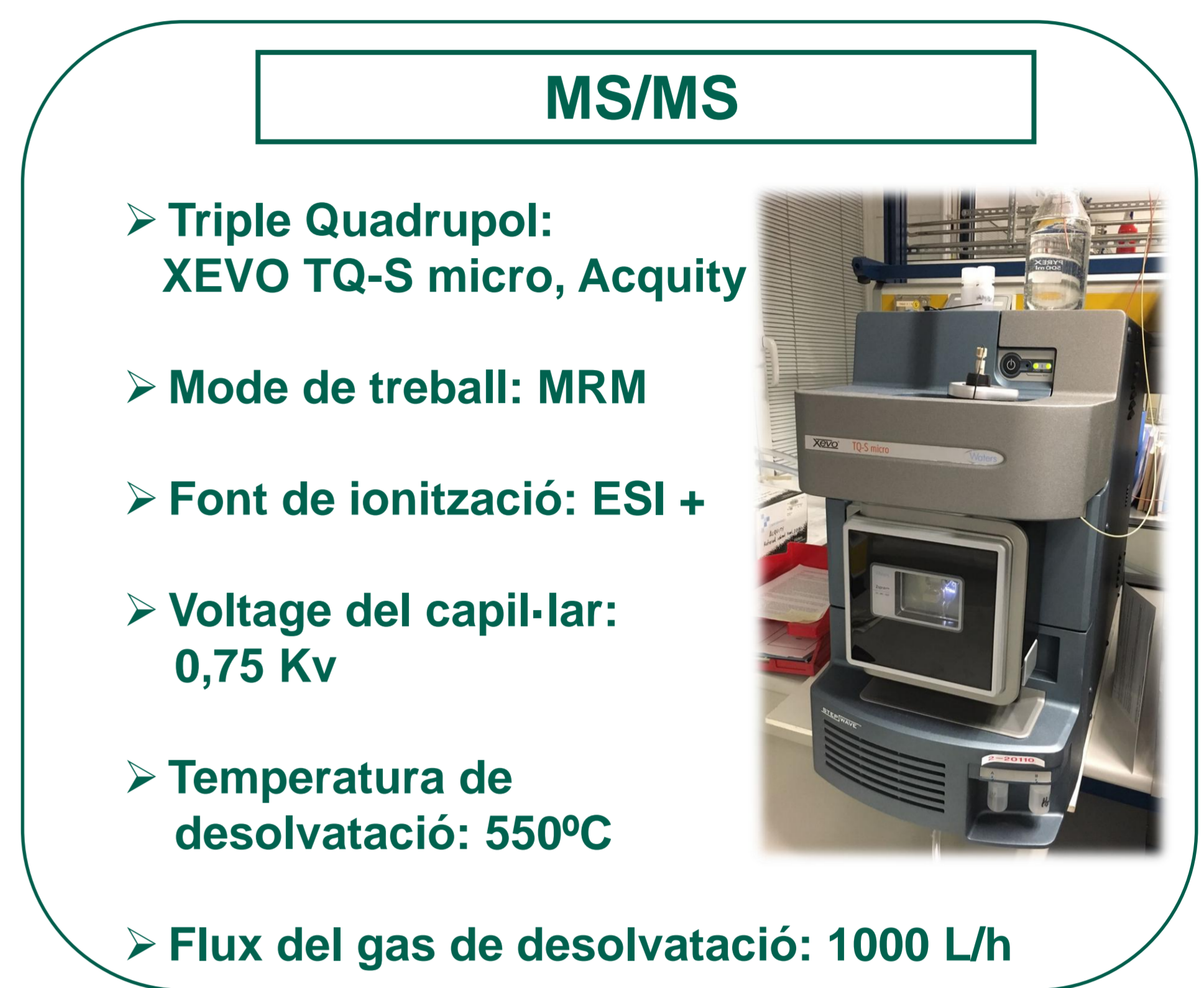
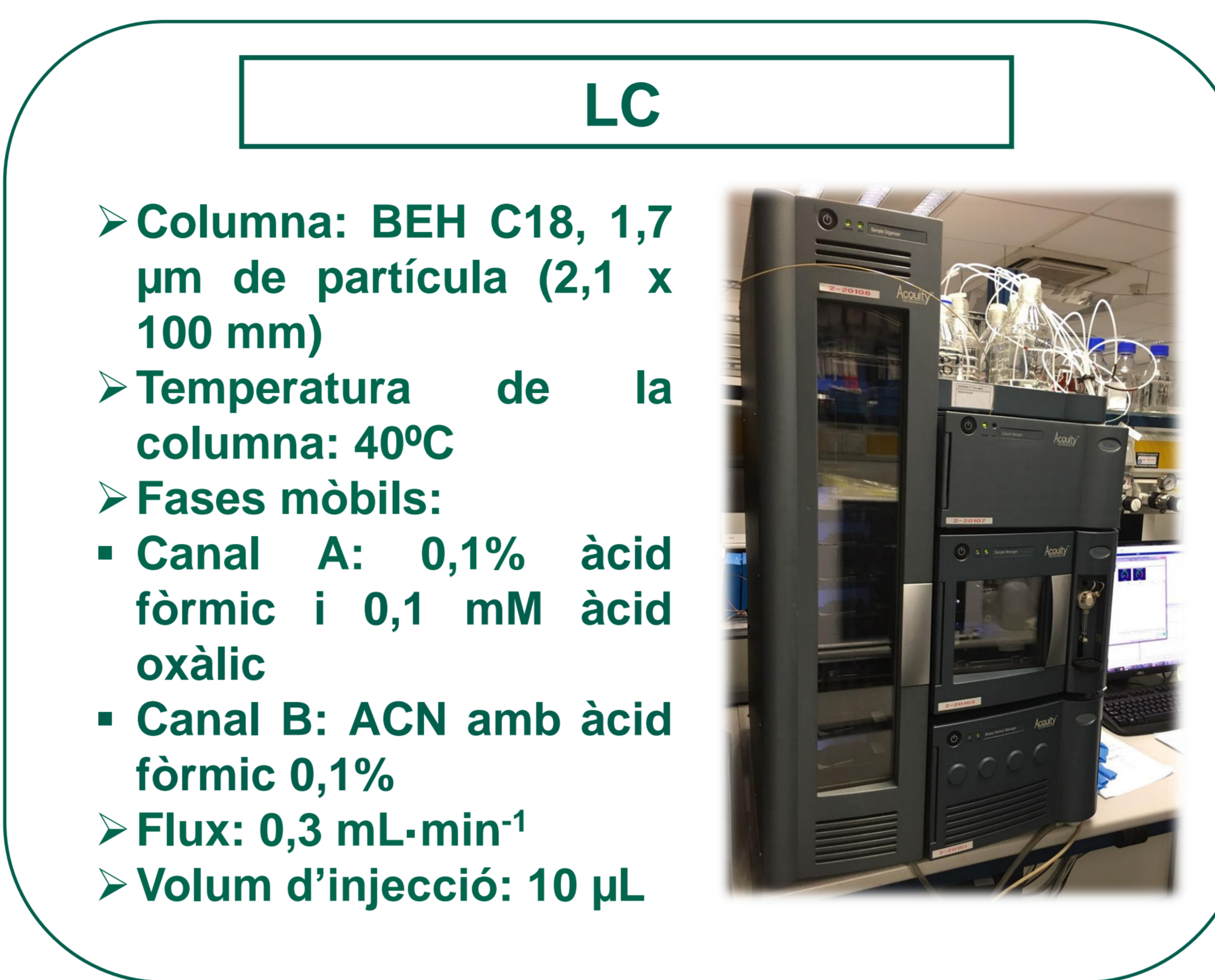


M. Castelló¹, I. Beguiristain², A. Rúbies², M. Granados¹
 1. Departament d'Enginyeria Química i Química Analítica, Universitat de Barcelona
 2. Laboratori de l'Agència de Salut Pública de Barcelona (LASPB)

INTRODUCCIÓ

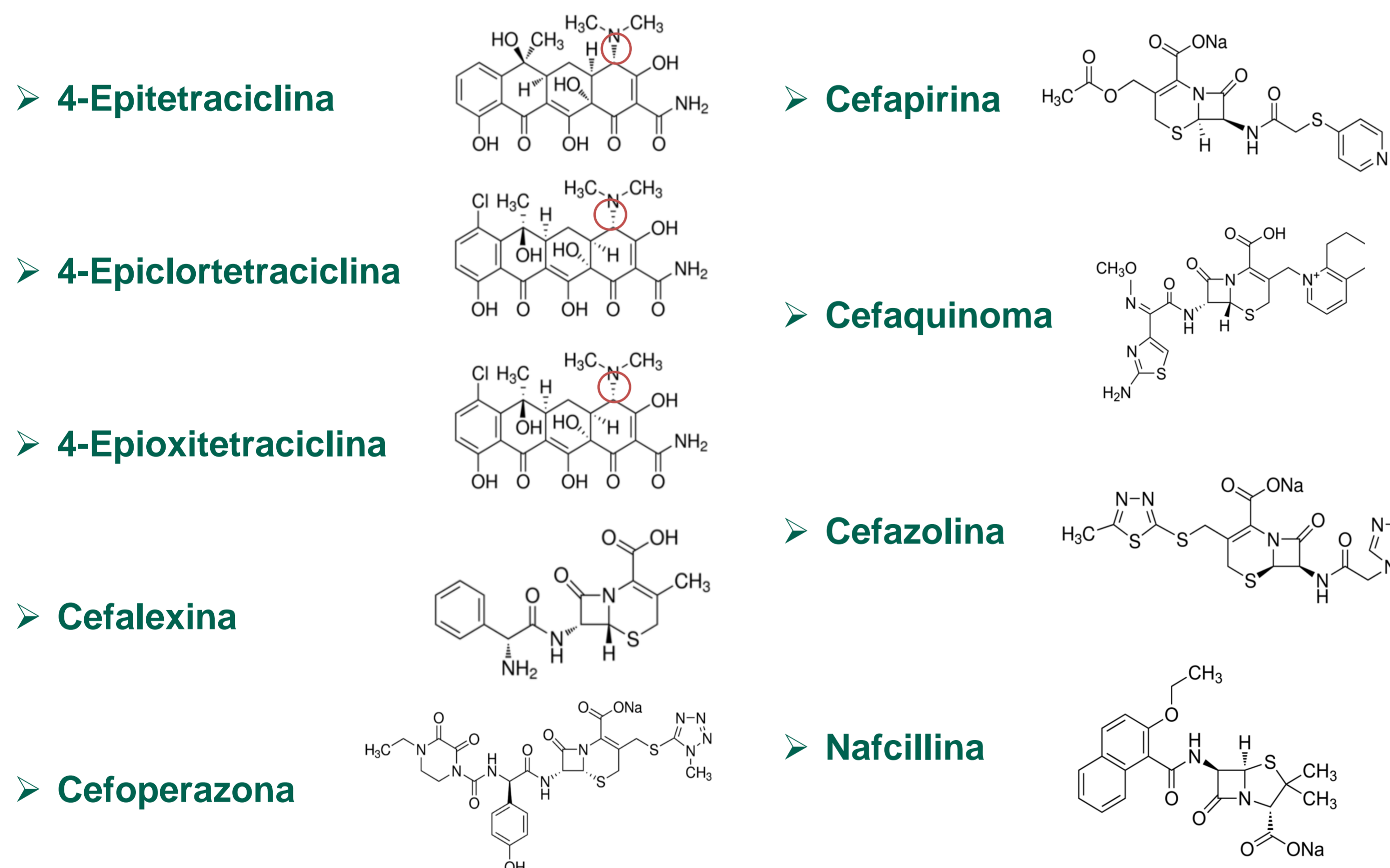
Per garantir la seguretat d'aliments i protegir els consumidors, la Comissió Europea ha establert nivells màxims de residus (LMR) d'antibiòtics en els aliments d'origen animal, que estan entre 50 i 6.000 µg/Kg, depenent del compost i la matriu. Actualment, en el Laboratori de l'Agència de Salut Pública de Barcelona (LASPB), s'utilitza un mètode que permet l'anàlisi de 39 compostos de 5 famílies diferents (sulfamides, quinolones, macròlids, tetraciclins i penicil·lines) en teixits musculars i de greix. El mètode es basa en una extracció amb MeOH:H₂O (70:30) i la posterior separació per cromatografia de líquids (LC) acoblada a espectrometria de masses en tàndem (MS/MS).

MÈTODE ACTUAL PER L'ANÀLISI D'ANTIBIÒTICS AL LASPB



OBJECTIUS

□ Incloure 9 antibiòtics nous en el mètode ja existent.



□ Investigar la idoneïtat del nou mètode ampliat per l'anàlisi de tots els antibiòtics (39 actuals i 9 nous) en mostres de ronyó i fetge.

□ L'objectiu final és disposar d'un mètode de funcionament fiable per a l'anàlisi de 50 antibiòtics en mostres d'origen animal.

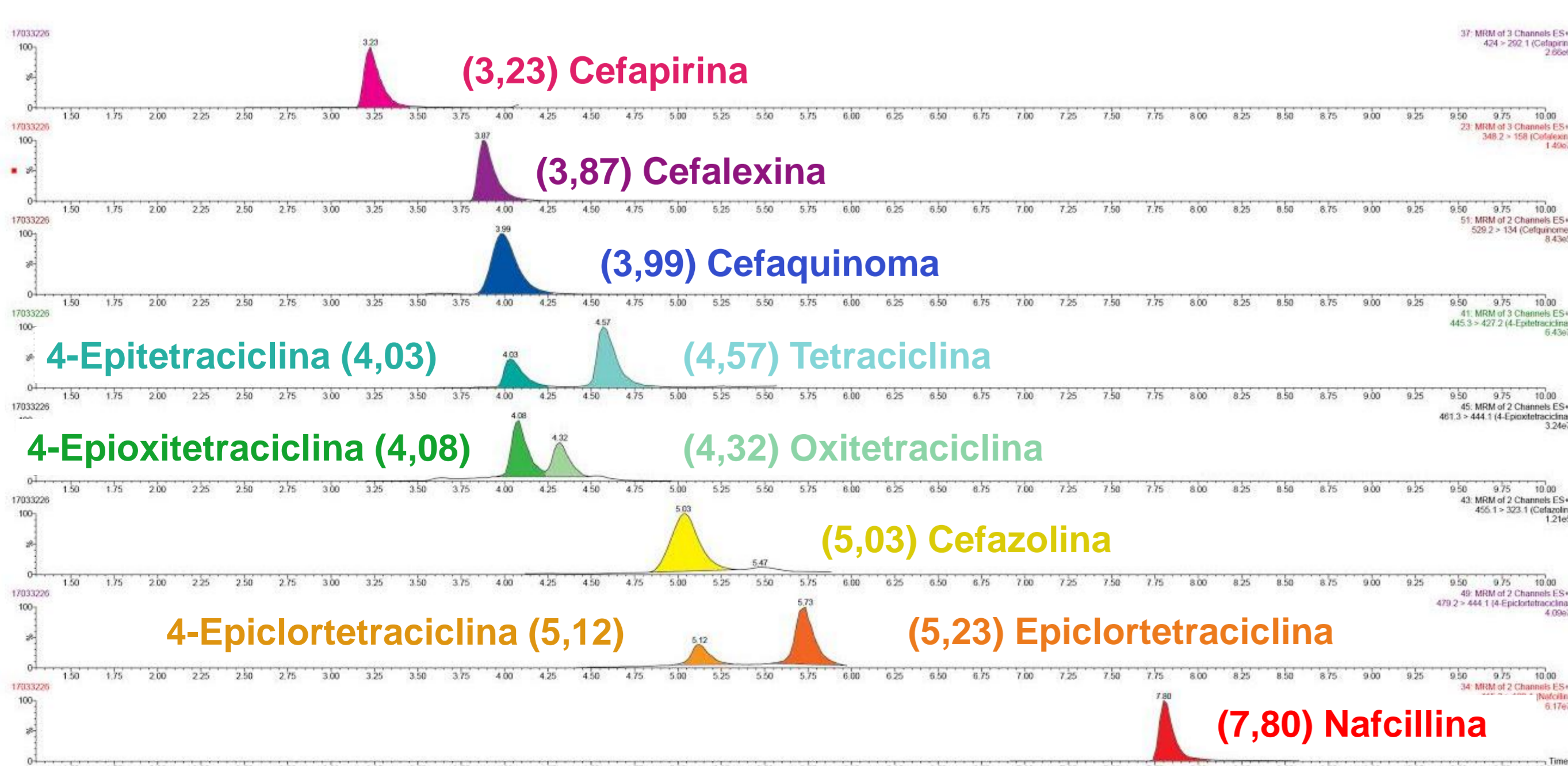
CARACTERITZACIÓ MS

S'ha realitzat la caracterització per MS dels nous compostos i en la taula següent es mostren els paràmetres optimitzats.

Compostos	Ió Precursor (m/z)	Ions Producte (m/z)	E col·lisió (V)	E con (V)	tr (min)
Cefapirina	424,0	320,1	10	15	3,27
		292,1	13		
		152,0	21		
Cefalexina	348,2	158,0	6	30	3,90
		140,0	25		
		106,1	25		
Cefazolina	455,1	323,1	9	20	5,05
		156,0	14		
Cefoperazona	646,1	530,1	10	20	5,99
		143,1	35		
Cefquinoma	529,2	396,0	12	20	4,03
		134,0	13		
Nafcillina	415,3	199,1	13	10	7,84
		171,1	37		
4-Epioxitetraciclina	461,3	426,1	19	35	4,12
		444,1	15		
4-Epitetraciclina	445,3	410,1	12	30	4,80
		427,2	11		
		428,2	14		
4-Epiclortetraciclina	479,2	462,1	16	30	5,17
		444,1	19		

SEPARACIÓ LC

S'ha comprovat que amb les condicions establertes anteriorment de LC es separen correctament els nous anàlisis i s'han caracteritzat els seus temps de retenció (min).



Cromatograma dels nous compostos a 10µg/kg sobre mostra de múscul porcí.

VALIDACIÓ

A continuació es mostra una taula dels nous anàlisis validats en la matriu múscul. Actualment la validació s'està realitzant per tota la bateria de 50 antibiòtics en les matrius fetge i ronyó.

Compost	Matriu i Espècies	LMR (µg/Kg)	LQ (µg/Kg)	CCα i CCβ (µg/Kg)	Repetibilitat i Reproductibilitat (% RSD)	Pendent	Recuperació (%)
Cefapirina	Múscul Boví	50	10	56 62	6,72 7,82	0,08207	59,8
Cefalexina	Múscul Boví	200	10	211 223	2,20 3,47	0,03975	85,4
Cefazolina	Múscul Boví, oví i caprí	--	10	1,4 3,1	6,35 10,07	0,01047	69,6
Cefaperazona	Múscul Boví	--	10	1,5 2,9	6,24 9,93	0,00606	70,3
Cefaquinoma	Múscul Boví	50	10	58 67	9,39 11,57	0,00522	78,5
Nafcillina	Múscul Totes	300	10	305 310	0,94 1,03	0,00160	71,4
4-Epioxitetraciclina	Múscul Totes	100	10	102 104	1,00 1,07	0,00297	70,6
4-Epitetraciclina	Múscul Totes	100	10	103 105	1,43 1,57	0,00419	83,3
4-Epiclortetraciclina	Múscul Totes	100	10	104 108	2,36 2,27	0,00085	82,7

-- Substàncies prohibides: no tenen LMR.