

Otimização de Metodologia para Extração Sólido-Líquido para a Determinação de Gossipol em carne de ovelha

Verônica Alves G. da Silva¹ (PG), Eduardo Ferreira Pereira¹ (PG), Frederico Luis Felipe Soares^{*1} (IC), 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,

² CENA Piracicaba USP-SP.

Palavras Chave: Gossipol, extração sólido-líquido, cromatografia líquida.

Introdução

O gossipol é um composto polifenólico, de coloração amarelada, presente em várias partes do algodão, sendo considerado um fator limitante na difusão de ração envolvendo caroço de algodão, por sua ação intoxicante nos animais¹. Atualmente tem-se preocupado não só com os efeitos do gossipol no animal, mas também com relação à saúde do consumidor da carne destes animais. Estudos tem investigado a possível presença de resíduos de gossipol também no músculo dos animais.

O objetivo deste trabalho foi à otimização de um método por cromatografia líquida para determinação de gossipol e adaptação de uma técnica de extração sólido-líquido² para análise de resíduos de gossipol em amostras de carne de ovelha.

Resultados e Discussão

A otimização do método cromatográfico consistiu no estudo da melhora da composição da fase móvel. Foi utilizado um cromatógrafo Perkin-Elmer modelo 200S, no modo isocrático, com detecção UV-Vis e loop de 20 µL. A coluna analítica foi a ACE C18, 150 x 4,6 µm. Foram testadas três composições de solvente nas mesmas proporções (90:10, v/v), fluxo (0,4 mL min⁻¹) e detecção (254 nm), sendo elas: metanol/acetato de amônio 0,005 mol.L⁻¹, metanol/H₃PO₄(0,1%) e acetonitrila/acetato de amônio 0,005 mol.L⁻¹. Os testes para composição da fase móvel foram realizados com uma solução padrão a 1,0 mg L⁻¹ preparada com acetonitrila 0,1% ácido acético.

A fase móvel metanol/H₃PO₄ 0,1% apresentou melhor resolução dos picos. Os resultados para a otimização da fase móvel mostraram que o método apresentou linearidade numa faixa de 20 a 2000 µg mL⁻¹ (r²= 0,9997) e boa precisão, com RSD inferiores a 6%. Após definição da melhor fase móvel procedeu-se aos estudos de extração.

O procedimento adaptado para extração de gossipol em amostras de carne de ovelha consistiu na pesagem de 0,3 g de amostra para a qual foi adicionado o solvente extrator (3 mL), em seguida submetida a mesa agitadora por 5 horas a 25°C. Em seguida a amostra é centrifugada e seca por

rotaevaporação. Após evaporação as amostras foram redissolvidas com 1 mL de solvente, Tabela 1, e levadas à análise por HPLC. Na etapa de extração foram estudados 3 solventes: acetona, acetonitrila 0.1% ácido acético e clorofórmio 1% ácido acético. As amostras foram fortificadas no nível de 100 µg kg⁻¹.

Os resultados mostraram que o método recuperações médias de 35 a 94%, boa precisão, com valores de RSD inferiores a 14,0% e os valores dos Limites de Detecção e de Quantificação, foram de 40 e 60,0 µg kg⁻¹, respectivamente.

Em relação aos solventes testados para a extração, pode-se verificar que os melhores resultados de recuperação são obtidos quando a acetona é utilizada na extração e redissolução com metanol e ácido fosfórico 0,1% .

Tabela 1. Testes para a escolha da composição da fase móvel.

Solvente Extração	Solvente Redissolução	Recuperação média (%)
Acetona	Metanol:H ₃ PO ₄ ¹ 0,1%	92,4 ± 6,3
Acetonitrila 0,1% ácido acético	Acetonitrila 0,1% ácido acético	57,6± 5,9
Clorofórmio 1% ácido acético	Clorofórmio 1% ácido acético	36,1± 10,2

Conclusões

O método cromatográfico de para a determinação de gossipol em amostras de carnes de ovelhas foi otimizado e adaptado. Ele mostrou-se seletivo, linear, reprodutível (recuperação média de 92%) e com boa precisão.

Agradecimentos

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

¹ Arieli,A. Whole cottonseed in dairy cattle feeding: a review. Animal feed Science and Technology, v.72 , p. 97-110, 1998.

² Wang,Mu-Zou. Analysis of Gossipol by high performance liquid chromatography. Journal of Ethnopharmacology,20(1987) 1-11.