

Mgr Joanna Pacyńska

Opracowanie nowych procedur badawczych oznaczania pozostałości leków w produktach żywnościowych wraz z ich walidacją i wdrożeniem w Laboratorium Wojewódzkiego Inspektoratu Weterynarii w Poznaniu

Development of new research procedures for determining drug residues in food products along with their validation and implementation in the laboratory of the Provincial Veterinary Inspectorate in Poznań

Streszczenie

Praca doktorska dotyczy oznaczania pozostałości substancji przeciwbakteryjnych w produktach żywnościowych pochodzenia zwierzęcego. Antybiotyki są powszechnie stosowane w leczeniu chorób u zwierząt, ich niewłaściwe stosowanie może prowadzić do obecności pozostałości w żywności, stanowi to zagrożenie dla zdrowia konsumentów i może przyczyniać się do rozwoju odporności bakterii. Dlatego pozostałości leków weterynaryjnych w żywności, są kontrolowane w ramach krajowych oraz unijnych programów monitorowania bezpieczeństwa żywności pochodzenia zwierzęcego.

W ramach badań opracowano procedury badawcze oznaczania antybiotyków wymaganych w kontroli, należących do różnych grup chemicznych. Procedury oznaczania pozostałości substancji przeciwbakteryjnych opracowano dla mięśni, mleka, nerek, jaj i miodów, z zastosowaniem techniki chromatografii cieczowej sprzężonej z tandemową spektrometrią mas (LC-MS/MS). Przygotowano trzy odrębne procedury badawcze: jedną wspólną dla mięśni, mleka i nerek, drugą dla jaj a trzecią dla miodów. Opracowane procedury obejmowały nie tylko optymalizację procesu ekstrakcji antybiotyków, ale również optymalizację warunków instrumentalnych. Celem było uzyskanie miarodajnej, czułej i selektywnej procedury oznaczania pozostałości substancji przeciwbakteryjnych w różnych produktach spożywczych pochodzenia zwierzęcego.

Opracowane procedury zostały poddane walidacji zgodnie z wymaganiami Rozporządzenia Wykonawczego Komisji (UE) 2021/808. Określono wszystkie wymagane

parametry: $CC\beta$, $CC\alpha$, powtarzalność, odtwarzalność, poprawność, selektywność, liniowość, efekt matrycy oraz odporność metody. Wyznaczono również budżet niepewności pomiaru zgodnie z wymaganiami normy PN-EN ISO/IEC 17025.

Zwalidowane procedury zostały wdrożone do badań rutynowych w Laboratorium Wojewódzkiego Inspektoratu Weterynarii w Poznaniu oraz objęte systemem akredytacji przez Polskie Centrum Akredytacji. Procedury zostały potwierdzone z dobrym wynikiem poprzez udział w badaniach biegłości, audytach wewnętrznych oraz kontrolach przeprowadzanych przez jednostki unijne i PCA.

Wdrożone procedury są obecnie wykorzystywane w badaniach rutynowych prowadzonych w ramach urzędowej kontroli żywności w Laboratorium Wojewódzkiego Inspektoratu Weterynarii w Poznaniu.

Summary

This doctoral dissertation focuses on the determination of residues of antibacterial substances in food products of animal origin. Antibiotics are commonly used in the treatment of animal diseases, however, their improper use may result in the presence of residues in food, posing a risk to consumer health and contributing to the development of bacterial resistance. Therefore, residues of veterinary medicinal products in food are monitored as part of national and European Union food safety control programs.

As part of this study, analytical procedures were developed for the determination of antibiotics required for official control, belonging to various chemical groups. The procedures were designed for muscles, milk, kidneys, eggs, and honey, using liquid chromatography coupled with tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). Three separate analytical procedures were established: one common procedure for muscles, milk, and kidneys; a second for eggs; and a third for honey. The developed procedures included not only optimization of the antibiotic extraction process but also optimization of instrumental conditions. The aim was to obtain a reliable, sensitive, and selective procedure for the determination of antibacterial residues in different food products of animal origin.

The developed methods were validated in accordance with the requirements of Commission Implementing Regulation (EU) 2021/808. All required validation parameters were determined, including $CC\beta$, $CC\alpha$, repeatability, reproducibility, accuracy, selectivity,

linearity, matrix effect, and method robustness. Additionally, the measurement uncertainty budget was established in accordance with the requirements of the PN-EN ISO/IEC 17025 standard.

The validated procedures were implemented for routine testing at the Laboratory of the Provincial Veterinary Inspectorate in Poznań and included in the accreditation system by the Polish Centre for Accreditation. These procedures were confirmed through participation in proficiency tests, internal audits, and inspections carried out by EU bodies and the PCA.

The implemented procedures are currently used in routine testing as part of official food control at the Laboratory of the Provincial Veterinary Inspectorate in Poznań.