

Afd. Diergeneesmiddelen 1981-11-10  
Verslag 81.86 pr.nr. 505.2090  
Onderwerp: Bepaling van pyrimethamine in  
mengvoeders.

Bijlagen: 2.  
Voorgaand verslag: 81.31.

Verzendlijst: directeur, directie VKA, sektorhoofd (3x), afd. Diergeneesmiddelen, afd. normalisatie (Humme), projektbeheer, dhr Hollman

Afdeling Diergeneesmiddelen

Datum: 1981-11-10

VERSLAG 81.86

Pr.nr. 505.2090

Projekt: Normalisatie/harmonisatie van onderzoekmethoden voor dier-  
voeders.

Onderwerp: Bepaling van pyrimethamine in mengvoeders.

Bijlagen: 2

Voorgaand verslag: 81.31

---

Doel:

EEG-ringtest.

Bepaling van pyrimethamine in mengvoeders.

Samenvatting:

De monsters, gezonden door ISS Rome, werden onderzocht volgens de methode zoals beschreven staat in EEG-document 807/VI/80 - Rev. september 1981.

Conclusie:

De beschreven methode voldoet niet geheel.

Bovendien is de bepaling te bewerkelijk om als routinebepaling te gebruiken.

---

Verantwoordelijk: drs F.G. Buizer

Medewerker/samensteller: M.A. Visser-Meijer

### Inleiding:

Bij de voorgaande ringtest werd het mengvoederextract gereinigd over een aluminiumoxide kolom.

Omdat de activiteit van de kolom nogal kritisch was, werden grote verschillen in waarden gevonden.

De nu voorgestelde zuivering omvat een vloeistof-vloeistof extractie.

### Methode volgens doc. 807/VI/80 - Rev. september 1981

Pyrimethamine wordt uit het voeder geëxtraheerd met ammoniakale methanol. Een aliquot deel van de gefiltreerde extractoplossing wordt gezuiverd door verdeling tussen chloroform en 2N waterig HCl. Vervolgens wordt de waterige fase alkalisch gemaakt met geconcentreerde ammonia, waarna deze fase geëxtraheerd wordt met ethylacetaat. De organische fase wordt drooggedampt, de gezuiverde pyrimethamine opgelost in een bepaald volume methanol en bepaald m.b.v. HPLC.

### 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, sulfachinoxaline en amprolium.

### Resultaten

De resultaten staan vermeld in bijlage I.

Chromatogrammen van standaard pyrimethamine, blanco voeder en voeder dat pyrimethamine bevat staan afgebeeld in bijlage II.

### Opmerkingen

Volgens het voorschrift moet bij de extractie van de zuurlaag met chloroform en van de alkalische laag met ethylacetaat krachtig geschud worden. Dit leverde echter sterke emulsies op die pas na toevoeging van zeer veel vast NaCl verdwenen.

Om deze emulsies te voorkomen is daarom in alle gevallen slechts zachtjes geschud.

Dit heeft waarschijnlijk geleid tot verschillen in de recovery en in de gevonden waarden. Bij de laatste stap in de zuivering van het extract werd een complete scheiding eerst verkregen door de fase een nacht te laten scheiden.

Conclusie

De beschreven methode voldoet niet geheel.

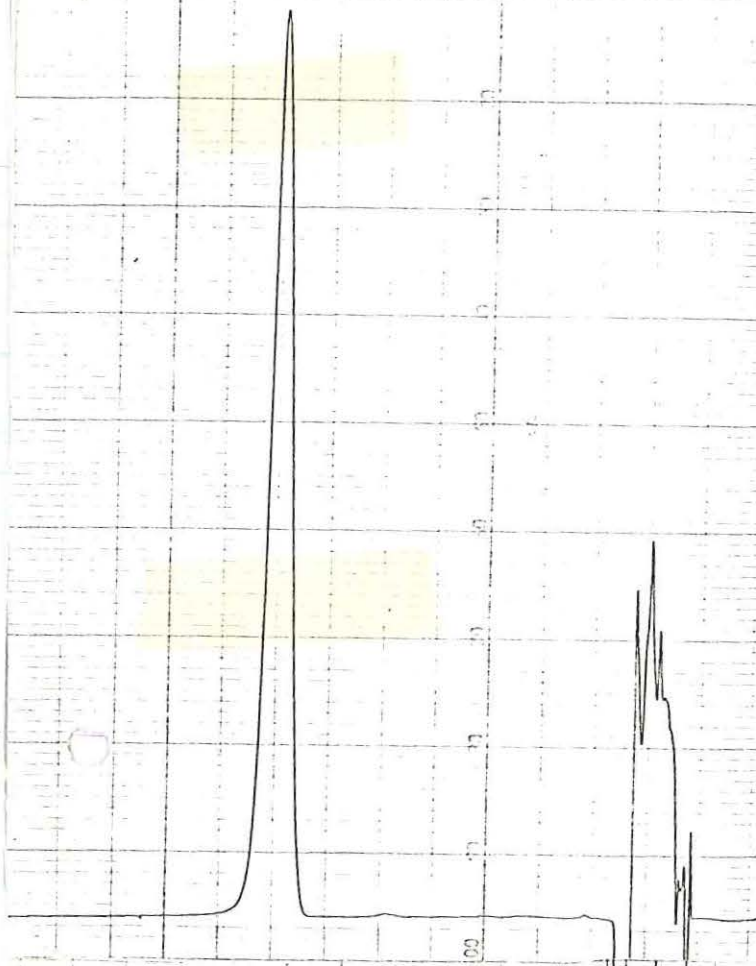
Bovendien is de bepaling te bewerkelijk om als routinebepaling te gebruiken.

Bijlage I. Gehalte pyrimethamine in mengvoeders, uitgedrukt in mg/kg

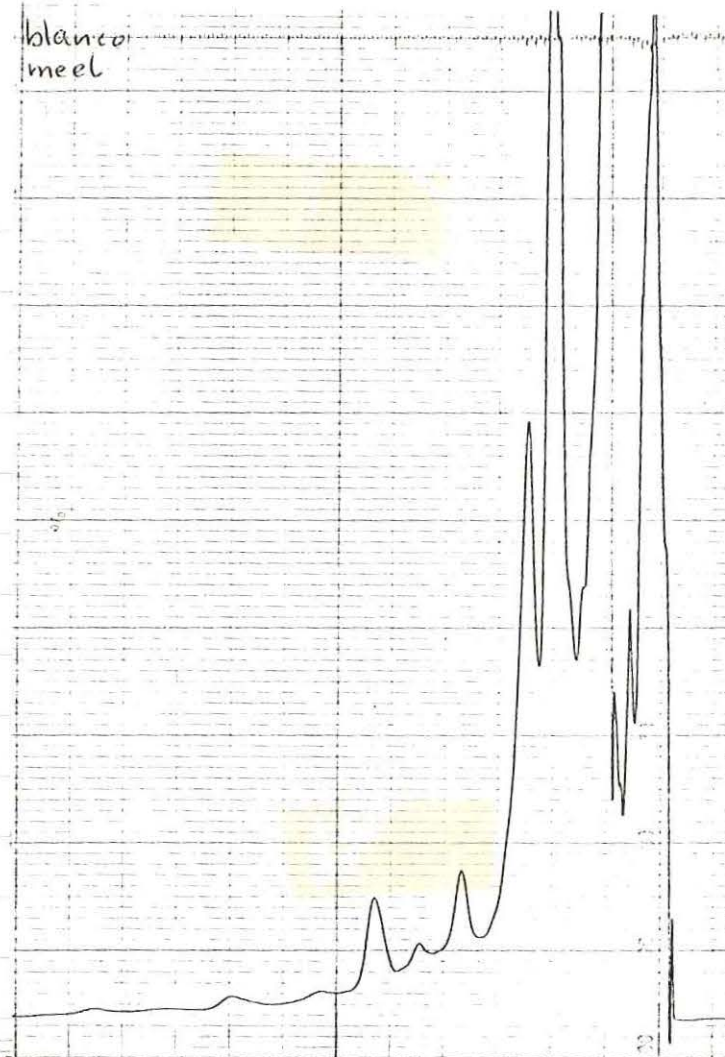
Blanco meel	niet aantoonbaar	niet aantoonbaar
Meel	4,0	3,9 (recovery 90%)
Pellets	3,2	2,2 (recovery 57%)

Vanuit het Istituto Superiore di Sanita is ons in Brussel meegedeeld dat 5,0 ug/kg was toegevoegd.

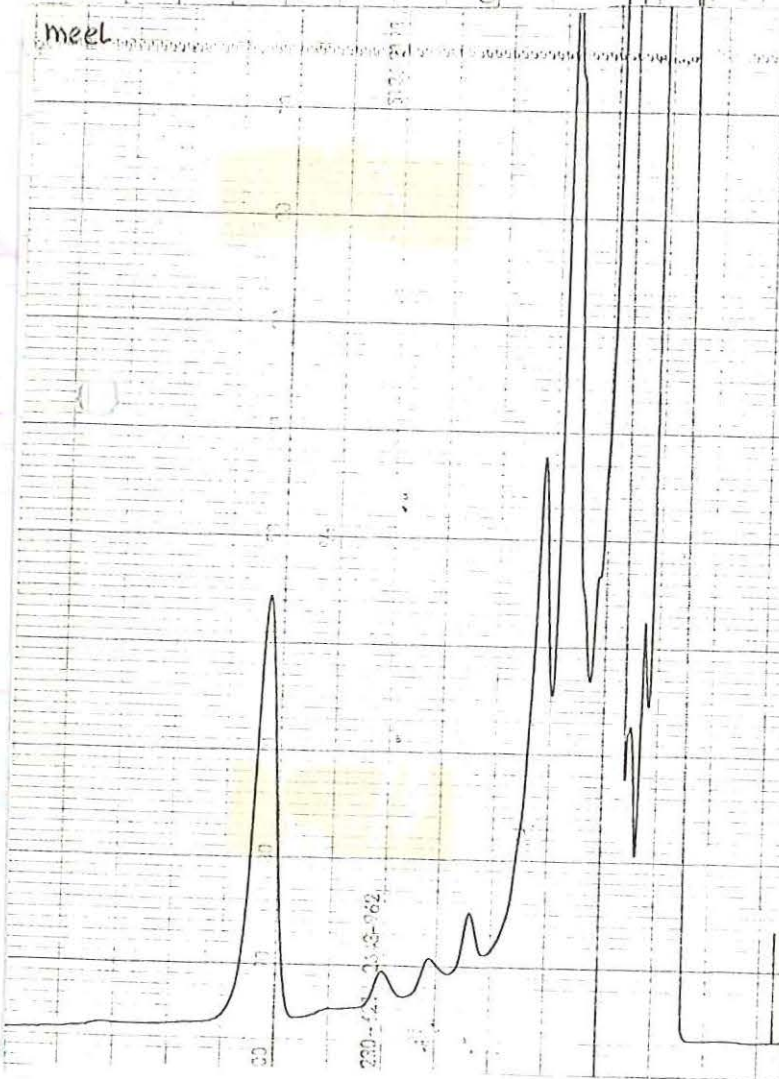
standaard



blanco  
meel



meel



peeters

