

Tabla V. Detalle de datos de validación obtenidos por diferentes autores en la determinación de fluoroquinolonas.

	Gualpa-Rendón	Shen et al [13]	Guto et al [14]	Van Hoof et al [14]	Dufresne et al [16]
Método	LC-ESI-MS/MS	LC-ESI-MS/MS	LC-ESI-MS/MS	LC-ESI-MS/MS	LC-ESI-MS/MS
Matriz	Tejido animal ^a	Aviar	Aviar	Bovino	Camarón
Rango (μgkg^{-1})	10 - 200	1,0 - 20,0	5 - 100	15 - 600	--
Recuperación (%)	93 - 108	55 - 110	79 - 109	93 - 110	57 - 96
CV (%)	< 15	< 18	4,2 - 8,9	< 17	< 18
LOD (μgkg^{-1})	5	0,3	--	--	0,4
LOQ (μgkg^{-1})	10	1	0,2 - 1,4	--	--

^a Músculo de pavo y camarón

alcanzado para Enrofloxacin fue -0,35. Las otras quinolonas fueron reportadas como menor al límite de cuantificación ($<10 \mu\text{gkg}^{-1}$) lo cual fue confirmado en el informe final del Organizador: Test Veritas Progetto Trieste: Laboratory Proficiency Testing for Food analysis.

IV. CONCLUSIONES

El método descrito provee una determinación simultánea eficiente con una buena precisión y exactitud. Los límites de cuantificación se encuentran en niveles más bajos a los límites máximos residuales establecidos para estas sustancias. El uso del solvente apropiado (acetónitrilo) para la extracción permite un rápido análisis de residuos de quinolonas, lo cual es un aspecto importante para los análisis de rutina del laboratorio.

Agradecimientos

Este documento ha sido autorizado a ser publicado gracias al apoyo del Ing. Luis Serón H; gerente corporativo de la compañía World Survey Services a quien los autores expresan su sincero agradecimiento por su apoyo en todos los aspectos que el estudio conlleva.

Referencias

- [1] F. C. Tenover, J. E. McGowan (1998). "The epidemiology of bacterial resistance to antimicrobial agents. In Bacterial infections of humans", *Springer US*, (pp. 83-93).
- [2] S. Nseir, C. Di Pompeo, S. Soubrier, P. Delour, H. Lenci, M. Roussel-Delvallez, A. Durocher (2005). "First-generation fluoroquinolone use and subsequent emergence of multiple drug-resistant bacteria in the intensive care unit". *Critical care medicine*, 33(2), 283-289.
- [3] J. M. Blondeau (2004). "Fluoroquinolones:

mechanism of action, classification, and development of resistance". *Survey of ophthalmology*, 49(2), S73-S78.

[4] P. Gigosos, P. Revesado, O. Cadahia, C. Fente, B. Vazquez, C. Franco, & A. Cepeda. (2000). Determination of quinolones in animal tissues and eggs by high-performance liquid chromatography with photodiode-array detection. *Journal of chromatography A*, 871(1), 31-36.

[5] I. Jiménez-Díaz, M. Hermo, O. Ballesteros, A. Zafra-Gómez, D. Barrón, J. Barbosa, & A. Navalón. (2013). Comparison of three analytical methods for the determination of quinolones in pig muscle samples. *Chromatographia*, 76(11-12), 707-713.

[6] Martins, Magda Targa, et al. (2015). "Determination of quinolones and fluoroquinolones, tetracyclines and sulfonamides in bovine, swine and poultry liver using LC-MS/MS." *Food Additives & Contaminants: Part A*, 32.3, 333-341.

[7] M. Wagil, et al. (2014). "Development of sensitive and reliable LC-MS/MS methods for the determination of three fluoroquinolones in water and fish tissue samples and preliminary environmental risk assessment of their presence in two rivers in northern Poland." *Science of the Total Environment*, 493, 1006-1013.

[8] Rezk, R. Mamdouh, et al. (2015). "Multi-residues determination of antimicrobials in fish tissues by HPLC-ESI-MS/MS method." *Journal of Chromatography B*, 978, 103-110.

[9] Tsai, Chung-Wei, Chan-Shing Lin, and Wei-Hsien Wang. (2012). "Multi-Residue Determination of Sulfonamide and Quinolone Residues in Fish Tissues by High Performance Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry (LC-MS/MS)." *藥物食品分析* 20.3, 674-680.

[10] Regulation, C. (2010). "No. 37/2010 of 22 December 2009 on pharmacologically active substances and their classification regarding maximum residue limits in foodstuffs of animal origin", *Off. J. Eur. Union L*, 15, 1-72.

[11] K. M. Jenkins, M. S. Young (2004). "LC-MS

determination of fluoroquinolone antibiotics in beef tissue using the Atlantis (R) dC (18) column”, *LC GC EUROPE*, 17(11 A), 53-54.

[12] M. J. Schneider, D. J. Donoghue (2003). “Multiresidue determination of fluoroquinolone antibiotics in eggs using liquid chromatography–fluorescence–mass spectrometry n”, *Analytica chimica acta*, 483(1), 39-49.

[13] J. Shen, L. Guo, F. Xu, Q. Rao, X. Xia, X. Li, & S. Ding. (2010). “Simultaneous Determination of Fluoroquinolones, Tetracyclines and Sulfonamides in Chicken Muscle by UPLC–MS–MS”. *Chromatographia*, 71(5-6), 383-388.

[14] W. Guo, Y. Liu, & N. Liu. (2009). “Simultaneous analysis of 7 fluoroquinolone residues in chicken muscle by ultra performance liquid

chromatography-electrospray ionization tandem mass spectrometry”. *Chinese journal of chromatography/Zhongguo hua xue hui*, 27(4), 406-411.

[15] N. Van Hoof, K. De Wasch, L. Okerman, W. Reybroeck, S. Poelmans, H. Noppe, & H. De Brabander. (2005). “Validation of a liquid chromatography–tandem mass spectrometric method for the quantification of eight quinolones in bovine muscle, milk and aquacultured products”. *Analytica Chimica Acta*, 529(1), 265-272.

[16] G. Dufresne, A. Fouquet, D. Forsyth, & S. A. Tittlemier, (2007). “Multiresidue determination of quinolone and fluoroquinolone antibiotics in fish and shrimp by liquid chromatography/tandem mass spectrometry”. *Journal of AOAC International*, 90(2), 604-612.

Información Suplementaria

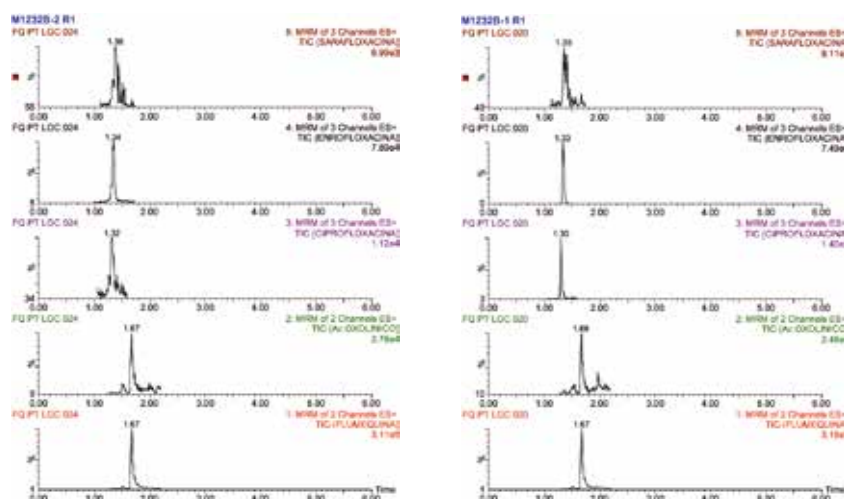


Figura S1. Cromatograma de muestra de tejido animal (músculo de pavo): Prueba Aptitud interlaboratorio: PROGETTO TIRESTE.

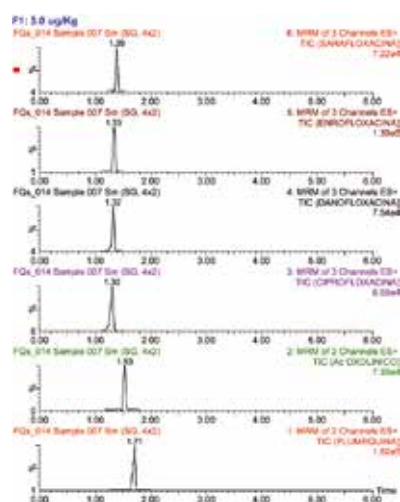


Figura S2. Cromatograma solución mixta de Fluoroquinolonas: 5 µg/L-1 en metanol.

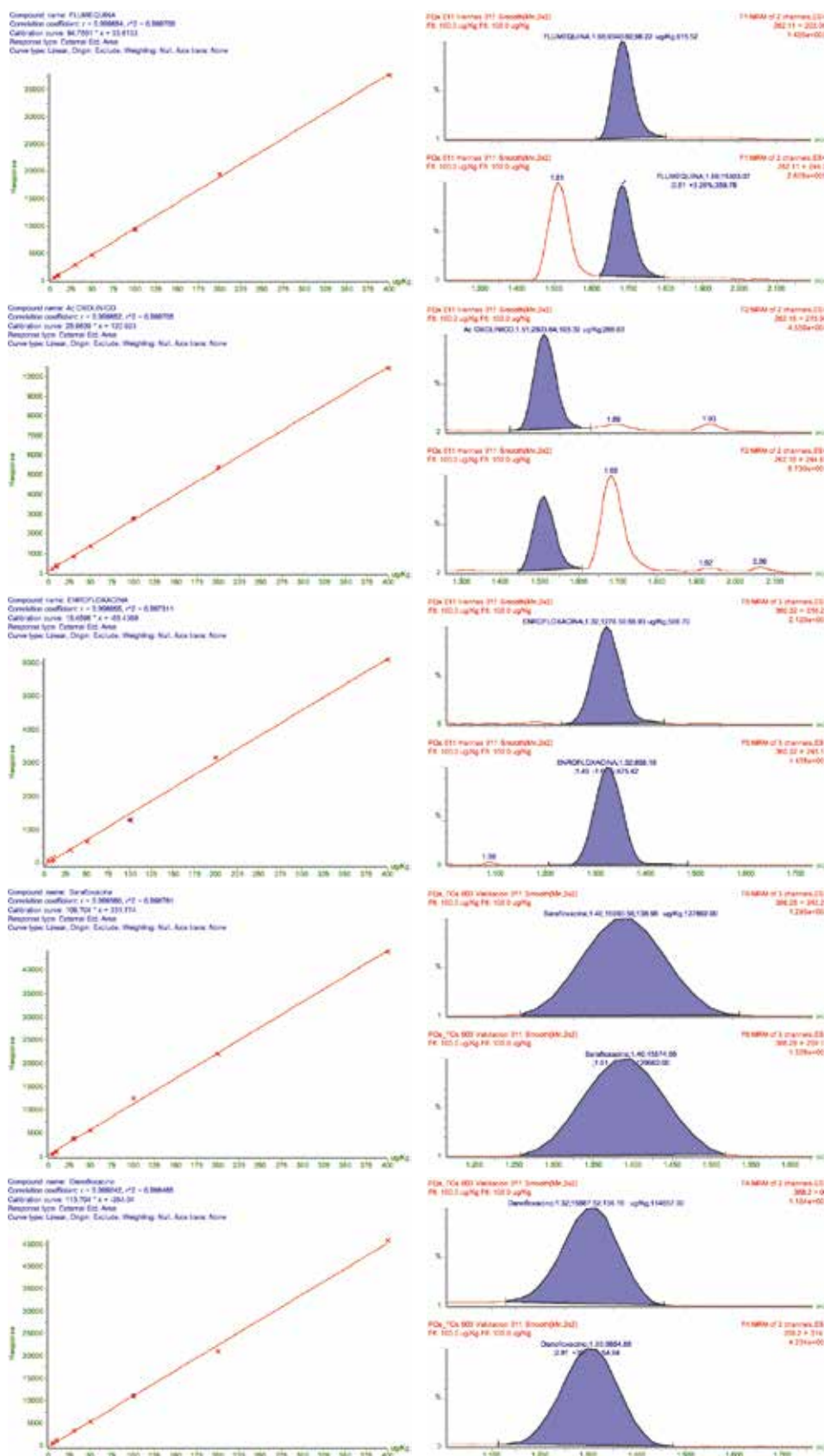


Figura S3. Curvas de calibración en matriz tejido animal (camarón) fortificada: rango de linealidad de 2,5 a 160 µg/g⁻¹.