



Método de confirmação para análise de resíduos de antibióticos em mel

Luísa Paulo, Paulo Antunes

CATAA – Associação Centro de Apoio Tecnológico Agro Alimentar, Zona Industrial de Castelo Branco, Rua A, Castelo Branco, Portugal
pantunes@cataa.pt; geral@cataa.pt
www.cataa.pt

Introdução

Os antibióticos usualmente veiculados na apicultura pertencem ao grupo das tetraciclina e sulfonamidas. Estes antibióticos criam resíduos no mel, o que poderá impossibilitar a sua comercialização devido à sua rejeição pelo comprador. A problemática dos antibióticos, em questão de saúde pública, deve-se à sua estabilidade por longos períodos de tempo no mel com possíveis reações alérgicas em indivíduos suscetíveis.

O objetivo deste trabalho foi desenvolver uma metodologia analítica que permita quantificar os resíduos de antibióticos em méis através LC-MS/MS. Segundo a Decisão da Comissão Europeia 2002/657/CE, os métodos de espectrometria de massa são adequados para serem adotados como métodos de confirmação após separação cromatográfica dos compostos.

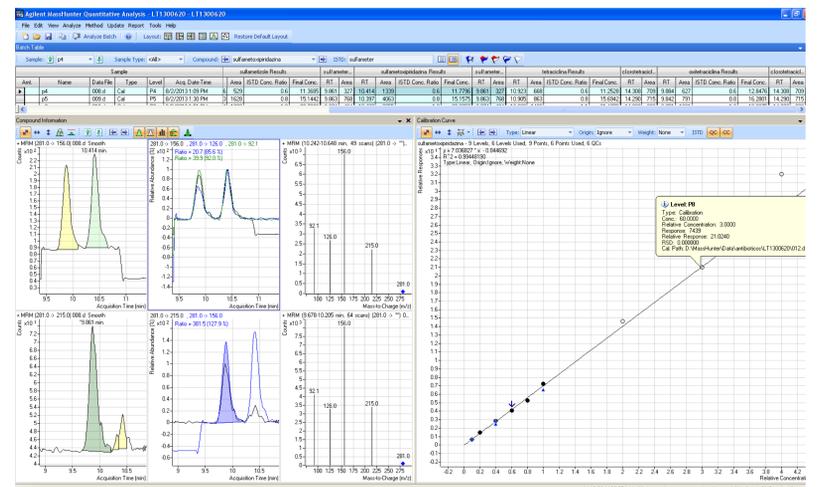
Método

As amostras de mel são preparadas através de extração em fase sólida (SPE), onde são eliminados os açúcares e diversos outros compostos presentes no mel. O extrato purificado é concentrado. Os compostos são separados através de HPLC (Agilent 1200), e identificado e quantificados num espectrofotómetro de massas triploquadropolo (Agilent 6400) em modo *dynamic* MRM (*Multiple Reaction Monitoring*), com adição de padrão interno.



Resultados da validação

Parâmetro		Critérios de aceitação
Especificidade/ Seletividade	Injeção de brancos de matriz	Inexistência de picos confirmados
Linearidade	Método de sobreposição de matriz com PI. Padrões com 10 níveis de concentração. Definição de gama baixa e gama alta	$r^2 \geq 0,99$ Bias < 10%
Limite de Quantificação	A partir do $S_{x/y}$ das retas	-
Precisão ou fidelidade	Repetibilidade 2 níveis de fortificação 20 e 5 ppb, cada um dos níveis repetido 9 vezes. Precisão Intermédia analisar 15 amostras (neste caso fortificadas com 20 ppb) em três dias diferentes.	CV < 15% CV < 15%
Exatidão ou veracidade	Fortificação de amostras, com concentrações de 20 e 5 ppb	70% < Recuperação < 120%



Conclusões

A metodologia foi validada para tetraciclina e sulfonamidas garantindo limites de quantificação de $4 \mu\text{g.kg}^{-1}$, inferiores ao MLR (*Maximum Residue Limits*) estipulado para alimentos de origem animal de $100 \mu\text{g.kg}^{-1}$ para sulfonamidas e $200 \mu\text{g.kg}^{-1}$ para tetraciclina. Foram validados os seguintes parâmetros: seletividade/ especificidade, linearidade, limites de quantificação, fidelidade, e veracidade dos resultados de acordo com os critérios da FAO, e SANCO.

Este método foi aplicado para controlo de qualidade em amostras de mel de vários produtores da Beira-Baixa sendo que nenhuma das amostras testadas apresentou vestígios de resíduos de antibióticos.