

ANALIZA RIJETKIH MEDOVA NA OSTATKE VETERINARSKIH LIJEKOVA – NITROIMIDAZOLA

ANALYSIS OF RESIDUES OF VETERINARY DRUGS - NITROIMIDAZOLES IN RARE HONEY

Dijana Mišetić Ostojić^{1*}, Kristina Kvrđić¹, Natalija Džafić¹, Tomislav Pavlešić², Lara Saftić Martinović³, Nina Bilandžić⁴

¹ Hrvatski veterinarski institut Zagreb, Veterinarski zavod Rijeka, Laboratorij za analitičku kemiju i rezidue, Podmurvice 29, 51 000 Rijeka

² Sveučilište u Rijeci, Fakultet zdravstvenih studija, Viktora Cara Emina 5, 51 000 Rijeka

³ Sveučilište u Rijeci, Odjel za biotehnologiju, Radmile Matejčić 2, 51000 Rijeka

⁴ Hrvatski veterinarski institut Zagreb, Odjel za veterinarsko javno zdravstvo, Laboratorij za određivanje rezidua, Savska Cesta 143, Zagreb

*misetic.vzr@veinst.hr

Uvod

Nitroimidazoli pripadaju skupini anitibiotika koji se koriste u liječenju infekcija izazvanih anaerobnim bakterijama i parazitima. Sukladno važećoj legislativi ostaci nitroimidazola nisu dopušteni u medu (1). Med kao prirodni proizvod botaničkog i animalnog podrijetla vrlo je cijenjena namirnica, ne samo kao zamjena za šećer, već i zbog niza drugih svojstava blagotvornih za ljudsko zdravlje. U Republici Hrvatskoj, praćenje kakvoće meda regulirano je nizom Uredbi, ovisno o parametrima koji se tiču zdravstvene ispravnosti, te Pravilnika koji propisuju uvjete kojima med mora udovoljavati, obzirom na zemljopisno i melisopalinološko podrijetlo (2,3). Cilj ovog istraživanja bio je utvrditi prisustvo i koncentraciju ostataka veterinarskih lijekova iz skupine nitroimidazola metodom tekućinske kromatografije visokog učinka s masenom detekcijom, na jedanaest uzoraka meda rijetko zastupljenog botaničkog podrijetla s područja Hrvatske. Analizirana su četiri uzorka meda iz skupine uniflornih medova, biljne vrste *Ailanthus altissima* - pajasen i sedam uzoraka meda biljnog podrijetla *Mentha spp.* - metvica (4).



Slika 1. Uzorci meda



Slika 2. *Ailanthus altissima* - pajasen



Slika 3. *Mentha spp.* - metvica

Materijal i metode

Uzorci prikupljeni za ovo istraživanje su pristigli sa različitih područja Hrvatske, u razdoblju od travnja do srpnja 2021. godine, u količini od 100g po vrsti. Uzorci meda su analizirani akreditiranom, internom metodom SOP R-3-89 UHPLC-MS/MS. Djelomično kristalizirani uzorci su podvrgnuti dekrizalizaciji. Za analizu su odvagana 2 g po uzorku, te je u svaki dodano 20 µl otopine mješavine internih standarda koncentracije 150 µg/kg, u otopini vode i metanola (9:1), a čine ju dimetridazol (DMZ), hidroksimetridazol (DMZOH/HMMNI), metronidazol (MNZ), hidroksimetronidazol (MNZOH), ipronidazol (IPZ), hidroksiipronidazol (IPZOH), ornidazol (ONZ), ronidazol (RNZ), seknidazol.

Obrada uzorka po fazama:

EKSTRAKCIJA
PROČIŠĆAVANJE UZORAKA (SCX kolonice)
OTPARAVANJE U STRUJI DUŠIKA
OTAPANJE OTPARENIH UZORAKA U 200 µl VODENE OTOPINE MOBILNE FAZE S DODATKOM MRAV-LJE KISELINE U UDIJELU 0,1%

Uzorci su analizirani metodom tekućinske kromatografije visokog učinka s masenom detekcijom (Agilent Technologies 1290, QQQ 6460). Kromatografsko razdvajanje analita je izvedeno na koloni Agilent Poroshel 120 SB-Aq3x100mm x 2,7 µm, uz primjenu mobilne faze vodenog dijela s dodatkom mravlje kiseline u udjelu 0,1 % i acetonitrila, u omjeru 95: 5 %.

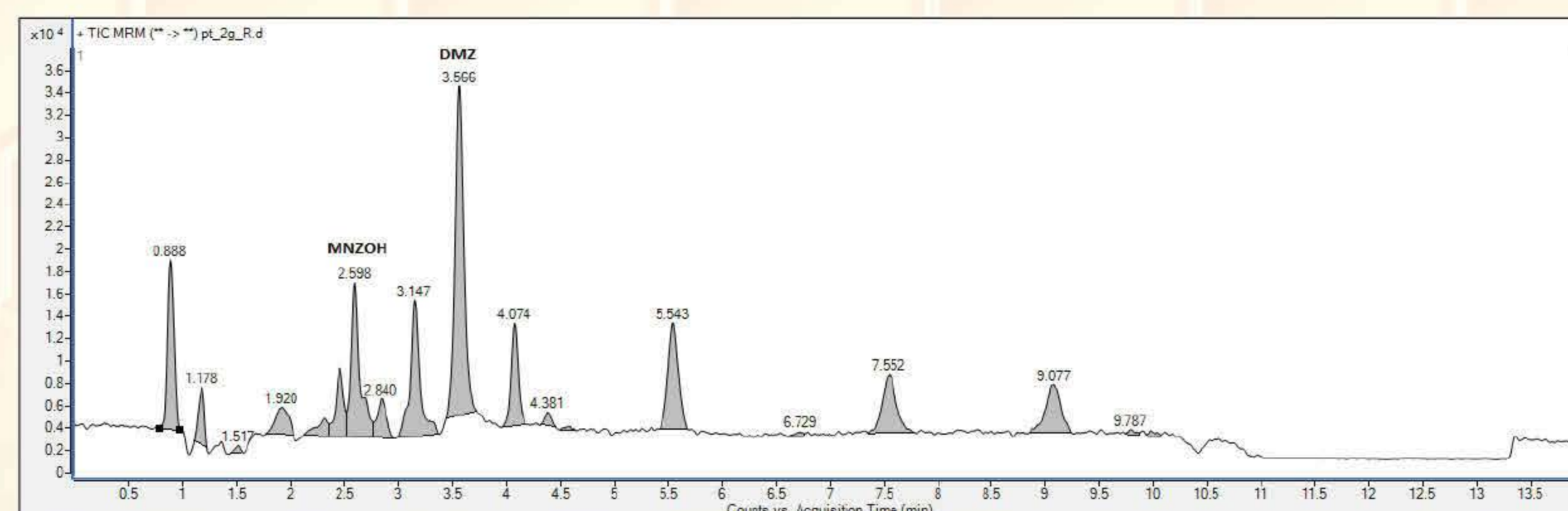
Rezultati

U analiziranim uzorcima nisu detektirani ispitivani nitroimidazoli.

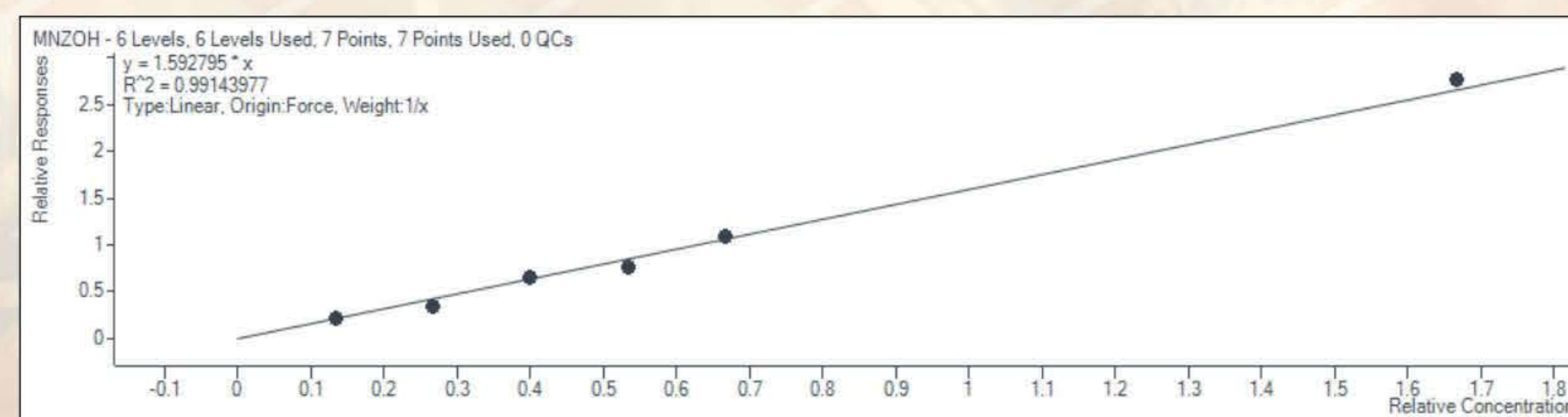
Vrijednosti cca metode dobiveni validacijskom studijom, prikazani su u Tablici 1.

Tablica 1: 1Uexp- Relativna proširena nesigurnost

ANALIT	CCα (µg/kg)	CCβ (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	U
Dimetridazol	0,33	0,39	0,03	0,09	0,07
HMMNI	0,67	0,78	0,16	0,54	0,08
Ipronidazol	0,38	0,47	0,02	0,07	0,12
Ipronidazol-OH	0,37	0,46	0,01	0,04	0,11
Metronidazol	0,70	0,84	0,04	0,14	0,09
Metronidazol-OH	0,38	0,48	0,05	0,18	0,11
Ornidazole	0,71	1,02	0,04	0,12	0,21
Ronidazol	0,34	0,40	0,03	0,08	0,08
Seknidazol	0,41	0,52	0,07	0,23	0,16
Terimidazol hidroklorid	0,43	0,56	0,03	0,11	0,13



Slika 4. Kromatogram uzorka međulaboratorijske usporedbe s detektiranim analitima (MNZOH i DMZ)



Slika 5. Kalibracijska krivulja za analit MNZOH

Zaključak

Sukladno važećim propisima u Republici Hrvatskoj, u odnosu na najveće dopuštene količine rezidua farmakološki djelatnih tvari u hrani životinjskog podrijetla, u medu nisu dozvoljeni ostaci nitroimidazola, te je analizom ispitivanih uzoraka utvrđeno da udovoljavaju propisanim zahtjevima.

Literatura

- 1 Uredba Komisije (EU) 37/2010.
- 2 MP RH (2015) Pravilnik o medu, NN 53/15.
- 3 MP RH (2017): Pravilnik o izmjenama pravilnika o medu NN 47/17.
- 4 MP RH (2009): Pravilnik o uniflornom medu NN 122/09.