

DETERMINACIÓ D'ANTIINFLAMATORIS NO ESTEROIDEUS (AINES)

El Servei de Química ha incorporat a la seva oferta analítica la determinació d'antiinflamatoris no esteroideus (AINES), que es descriu en el procediment MA/2/19150.

Per a l'aplicació d'aquest procediment es determinen els AINES: ketoprofè, meloxicam, oxfenbutazona, phenylbutazona, diclofenac, àcid meclofenàmic, àcid flufenàmic, 5-hidroxi flunixin, flunixin, àcid niflúmic.

La determinació d'AINES en aliments d'origen animal consisteix en l'extracció i purificació en fase sòlida dispersiva. L'extracte és analitzat per cromatografia de líquids ultraràpida d'alta resolució (UPLC) en fase inversa amb detector d'espectrometria de masses triple quadrupol (QqQ).

Les mostres es quantifiquen per recta extreta amb patró intern (matrix matched surrogate). Els patrons interns són el meloxicam D3, àcid flufenàmic C13, phenylbutazona C13, àcid niflúmic C13.

Les mostres que un cop analitzades per QqQ requereixen confirmació, s'analitzaran per cromatografia de líquids d'ultra-alta resolució (UHPLC) acoblada a espectrometria de masses d'alta resolució (HRMS) amb tecnologia ORBITRAP®

L'interval d'aplicació va des del límit de decisió (pels anàlits sense LMR) o des del límit de quantificació (LQ) pels anàlits amb LMR fins al nivell màxim validat (40 µg/kg pel 5-OH-Flunixin i 25 µg/kg per la resta d'anàlits).

El procediment ha estat validat d'acord als requisits de la Decisió (CE) 657/2002 i pertany a la categoria d'assaig d'anàlisi de residus zosanitaris per cromatografia de líquids MA/2/19001 segons la nota tècnica de l'ENAC (NT-18) per a la gestió de l'abast flexible del laboratori.

Segons la validació del mètode analític, els valors trobats pel límit de quantificació (LQ), pel límit de decisió ($CC\alpha$) i per la capacitat de detecció (CCB) en matriu de llet per a cadascun dels compostos estudiats són:

LQ: 2.5 µg/kg per a tots els anàlits inclosos en aquest procediment

Compost	CCα (µg/kg)	CCB (µg/kg)	Compost	CCα (µg/kg)	CCB (µg/kg)
Ketoprofè	0.4	0.8	Phenylbutazona	0.4	0.8
Oxifenbutazona	0.9	1.3	Àcid meclofenàmic	0.5	0.9
Meloxicam (LMR=15 µg/kg)	15.8	16.5	5-hidroxi-flunixin (LMR=40 µg/kg)	41.2	42.3
Meloxicam (sense LMR)	1.0	1.4	5-hidroxi-flunixin (sense LMR)	1.1	1.5
Diclofenac	1.5	1.9	Flunixin	1.5	1.9
Àcid flufenàmic	0.8	1.2	Àcid niflúmic	1.0	1.4

Aquest límits es poden consultar a la edició vigent de la Llista Pública d'Assaigs sota Acreditació (LEBA), on es descriuen les matrius i anàlits validats o comprovats.



Francesc Centrich
Cap del Servei
Barcelona, 26 d'octubre de 2015

Agència de Salut Pública de Barcelona

Plaça Lesseps, 1 · 08023 Barcelona · Tel. 93 238 45 45 · www.aspb.cat

