

Aplicação de extração sólido-líquido para a determinação do hormônio 17-alfa-metiltestosterona em peixe (*Oreochromis niloticus* L.).

Verônica Alves G. da Silva¹ (PG), Eduardo Ferreira Pereira¹ (PG), Fabíula Sousa Amorim¹ (TC), Hélder Louvandini²(PQ), Jurandir Rodrigues de Souza¹(PQ)
veronicasilva@unb.br

¹ Universidade de Brasília, Instituto de Química, Laboratório de Química Analítica e Ambiental, LQAA-UnB-DF;

² Centro de Energia Nuclear na Agricultura (CENA), Av. Centenário, 303 - CEP 13416-000, USP-SP.

Palavras Chave: hormônio, peixe, cromatografia líquida, extração sólido-líquido, planejamento de misturas.

Introdução

17-alfa-metiltestosterona (MT) é um hormônio sintético, anabólico esteróide, derivado da testosterona utilizado em humanos em casos de deficiência andrógênica, infertilidade e câncer de mama. É aplicado na piscicultura como promotor de populações monossexo de peixes como a Tilápia-do-Nilo (*Oreochromis niloticus* L.)¹. Desta forma, o músculo do peixe submetido a este tratamento não deve apresentar resíduos desse composto em níveis aceitáveis pela legislação pertinente² para garantir à inocuidade do alimento e preservar a saúde do consumidor.

Neste trabalho foi realizada a otimização de um método de extração sólido-líquido utilizando planejamento de misturas na avaliação da melhor proporção de solventes e purificação do extrato, em baixa temperatura, para análise de resíduos do hormônio MT em amostras de músculo de peixe.

Resultados e Discussão

Para os testes de extração sólido-líquido as amostras foram previamente processadas e homogêneas. A etapa de extração foi realizada pela adaptação do método QuEChERS para extração do hormônio MT das amostras, fortificadas a 100 µg/kg, com misturas extratoras determinadas através de um planejamento experimental e acetonitrila pura, Tabela 1. Após o congelamento por 12 horas procedeu-se à separação das fases aquosa e orgânica. A fase orgânica é analisada por cromatografia líquida com detecção UV-Vis.

Tabela 1. Planejamento escolha da composição da fase extratora.

Teste	Solventes (mL)				Rec ⁴ (%)
	Água	ACN ¹	MeOH ²	Acet ³	
Mistura 1.1	1,0	6,5	2,5	---	44
Mistura 1.2	1,0	8,5	0,5	---	67
Mistura 1.3	1,0	8,8	0,2	---	73
Mistura 2.1	1,0	6,5	---	2,5	62
Mistura 2.2	1,0	8,5	---	0,5	84
Mistura 2.3	1,0	8,8	---	0,2	78
ACN	0,0	10,0	0,0	0,0	79

¹ACN-Acetonitrila, ²MeOH-Metanol,³Acet-acetato de etila;

⁴Rec- Recuperação.

A análise dos extratos foi realizada por cromatografia líquida (HPLC Perkin-Elmer-200S), com detecção UV-Vis em 236 nm, loop de 20 µL, coluna analítica ACE C18 (150x4,6 µm), fase móvel metanol/água, 80:20 v/v, vazão de 0.4 mL min⁻¹ e tempo de corrida de 15 minutos. O tempo de retenção do padrão foi de 9,73 minutos.

A Figura 1 apresenta um cromatograma típico para a metiltestosterona (— padrão puro), o hormônio extraído das amostras fortificadas (— mistura água/acetonitrila/acetato de etila 1:8,5:05) e acetonitrila puro (—). A mistura 2.2 forneceu os melhores resultados.

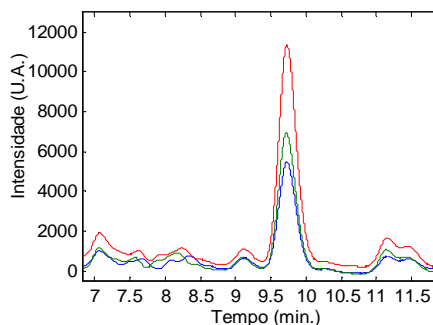


Figura 1- Cromatogramas para a solução padrão de MT puro (—) e amostra de peixe após extração sólido-líquido mistura 2.2 (—) e ACN pura (—).

O método apresentou um intervalo linear de 0,02 a 1,00 mgL⁻¹, com coeficiente de correlação de 0,9997 e limites de detecção (LD) e quantificação (LQ) de: 0,020 e 0,04 µg/kg.

Conclusões

O método para extração sólido-líquido foi considerado adequado à análise do hormônio 17-alfa-metiltestosterona em amostras de peixe, mostrando-se linear, seletivo e reprodutível. Ele atende aos limites sugeridos para a presença de resíduos em alimentos.

Agradecimentos

Ao CNPq, MAPA e SDA pelo apoio financeiro e concessão de bolsa de estudos.

¹ KUBITZA, F. *Tilápia: tecnologia e planejamento na produção comercial*. Jundiaí: F. Kubitzza, 2000. 285p.

