

# RESIDUI DI TETRACICLINE E SULFAMIDICI NEI MIELI DELLA REGIONE LAZIO: TRIENNIO 2005-2007

## **RESIDUES OF TETRACYCLINES, SULFONAMIDES AND TYLOSIN IN JAR HONEY FROM LATIUM REGION DURING 2005-2007**

Pulcini P.<sup>1</sup>, Di Muro C. <sup>1</sup>, Lusco L. <sup>1</sup>, De Santis L.<sup>2</sup>, Migliore G.<sup>2</sup>, Saccares S.<sup>2</sup>, Formato G.<sup>2</sup>

<sup>(1)</sup> CRA- Unità di Ricerca in Apicoltura e Bachicoltura – Sede di Roma

<sup>(2)</sup> Istituto Zooprofilattico Sperimentale delle Regioni Lazio e Toscana (IZSLT)

### SUMMARY

During 3 years (2005-2007), the IZSLT, and the C.R.A. (ex Sezione di Apicoltura dell'Istituto Sperimentale per la Zoologia Agraria – sede di Roma), analyzed 165 samples of jar honey, from Latium Region, for melissopalinalogical, sensorial, chemical and physical analysis. The screening test for tetracyclines and tylosin were performed, respectively, with the Tetrasensor Honey kit and the ELISA kit for tylosin. HPLC-ESI-MS-MS was used for sulfonamides and for all the samples that resulted positives to the screening test for tetracyclines and tylosin. These the results: 49% of samples presented not in conformities; 18 samples (11% of the total) were positives for tetracyclines; 15 samples (9%) positives for sulfonamides; 6 samples (4%) positives for both tetracyclines and sulfonamides; 0 samples resulted positives for tylosin.

### Key words

Honey, tetraciclina, sulfonamide, tylosin, Latium.

### INTRODUZIONE

Secondo la definizione delle normative nazionali (D.L.vo 179 del 21/05/2004) e comunitarie (Direttiva 2001/110/CE), il miele è *“la sostanza dolce naturale che le api (Apis mellifera) producono dal nettare di piante o dalle secrezioni provenienti da parti vive di piante o dalle sostanze secrete da insetti succhiatori che si trovano su parti vive di piante che esse bottinano, trasformano, combinandole con sostanze specifiche proprie, depositano, disidratano, immagazzinano e lasciano maturare nei favi dell'alveare”*.

Lo stesso D.L.vo 179/04 nell'Allegato II, sulle caratteristiche di composizione del miele, cita: *“Al miele immesso sul mercato in quanto tale o utilizzato in prodotti destinati al consumo umano non è aggiunto alcun ingrediente alimentare, neppure gli additivi, e non è effettuata nessun'altra aggiunta se*

*non di miele. Nei limiti del possibile, il miele deve essere privo di sostanze organiche e inorganiche estranee alla sua composizione”*. Per questo motivo il miele può essere considerato un prodotto naturale per eccellenza. In realtà, negli ultimi anni, il miele ha subito gli effetti dell'inquinamento connessi ad una industrializzazione scriteriata ed all'evoluzione della produzione agricola a carattere intensivo, che si manifestano sottoforma di contaminazione da fitofarmaci e da sostanze inquinanti (es. neonicotinoidi, carbammati, piretroidi, organofosforati, metalli pesanti, idrocarburi policiclici aromatici, tra cui il benzene).

Gli stessi farmaci veterinari possono comportare, qualora utilizzati in maniera impropria, residui nei prodotti dell'alveare. Relativamente a questo punto esistono, purtroppo, alcune malattie delle api che comportano la necessità di somministrare agli alveari sostanze che possono essere ad elevato im-

patto ambientale quali gli acaricidi per la lotta alla varroa e sostanze utilizzate in maniera illecita (è il caso, purtroppo, degli antibiotici, se utilizzati per la peste americana ed europea delle api). Ne deriva quindi un problema di notevole importanza, connesso alla presenza di farmaci nel miele, soprattutto in considerazione della destinazione per la alimentazione umana. Nell'uomo i residui possono causare diversi inconvenienti, quali: fenomeni di tossicità acuta o cronica, effetti allergici, cancerogeni, precancerogeni, mutageni, teratogeni; senza trascurare che possono indurre fenomeni di resistenza batterica. In ogni caso, non viene rispettato il desiderio dei consumatori e le aspettative della normativa, che ricercano nel miele un prodotto il più "naturale" possibile.

Dal 2003 l'Agenzia Regionale per lo Sviluppo e l'Innovazione dell'Agricoltura del Lazio (ARSIAL) organizza la manifestazione concorsuale a carattere regionale "Grandi mieli del Lazio", finalizzata alla promozione delle migliori produzioni di miele, nonché al miglioramento qualitativo del miele del Lazio attraverso un'attività di servizio e di educazione degli apicoltori.

Nel presente lavoro vengono riportati gli esiti analitici di analisi effettuate su un campione di 165 mieli, scelti casualmente, dalle suddette manifestazioni concorsuali, per verificare la qualità generale dei mieli rispetto alle normative vigenti.

## MATERIALI E METODI

Nel triennio 2005-2007, l'Istituto Zooprofilattico Sperimentale delle Regioni Lazio e Toscana, in collaborazione con l'ex Sezione di Apicoltura dell'Istituto Sperimentale per la Zoologia Agraria, ha analizzato 165 campioni di miele di origine laziale, scelti casualmente, partecipanti a concorsi regionali sulla qualità dei mieli del Lazio.

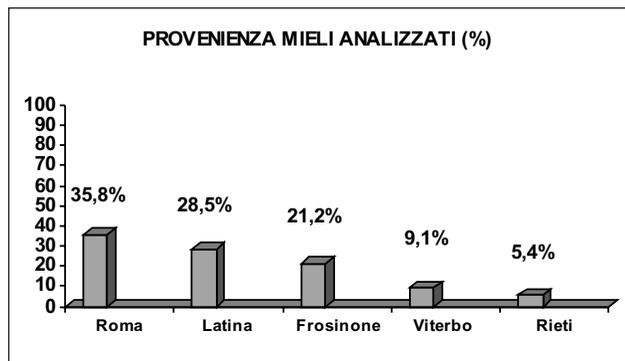
Su tutti i 165 campioni di miele sono state effettuate analisi chimico-fisiche (umidità, idrossimetilfurfurale, indice diastatico, etc.), sensoriali (presenza di impurità, cristallizzazione difettosa, fermentazione, schiuma, etc.), nonché e organolettiche e melissopalnologiche per la valutazione dell'origine botanica. Inoltre, sugli stessi campioni, sono anche state effettuate analisi residuali per verificare la presenza di antibiotici (tetracicline, sulfamidici e tilosina). In particolare, sono stati utilizzati test di screening per tetracicline e tilosina (Tetra-sensor Honey e kit ELISA per tilosina), mentre, me-

dante dei metodi multiresiduo in cromatografia liquida accoppiata a spettrometria di massa "tandem" o HPLC-ESI-MS-MS, sono stati analizzati i sulfamidici e sono stati confermati i positivi dei test di screening per tetracicline e tilosina.

## RISULTATI

I campioni provenivano da tutta la regione Lazio ed erano distribuiti per provincia come di sotto riportato (figura 1): 59 campioni da Roma (35,8%), 47 campioni da Latina (28,5%), 35 campioni da Frosinone (21,2%), 15 campioni da Viterbo (9,1%) e 9 campioni da Rieti (5,4%).

Figura 1 – Provincia di produzione dei mieli analizzati



Relativamente all'origine botanica, i campioni di miele erano così rappresentati: 84 monoflorali (23 melata, 18 eucalipto, 19 castagno, 15 acacia, 3 tiglio, 2 arancio, 1 trifoglio, 1 timo, 1 ailanto, 1 sulla) e 81 multiflorali (figura 2).

In merito alla presenza di residui di antibiotici, invece, 27 (16%) dei 165 campioni di miele analizzati sono risultati positivi. Di questi, l'11% (18 campioni) è risultato positivo alle tetracicline, mentre il 9% (15 campioni) è risultato positivo ai sulfamidici. Il 4% (6 campioni) è risultato positivo sia alle tetracicline che ai sulfamidici (figura 3). Su nessuno dei campioni è stata invece accertata la presenza di tilosina.

Andando poi ad analizzare la quantità di tetracicline riscontrate: 11 (61% dei 18 positivi) campioni contenevano tra 0 e 5 ppb; 1 (5,5%) tra 5 e 10 ppb; 1 (5,5%) tra 10 e 15 ppb; 1 (5,5%) tra 15 e 20 ppb; 3 (17%) campioni tra 20 e 25 ppb; 1 (5,5%) campione presentava 137 ppb (figura 4).

Figura 2 – Risultati analisi melissopalnologica

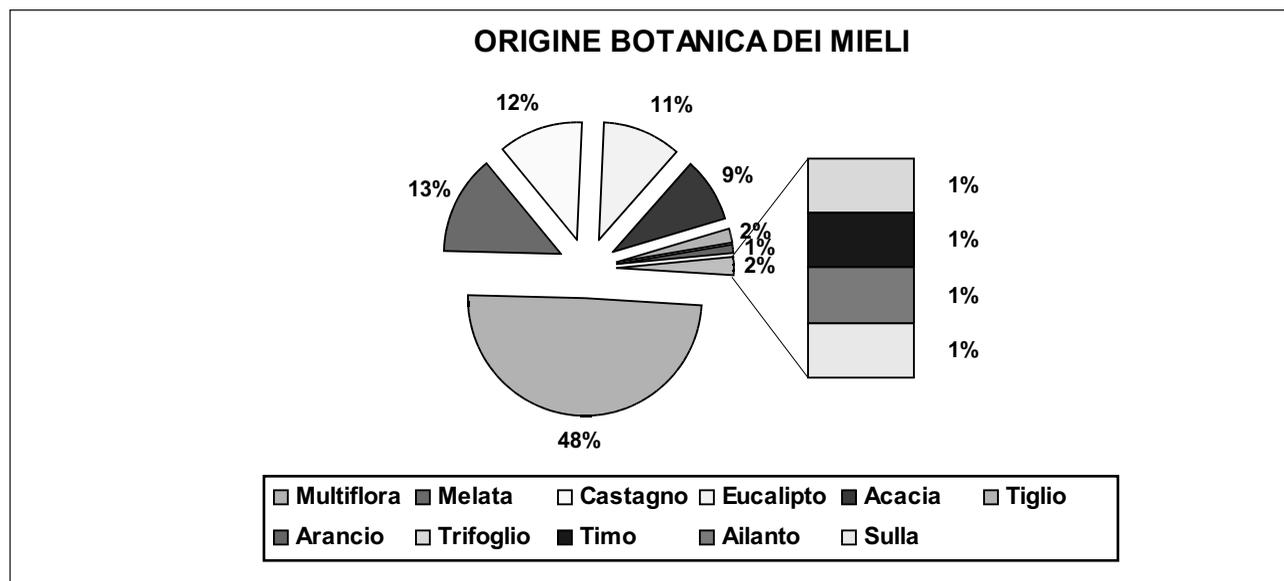


Figura 3 – Non conformità riscontrate per presenza di antibiotici

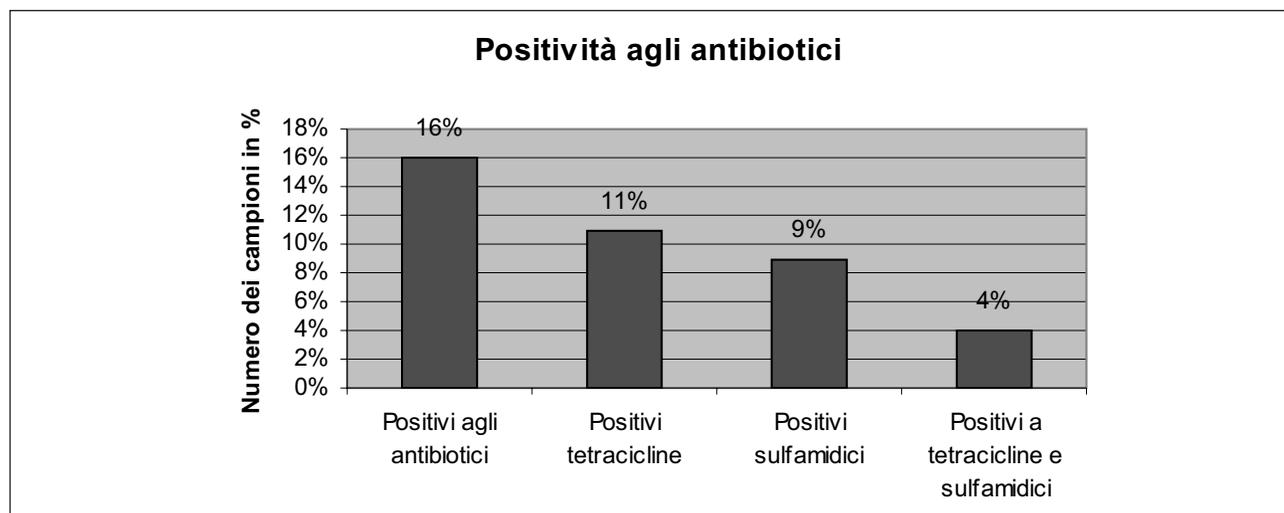


Figura 4 – Quantità di tetracicline (ppb) evidenziate nei campioni positivi

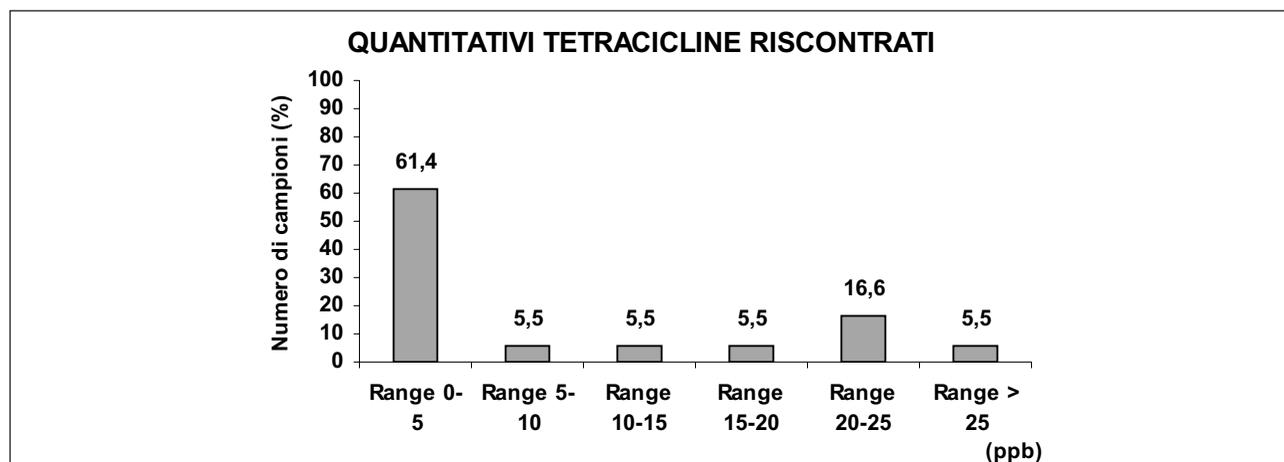


Figura 5 – Quantità di sulfamidici (ppb) evidenziate nei campioni positivi

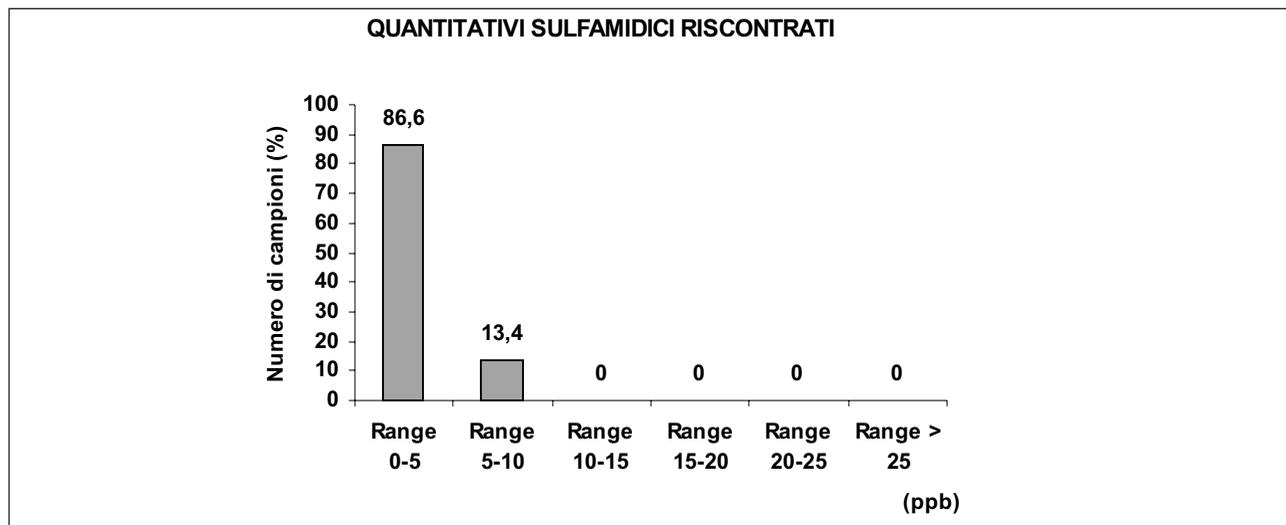


Figura 6 – Non conformità riscontrate alle analisi chimico-fisiche.

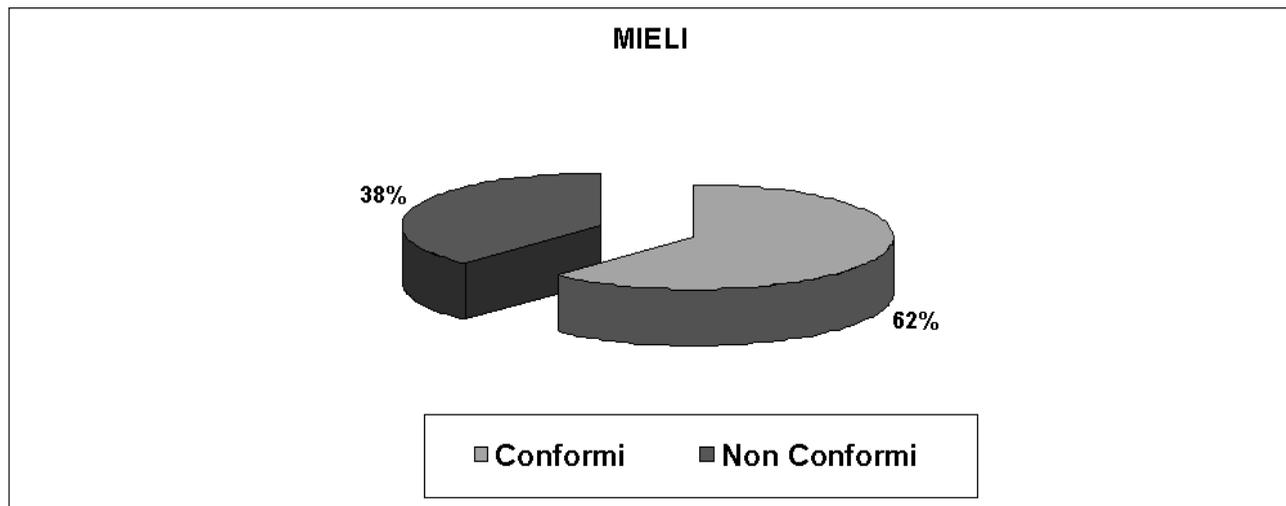
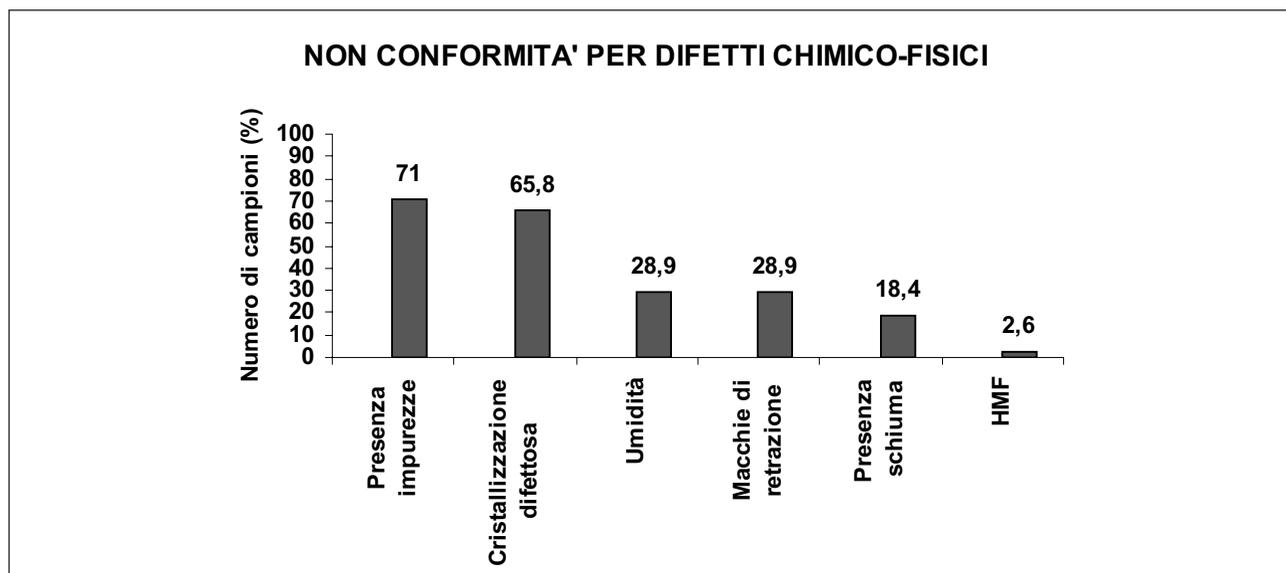


Figura 7 – Difetti chimico-fisici evidenziati nei campioni di miele analizzati



Per i sulfamidici, invece, le quantità riscontrate sono state le seguenti: 13 (86,6%) campioni sui 15 positivi contenevano tra 0 e 5 ppb; 2 (13,4%) tra 5 e 10 ppb (figura 5).

La provincia del Lazio in cui è stato più frequente il rinvenimento dei residui di tetracicline è stata quella di Latina (38%), mentre per i sulfamidici le percentuali più alte (26%) sono state riscontrate a Latina, Viterbo e Roma.

L'origine botanica maggiormente positiva sia per tetracicline che per sulfamidici è stata quella del miele di eucalipto (16% per le prime, 13% per i secondi), tipico della provincia di Latina.

Le analisi chimico-fisiche dei 165 campioni hanno evidenziato non conformità in 63 (38%) campioni (figura 6).

Le non conformità chimico-fisiche, in dettaglio, erano così ripartite (figura 7): presenza di impurezze (71%), cristallizzazione difettosa (65,8%), umidità (28,9%), macchie di retrazione (28,9%), presenza di schiuma (18,4%), HMF (2,6%).

E' interessante notare che le non conformità qualitative alle analisi chimico-fisiche sono risultate anche più di una per alcuni dei campioni difettosi: dei 63 campioni non conformi per difetti chimico-fisici, 4 presentavano 3 difetti, 16 presentavano 2 difetti, 43 presentavano 1 difetto.

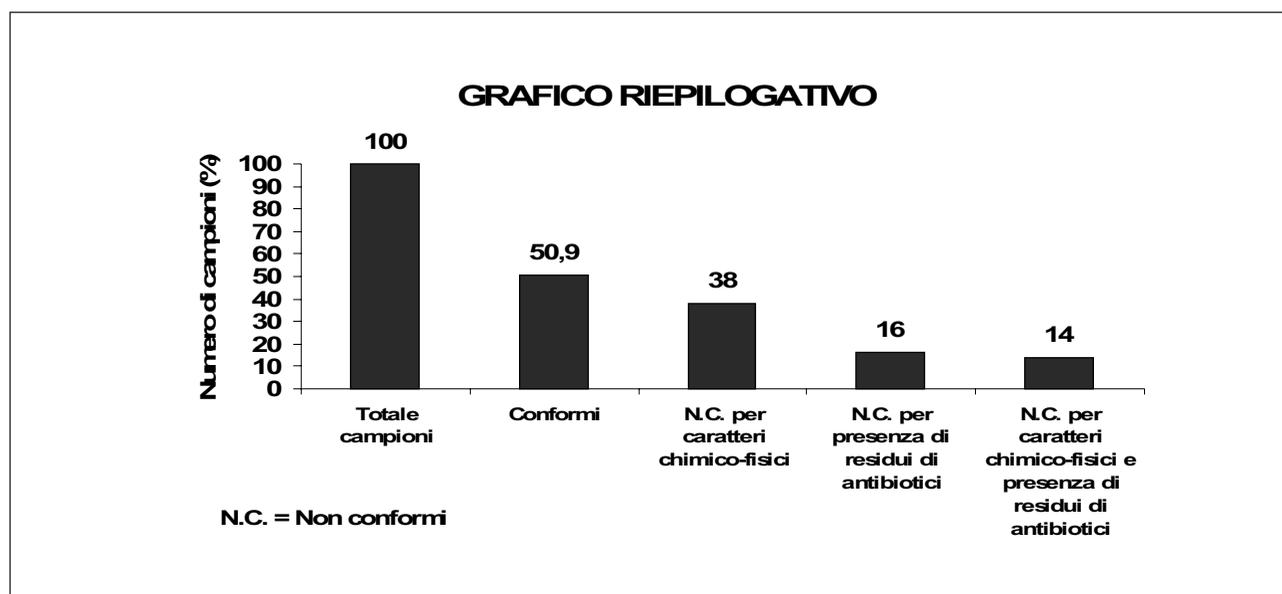
Nella figura 8 vengono riportati in maniera sintetica i risultati delle analisi realizzate.

## CONSIDERAZIONI E CONCLUSIONI

In merito agli aspetti qualitativi, chimico-fisici e sensoriali dei mieli analizzati, linea generale si può esprimere un giudizio positivo, dal momento che, anche se la percentuale dei campioni risultati non conformi può sembrare elevata (38%), va ricordato che essi comunque non rappresentano un pericolo per la salute dei consumatori. Il tipo di imperfezioni riscontrate riguardava, infatti, nella quasi totalità dei casi, errori produttivi di lieve entità e imputabili più che a carenze tecniche, alla semplice sottovalutazione di alcuni aspetti nelle fasi di lavorazione del miele. Sarebbe quindi opportuno riportare all'attenzione dei produttori quegli aspetti spesso sottovalutati e relativi alle buone pratiche di lavorazione del miele prodotto.

Relativamente, invece, alla problematica dei residui di antimicrobici, sebbene le positività riscontrate agli antibiotici rilevinano concentrazioni piuttosto basse (il 74% presenta infatti residui <10 ppb), il rinvenimento di campioni positivi (20%) nei mieli del Lazio, manifesta ancora oggi una certa resistenza negli apicoltori ad evitare l'impiego di tali sostanze (non consentite in apicoltura). Ne risulta quindi una evidente necessità di effettuare ulteriori interventi di tipo formativo sugli apicoltori, anche per quanto concerne il corretto impiego del farmaco e la prevenzione delle malattie denunciabili in apiaro, con l'ovvio obiettivo finale di tutelare la salu-

Figura 8 – Risultati in breve di tutte le analisi realizzate



brità del miele prodotto. I risultati ottenuti con il presente lavoro sembrano essere in linea con i dati raccolti dal Piano Regionale Residui 2006 del Lazio, ma superano di molto le positività riscontrate (pari all'1,2%) a livello nazionale dal PNR 2006, per i residui di categoria B.

## BIBLIOGRAFIA

- 1) Baggio A., Gallina A., Mulinelli F., "Qual è la situazione circa la presenza di residui antibatterici nel miele commercializzato in Italia?", in "Malattie delle api e residui nei prodotti dell'alveare", pag. 89, Melitense S.r.l. 2006.
- 2) Booth N. H., Donald Mc L. E., *Farmacologia e terapeutica veterinaria*, Edizioni Mediche Scientifiche Internazionali, Roma 1991.
- 3) Carlo Ferrari, "Le malattie delle api", in "Aspetti igienico-sanitari in apicoltura", pag. 25-31, 2007.
- 4) Decreto 25 luglio 2003. "Approvazione dei metodi ufficiali di analisi da applicarsi per la valutazione delle caratteristiche di composizione del miele". Gazzetta Ufficiale della Repubblica Italiana n. 185 del 11/08/2003.
- 5) De Santis L., Formato G., Dell'Aira E., Polenta S., Milito M., Migliore G., Canuti L., Canini A "Presenza di tetracicline in mieli della Regione Lazio" Atti del XVI Convegno Nazionale A.I.V.I. (Bari 22-24 giugno 2006), pag. 325-326.
- 6) DGR 877/2006, "Piano regionale integrato dei controlli 2008-2010 sulla sicurezza alimentare, il benessere e la sanità animale (approvazione degli allegati tecnici relativi ai piani di controllo dell'Area di sanità veterinaria)".
- 7) Direttiva 2001/110/CE del Consiglio del 20 dicembre 2001 concernente il miele.
- 8) Harvey R. A., Champe P. C., *Farmacologia*, Edizioni Zanichelli, Bologna 1994.
- 9) Legge 12 ottobre 1982, n. 753, "Recepimento della direttiva del Consiglio della Comunità Economica Europea riguardante l'armonizzazione delle legislazioni degli Stati membri della C.E.E. concernenti il miele", in *Gazzetta Ufficiale*, 19 ottobre 1982, n.288.  
Livia Persano Oddo, Paola Belligoli, "Il miele. Origine, composizione e proprietà", "Le produzioni di miele del Lazio. Qualità e caratterizzazione", in "Mieli e flora mellifera del Lazio", pag. 31-43, SYSTEMCART S.r.l. 2006.
- 10) Maria Eleonora Reitano, "L'impiego del farmaco in apiario", in "Aspetti igienico-sanitari in apicoltura", pag. 63-66, 2007.
- 11) Regolamento CEE n. 2377/90 del Consiglio delle Comunità europee del 26.6.1990, "Limiti massimi di residui di medicinali veterinari negli alimenti di origine animale", nella *Gazzetta Ufficiale delle Comunità Europee*, N. L 224 del 18/8/90.