

Método de confirmação para análise de resíduos antibióticos em mel

Luísa Paulo¹, Paulo Antunes^{1*}

¹CATAA - Centro de Apoio Tecnológico Agro-Alimentar de Castelo Branco

*pantunes@cataa.pt

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 susceptíveis.

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 [1], os métodos de espectrometria de massa são adequados para serem adotados como métodos de confirmação após separação cromatográfica dos compostos. A metodologia foi validada para tetraciclina e sulfonamidas garantido limites de quantificação de 4 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$, inferiores ao MLR (*Maximum Residue Limits*) estipulado para alimentos de origem animal de 100 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ para sulfonamidas e 200 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ para tetraciclina [2]. Foram validados os seguintes parâmetros: seletividade/ especificidade, linearidade, limites de quantificação, fidelidade, e veracidade dos resultados de acordo com os critérios da FAO [3], e SANCO [4].

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 triploquadrupolo (Agilent 6400) em modo *dynamic MRM (Multiple Reaction Monitoring)*.

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.

Referências:

- [1] JOCE, L221/8, 17/08/2002, DECISÃO DA COMISSÃO de 12 de Agosto de 2002 que dá execução ao disposto na Directiva 96/23/CE do Conselho relativamente ao desempenho de métodos analíticos e à interpretação de resultados (2002/657/CE).
- [2] Codex Alimentarius Commission. Maximum Residue Limits for Veterinary Drugs in Foods. Updated as at the 32nd Session of the Codex Alimentarius Commission (July 2009).
- [3] FAO, Validation of Analytical Methods for Food Control, A Report of a Joint FAO/IAEA Expert Consultation 2-4 December 1997, Vienna, Austria (1997).
- [4] SANCO/12495/2011, Method Validation And Quality Control Procedures For Pesticide Residues Analysis In Food And Feed, European Commission Health & Consumer Protection Directorate-General (2011).