

Afdeling Diergeneesmiddelen 1986-01-09
RAPPORT 86.10 Pr.nr. 303.7910
Onderwerp: Samenvatting analyseresultaten
voor chlooramphenicol en vijf
sulfonamiden in vleesmonsters
welke genomen zijn in het kader
van het VREK-programma in 1985.

Verzendlijst: directeur, directie VKA, directie VZ, leden ad-hoc werkgroep VREK, LAC-stuurgroep zuivelverontreiniging, LAC-stuurgroep vee, vlees en eieren, sektorhoofd, afdeling DGM (4x), projectleider, projektbeheer, circulatie.

RAPPORT 86.10

Pr.nr. 303.7910

Projekt: Monitoring vlees, organen en vetten op bestrijdingsmiddelen, diergeneesmiddelen en zware metalen voor de VD (VREK).

Onderwerp: Samenvatting analyseresultaten voor chlooramphenicol en vijf sulfonamiden in vleesmonsters welke genomen zijn in het kader van het VREK-programma in 1985.

Doel:

Onderzoek van monsters genomen in het kader van het VREK-monitoring programma. Monsters rund- en varkensvlees zijn onderzocht op chlooramphenicol en daarnaast zijn de varkensvleesmonsters gescreend op de aanwezigheid van vijf sulfonamiden.

Samenvatting:

Een aantal vleesmonsters, 58, zijn met behulp van HPLC-UV geanalyseerd op chlooramphenicol. Hierbij is de methode toegepast zoals beschreven in intern analysevoorschrift A 402 (1985). Als detektielgrens is 0,005 mg/kg aangehouden.

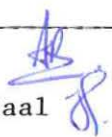
De varkensvleesmonsters, 19, zijn met de methode zoals beschreven in intern analysevoorschrift A 156 (1984) gescreend op sulfamethazine, sulfanilamide, sulfachinoxaline, sulfadoxine en sulfadiazine met behulp van HPTLC. Gescreend is op een niveau van 0,10 mg/kg

Conclusie:


Alle onderzochte monsters bevatten minder dan 0,005 mg chlooramphenicol per kg.

De monsters varkensvlees bevatten alle minder dan 0,10 mg/kg van de vijf sulfonamiden.

Verantwoordelijk: drs M.M.L. Aerts

Medewerkers: K. Strating, H.A. Roozendaal  KCS

Samensteller: H.J. Keukens

Projektleider: A.H. Roos 

Inleiding

In het kader van het VREK-monitoring programma worden vlees-, orgaan- en vetmonsters van runderen, varkens en schapen onderzocht op zware metalen, organochloor- en organofosforverbindingen.

In 1984 zijn de rund- en varkensvleesmonsters oriënterend onderzocht op de aanwezigheid van een aantal sulfonamiden en dapson.

Sedert november 1984 worden ook alle monsters rund- en varkensvlees officieel onderzocht op de aanwezigheid van chlooramphenicol (CAP) en vanaf januari 1985 alle varkensvleesmonsters op sulfonamiden.

In dit verslag worden de resultaten van het onderzoek op chlooramphenicol en sulfonamiden over 1985 gepresenteerd.

Werkwijze

De varkens- en rundvleesmonsters zijn geanalyseerd op chlooramphenicol door middel van HPLC met UV-detektie en/of UV-VIS Diode Array detektie. Er is gebruik gemaakt van een screeningsmethode beschreven in intern analysevoorschrift A 402 (1).

Na extractie van het monster met water wordt een gedeelte van het filtraat op een Extrelut[®] kolom gebracht. CAP wordt geëluëerd met dichloormethaan. Het eluaat wordt drooggedampt en het residu opgelost in water. Na extractie met toluen wordt een deel van de waterige fase gebruikt voor HPLC-analyse met UV-detektie bij 278 nm. De recovery van de methode bedraagt bij toevoeging van 10 µg CAP/kg gemiddeld 56% (CV = 9,5%, n=14). De detektielgrens bedraagt 0,005 mg/kg.

De monsters worden elke vierde week van de maand geanalyseerd. Bij elke serie, totaal 5 monsters, wordt een recovery en een referentiemonster geanalyseerd.

De procedure beschrijft dat monsters welke bij de screening positief bevonden worden (gehalte > 0,005 mg/kg) bevestigd worden met UV-VIS Diode Array detektie volgens intern analysevoorschrift A 145 (2).

Deze monsters worden geëxtraheerd met ethylacetaat.

Dit extract wordt gezuiverd over een silica Sep-pak[®] cartridge gevolgd door een buffer/diethylether- en een water/tolueenpartitie.

Van de uiteindelijke waterige fase wordt een deel aan HPLC-analyse onderworpen waarbij het spectrum van de chlooramphenicolpiek wordt opgenomen van 225 tot 400 nm.

Bevestiging vindt plaats door co-plotting van de spectra van standaard- en monsterpiek. Deze mogen visueel niet van elkaar verschillen. De gemiddelde recovery van deze methode bedraagt op het niveau van 10 µg/kg 85% (CV = 5%, n=10). Beide methoden zijn vastgelegd in een publikatie (3).

De monsters varkensvlees zijn gescreend op sulfamethazine, sulfanilamide, sulfachinoxaline, sulfadoxine en sulfadiazine door middel van HPTLC, zoals beschreven in intern analysevoorschrift A 156 (4).

Na extractie met dichloormethaan, zuivering over een Silica Sep-pak[®] cartridge en HPTLC-scheiding zijn de componenten zichtbaar gemaakt door besproeiing met fluorescamine en belichting met UV-straling van 365 nm. Van de dunnelaag-platen worden foto's gemaakt.

De methode heeft als aantoonbaarheidsgrens 0,025 mg/kg en de monsters zijn gescreend op een niveau van 0,100 mg/kg.

Resultaten

De monstergegevens en analyseresultaten zijn gegeven in tabel 1.

Tabel 1: Analyseresultaten voor chlooramphenicol in monsters varkens- en rundvlees en voor sulfonamiden in monsters varkensvlees genomen in het kader van het VREK-programma in 1985.

RIKILT nummer	VREK-code	Soort vlees	CAP-gehalte mg/kg	Sulfonamiden
10099	05-Ru-01	rund	< 0,005	
10155	03-Ru-01	rund	< 0,005	
10270	01-Va-01	varken	< 0,005	*
10589	13-Va-01	varken	< 0,005	negatief
11803	02-Ru-02	rund	< 0,005	
12281	12-Ru-02	rund	< 0,005	
11791	04-Va-02	varken	< 0,005	negatief
11795	06-Va-02	varken	< 0,005	*
11992	14-Va-02	varken	< 0,005	negatief
13500	05-Ru-03	rund	< 0,005	
13582	03-Ru-03	rund	< 0,005	
13217	01-Va-03	varken	< 0,005	negatief
13881	13-Va-03	varken	< 0,005	negatief
15096	07-Va-03	varken	< 0,005	*
15458	12-Ru-04	rund	< 0,005	
19526	02-Ru-04	rund	< 0,005	
15383	06-Va-04	varken	< 0,005	*
15514	04-Va-04	varken	< 0,005	negatief
15520	14-Va-04	varken	< 0,005	*
17426	05-Ru-05	rund	< 0,005	
18239	03-Ru-05	rund	< 0,005	
17204	01-Va-05	varken	< 0,005	negatief
17620	13-Va-05	varken	< 0,005	negatief

Vervolg tabel 1:

RIKILT nummer	VREK-code	Soort vlees	CAP-gehalte mg/kg	Sulfonamiden
17626	07-Va-05	varken	< 0,005	negatief
19004	02-Ru-06	rund	< 0,005	
19039	12-Ru-06	rund	< 0,005	
18951	04-Va-06	varken	< 0,005	negatief
19043	06-Va-06	varken	< 0,005	negatief
19109	14-Va-06	varken	< 0,005	negatief
20767	03-Ru-07	rund	< 0,005	
21021	05-Ru-07	rund	< 0,005	
20741	01-Va-07	varken	< 0,005	negatief
20747	07-Va-07	varken	< 0,005	negatief
20956	13-Va-07	varken	< 0,005	negatief
22095	12-Ru-08	rund	< 0,005	
22102	02-Ru-08	rund	< 0,005	
22098	04-Va-08	varken	< 0,005	negatief
22356	14-Va-08	varken	< 0,005	negatief
23655	03-Ru-09	rund	< 0,005	
23729	05-Ru-09	rund	< 0,005	
23581	07-Va-09	varken	< 0,005	negatief
23662	13-Va-09	varken	< 0,005	negatief
23862	01-Va-09	varken	< 0,005	negatief
24992	02-Ru-10	rund	< 0,005	
25340	12-Ru-10	rund	< 0,005	
24996	04-Va-10	varken	< 0,005	negatief
25052	06-Va-10	varken	< 0,005	negatief
25599	14-Va-10	varken	< 0,005	negatief
26943	05-Ru-11	rund	< 0,005	
26981	03-Ru-11	rund	< 0,005	
26815	13-Va-11	varken	< 0,005	negatief
26975	01-Va-11	varken	< 0,005	negatief
27032	07-Va-11	varken	< 0,005	negatief
28264	12-Ru-12	rund	< 0,005	
29214	02-Ru-12	rund	< 0,005	
28328	04-Va-12	varken	< 0,005	negatief
28387	14-Va-12	varken	< 0,005	negatief
29157	06-Va-12	varken	< 0,005	negatief

* = niet voldoende monster voor analyse sulfonamiden

In totaal zijn er 58 monsters geanalyseerd op CAP, te weten 34 monsters varkensvlees en 24 monsters rundvlees. In geen enkel monster kon een CAP-gehalte aangetoond worden groter dan 0,005 mg/kg. Daarom is de bevestigingsmethode (2) geen enkele maal op een monster toegepast.

Het met de screeningsmethode gevonden gemiddelde gehalte voor het referentiemonster bedroeg 0,118 mg/kg (CV = 10,9%, n=14). Met de bevestigingsmethode is het gemiddelde gehalte van dit referentiemateriaal vastgesteld op 0,121 mg/kg (CV = 3,8%, n=6). Hieruit blijkt dat het gemiddelde resultaat over een langere periode gemeten (1 jaar) goed overeenkomt met het vastgestelde niveau.

Sulfonamiden zijn bepaald in 19 monsters varkensvlees. In geen enkel monster werd voor één van de vijf componenten een gehalte gevonden groter dan 0,10 mg/kg.

Conclusie

De rund- en varkensvleesmonsters genomen in het kader van het VREK-programma bevatten alle minder dan 0,005 mg CAP per kg vers materiaal en de varkensvleesmonsters bevatten minder dan 0,10 mg/kg van de componenten sulfamethazine, sulfanilamide, sulfachinoxaline, sulfadoxine en sulfadiazine.

Literatuur

1. H.J. Keukens, M.M.L. Aerts: Intern analysevoorschrift A 402
Vlees - Snelle bepaling van chlooramphenicol - HPLC.
2. W.M.J. Beek, M.M.L. Aerts: Intern analysevoorschrift A 145
Vlees - Bepaling van chlooramphenicol - HPLC.
3. H.J. Keukens, W.M.J. Beek, M.M.L. Aerts: HPLC Screening and confirmation methods for chloramphenicol residues in meat with off-line cartridge sample clean-up and on-line Diode Array UV-VIS detection (in press).
4. H.A. Roozendaal, H.J. Keukens, M.M.L. Aerts: Intern analysevoorschrift A 156 Vlees - Bepaling van sulfonamiden - HPTLC.