodos (SBSE-LD-HPLC-DAD) na Determinação de Hormonas Esteróides em Matrizes Aquosas e Biomédicas

C. Almeida¹, J.M.F. Nogueira^{1,2}

¹Departamento de Química e Bioquímica e ²Centro de Ciências Moleculares e Materiais, Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Campo Grande Ed. C8, 1749-016, Portugal; nogueira@fc.ul.pt

As hormonas esteróides sexuais são responsáveis pelo desenvolvimento e diferenciação dos órgãos sexuais femininos e masculinos, bem como pelas características sexuais e comportamentais. Uma vez presentes no meio ambiental, podem interferir com o funcionamento normal do sistema endócrino, perturbando a reprodução e desenvolvimento de diversos organismos vivos incluindo o ser Humano, sendo considerados potenciais desreguladores endócrinos

No presente trabalho, a extracção sorptiva em barra de agitação seguida de desorção líquida e análise por cromatografia líquida de alta eficiência com detecção por rede de díodos (SBSE-LD-HPLC/DAD), foi aplicada na determinação simultânea de nove hormonas esteróides (17 β -estradiol, 17 α -estradiol, 19-noretisterona, 17 α -etinilestradiol, estrona, dietilstilbestrol, D-(-)-norgestrel, progesterona e mestranol) em matrizes ambientais e biológicas.

Do ponto de vista instrumental, verificou-se boa resposta por HPLC/DAD na análise destes compostos tendo sido observada boa resolução em tempo analítico adequado (< 40 min.), excelente linearidade (0,3 - 5,0 mg/L) e limites de detecção compreendidos entre 0,03 e 0,10 mg/L.

Durante o desenvolvimento do método SBSE-LD, estudos sistemáticos evidenciaram condições experimentais óptimas, no qual o tempo de extracção, a força iónica bem como os solventes para retro-extracção são parâmetros críticos na eficiência de recuperação. Após optimização, verificou-se que embora ocorram desvios relativamente aos valores de recuperação previstos teoricamente, a validação do método revelou limites de detecção compreendidos entre 0,3 e 1,0 μ g/L e gama dinâmica de linearidade

compreendida entre 1,25 e 50,0 µg/L, com excepção para o mestranol (1,25 – 10,0 µg/L).

A aplicação da presente metodologia a matrizes de água subterrânea e de urina demonstrou excelente concordância para um nível de fortificação de 10 µg/L. A aplicação directa da presente metodologia a amostra de urina de grávida com 37 semanas, permitiu observar um perfil hormonal constituído por progesterona, 17 α -estradiol, 17 β -estradiol e estrona com teores médios de 3,2 $\pm$ 0,1 µg/L, 8,4 $\pm$ 0,3 µg/L, 13,0 $\pm$ 1,5 µg/L e 8,8 $\pm$ 0,2 µg/L, respectivamente.

Referências

Institute of Environmental Health, Environmental oestrogens: Consequences to human health and wildlife. Institute for Environment and Health, University of Leicester, Leicester, UK, 1995.

Guan-Guo Ying, Rai S. Kookana, Ying-Jun Ru, *Environment International*, 2002, 28, 545-551.

C. Almeida, Optimização da Extração Sorptiva em Barra de Agitação com Desorção Líquida e Análise por HPLC/DAD na Determinação de Hormonas Esteróides em Matrizes Ambientais e Biológicas, Tese de Mestrado, FCUL, 2005.