



Identificação de desreguladores endócrinos em lodo e bioossólido de ETE da região Sudeste via técnica LTPE-CG-MS.

Naílly V. Matos (G)^{1*}, Alice A. S. Fortes¹ (G), Sérgio F. de Aquino¹ (PQ), Aline G. Paranhos¹ (PQ).

¹ nailly.matos@aluno.ufop.edu.br*, ¹ alice.fortes@aluno.ufop.edu.br, ¹ sergio@ufop.edu.br, ¹ aline.paranhos@ufop.edu.br.

¹ Departamento de Química (DEQUI). Instituto de Ciências Exatas e Biológicas (ICEB). Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP), Ouro Preto, MG, Brasil

RESUMO

Este estudo investigou a presença de desreguladores endócrinos, incluindo fármacos, em lodos provenientes de Estações de Tratamento de Esgoto situadas em Minas Gerais, Brasil. As amostras foram submetidas a um processo de secagem, seguidas de extração por partição à baixa temperatura, utilizando acetonitrila, hexano e acetato de etila, e posteriormente analisadas por LTPE-CG-MS. Foram identificados diversos compostos como hidrocarbonetos alifáticos e esteroides. A técnica mostrou-se suficientemente sensível para a detecção de EDCs. Os resultados indicam riscos ambientais associados à contaminação de bioossólidos e reforçam a necessidade de monitoramento em ETEs.

Palavras-chave: desreguladores, endócrinos, lodo, LTPE-CG-MS, fármacos

Introdução

Compostos desreguladores endócrinos (EDCs), como produtos farmacêuticos, têm sido reconhecidos como poluentes emergentes devido à sua ocorrência generalizada no ambiente terrestre e aquático. Esses compostos, são encontrados em baixas concentrações, normalmente na faixa de microgramas e nanogramas por litro, advém principalmente de estações de tratamento de esgoto (ETEs), nas quais podem ser sólidos suspensos e, posteriormente, incorporados ao lodo gerado durante o tratamento [1, 4].

A crescente preocupação com os possíveis efeitos adversos à saúde humana e marinha, incluindo toxicidade, resistência antimicrobiana e desregulação endócrina, estimula o desenvolvimento de métodos analíticos confiáveis para a detecção e quantificação desses micropoluentes em diferentes matrizes ambientais [2,3]. Neste cenário, destaca-se a importância de monitorar os EDCs no lodo de esgoto, potencial reservatório dos mesmos.

Considerando a complexidade da matriz sólida do lodo e os desafios analíticos associados à baixa volatilidade e polaridade dos compostos, a cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS), antecedida por métodos de extração, tem se mostrado uma alternativa eficaz para sua determinação [1,4]. Este trabalho visa aplicar essa metodologia analítica na determinação de desreguladores endócrinos em amostras de lodo de esgoto provenientes das estações de tratamento de esgoto (ETEs) da região Sudeste do Brasil, contribuindo para a avaliação do risco potencial desses compostos.

Experimental

Coleta

Foram coletadas amostras em diferentes ETEs da região Sudeste do Brasil, ao longo do ano, nos meses de fevereiro, março, abril, junho e agosto.

Preparo de amostra

As amostras coletadas foram secas em estufa por aproximadamente 4h a 105°C, e após isso, realizava-se a medição da umidade das mesmas, para assegurar a massa seca de 150 mg.

Após a aferição da umidade, pesava-se a massa necessária em eppendorfs e adicionava-se 1 mL do solvente. Para a realização dessa extração foram utilizados três solventes distintos, sendo eles: acetonitrila (alta polaridade), acetato de etila (polaridade média) e hexano (baixa polaridade). Em seguida, os tubos foram agitados em vórtex por 1 minuto, e submetidos a 10 minutos em ultrassom e centrífuga. Posteriormente, as amostras foram armazenadas em freezer durante a noite (*overnight*).

Na sequência, foram coletados 500 µL do sobrenadante, transferidos para vials e secos sob gás nitrogênio. Antes da leitura no CG-MS, as amostras foram ressuspensas com a adição de 250 µL de acetonitrila, e agitados em vórtex por 1 minuto.

Análise das amostras

As amostras foram analisadas em cromatógrafo gasoso GC-MS Shimadzu (modelo GC2030), utilizando coluna Zebron 30m x 0,25 mm x 0,25 µm, à 50°C por 2 min, 50° - 330°C sob taxa de 12 °C/min, e 330°C por 1 min.



Resultados e Discussão

A análise das amostras pelo LTPE-GC-MS possibilitou a identificação de mais de 100 diferentes compostos com propriedades e funções distintas, dentre os principais grupos encontrados temos: hidrocarbonetos alifáticos, ésteres de ácidos graxos, fenóis, alquilaminas, compostos esteroideais e álcoois.

Entre os compostos frequentemente encontrados, destacam-se hidrocarbonetos de cadeia longa, como pentadecano, hexadecano e heptadecano, juntamente com seus derivados alquilados. Compostos estes que são associados à resíduos de cosméticos e higiene pessoal, que por sua vez podem ser bioacumuláveis e apresentar efeitos endócrinos [1,2].

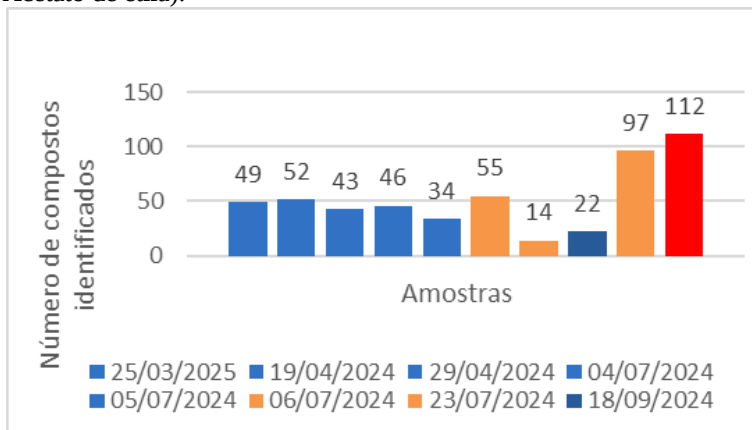
Para mais, foram identificados compostos com estrutura esteroideal, como colestanol, colestano-3-ona e estigmast-4-em-3-ona, estes por sua vez, rotineiramente são relacionados com contaminação por hormônios naturais ou sintéticos [3]. A contaminação por essas substâncias exprimem preocupação devido a potencial interferência em processos fisiológicos de seres aquáticos.

Ao todo, 5 ETEs foram analisadas com 5 coletas em cada. Os resultados apresentados na Tabela 1 e Figura 1 mostram apenas aquelas coletas em que foram identificados compostos à um nível de similaridade de 80%.

Tabela 1. Total de compostos identificados por amostra

ETE	Coleta	Solvente	nº de compostos
LA	23/07/2025	hexano	14
LI	05/07/2024	acetoneitrila	34
LI	06/07/2024	hexano	55
LI	18/09/2024	acetoneitrila	22
LI	18/09/2024	hexano	97
LI	18/09/2024	acetato de etila	112
LO	29/04/2024	acetoneitrila	43
LO	04/07/2024	acetoneitrila	46
LO	19/04/2024	acetoneitrila	52
LB	25/03/2025	acetoneitrila	49

Figura 1. Compostos identificados por amostra em diferentes solventes (Azul = acetoneitrila; Amarelo = Hexano; Vermelho = Acetato de etila).



Os resultados da extração com diferentes solventes, apresentados na Tabela 1 e Figura 1, mostram variação no número de compostos identificados. Pode-se observar que o acetato de etila foi o responsável por extrair o maior número de compostos, seguido pelo hexano e acetoneitrila (comparação entre a mesma amostra). Essa diferença pode ser atribuída a diferença de polaridade, sendo assim o acetato de etila foi mais eficiente para extrair os compostos presentes no lodo. Sobretudo, é notório que a amostra coletada na ETE LI em 18/09/2024 apresentou maior quantidade de substâncias identificadas, independente do solvente, podendo indicar uma maior carga de poluentes nesta estação no período de coleta.

Conclusões

Este estudo confirmou a presença de possíveis desreguladores endócrinos no lodo das estações de tratamento, utilizando o método de extração por partição à baixa temperatura acoplada à cromatografia gasosa-espectrometria de massas. Os resultados demonstram variações na eficiência de extração dos solventes, reforçando a importância da seleção de solventes conforme a polaridade dos contaminantes-alvo. Além disso, observou-se heterogeneidade na contaminação entre as ETEs analisadas, sendo a estação LI a que apresenta maior carga de contaminantes. Os resultados demonstram a importância do monitoramento contínuo de contaminantes em lodo.

Agradecimentos



Referências

- Yu, Y.; Wu, L. *Talanta* **2012**, 89, 258–263.
- Chernicharo, C. A.; Afonso, R. J. *Water Sci. Technol.* **2012**, 66(12), 2562–2569.
- Céspedes, R.; Lacorte, S.; Ginebreda, A.; Barceló, D. *Anal. Bioanal. Chem.* **2006**, 385(6), 992–1000.
- Yu, Y.; Wu, L. *Talanta* **2012**, 89, 258–263.