

Lab. Diergeneesmiddelen

1981-04-02

VERSLAG 81.31

Pr.nr. 505.0690

Project: Normalisatie/harmonisatie bepaling diergeneesmiddelen,
antibiotica en hormonen (EEG)

Onderwerp: Bepaling van pyrimethamine in mengvoeders

Bijlagen: 2

Doel:

EEG-ringtest.

Bepaling van pyrimethamine in een blanco mengvoeder en twee mengvoeders, welke pyrimethamine bevatten.

Samenvatting:

De monsters werden onderzocht met behulp van de EEG methode doc. 807/VI/80 - Rev. januari 1981. De storende invloed van ethopabaat, sulfaquinoxaline en amprolium werd eveneens bekeken.

Conclusie:

De opwerking van deze bepaling is op enige punten zo kritisch dat deze nog verbeterd dient te worden.

Verantwoordelijk: drs F.G. Buizer



Medewerkers/Samenstellers: W.M.J. Beek; mw M.A. Visser-Meijer

W.B.

Inleiding

Pyrimethamine is een coccidiostaticum dat gebruikt wordt in pluimveevoeder in combinatie met amprolium, sulfaquinoxaline en ethopabaat. In bijlage I van de richtlijn is het opgenomen. Voor de EEG ringtest ter bepaling van pyrimethamine volgens doc. 807/VI/80 - Rev. januari 1981 werden drie monsters ter beschikking gesteld welke onderzocht dienden te worden op pyrimethamine.

Deze drie monsters zijn:

- 1) blanco meel
- 2) meel, bevattende 3-5 ppm pyrimethamine, 5 ppm ethopabaat, 50 ppm sulfaquinoxaline en 100 ppm amprolium
- 3) pellets, bevattende 3-5 ppm pyrimethamine, 5 ppm ethopabaat, 50 ppm sulfaquinoxaline en 100 ppm amprolium.

Deze drie monsters werden verstrekt door:

Instituto Superiore Di Sanita'

Viale Regina Elena, 229

Roma

o.l.v. Dr. Guido Settimj.

Methode volgens doc. 807/VI/80 - Rev. januari 1981

Principe:

Pyrimethamine wordt uit het voeder geextraheerd met ammoniakale methanol. Een aliquot deel van de gefiltreerde extraktoplossing wordt gezuiverd door middel van chromatografie op een aluminiumoxydekolom. De gechromatografeerde fractie welke pyrimethamine bevat wordt ingedampt tot droog en hierna opgenomen in methanol en bepaald door middel van hogedrukvlloeistofchromatografie.

Toepassingsgebied:

De methode is geschikt voor de bepaling van pyrimethamine in mengvoeders. De detectiegrens ligt bij 1 mg/kg.

Storingen:

De methode wordt niet gestoord door ethopabaat, sulfaquinoxaline en amprolium.

Resultaten:

De resultaten staan vermeld in bijlage I.

Chromatogrammen van blanco, meel en pelletvoer staan afgebeeld in bijlage II.

Opmerkingen:

1. De resultaten zijn erg wisselend.

De oorzaak kan gezocht worden in de clean-up, waarbij de activiteit van het aluminiumoxyde en de polariteit van het spoelmiddel en eluens naar ons inziens zeer kritisch is wat kan leiden tot foutieve waardes.

2. Er werd geen storing geconstateerd ten gevolge van ethopabaat, sulfaquinoxaline en amprolium.

3. Bij injectie in het HPLC-systeem van drie oplossingen met een concentratie van 33,7; 50,6 en 67,4 µg/ml bleek de oppervlakte van de pyrimethaminepiek rechtevenredig te zijn met de concentratie.

Conclusie:

De opwerking van deze bepaling is op enige punten zo kritisch dat deze nog verbeterd dient te worden.

Verzendlijst: Van Doesburgh, adj. directeur, sektorhoofd (3x),
directie VKA, afd. Diergeneesmiddelen, leesportefeuille (5x), Normalisatie, Projektbeheer.

Bijlage I

Pyrimethamine in mengvoeders.

| | | | |
|-------------|---------|---------|---------|
| Blanco meel | afwezig | afwezig | afwezig |
| Meel | 2,23 | 1,98 | 0,9 |
| Pellets | 2,36 | 1,60 | 1,1 |

De waardes zijn uitgedrukt in mg/kg.

