

Projekt: Normalisatie/harmonisatie van onderzoekmethoden voor dier-
voeders

Onderwerp: Bepaling van pyrimethamine in mengvoeders.

Voorgaande verslagen: 81.31 en 81.86.

Doel:

EEG ringtest.

Bepaling van pyrimethamine in mengvoeders volgens EEG doc. 807/VI/80 -
Rev. December 1981.

Samenvatting:

De monsters, gezonden door Istituto Superiore Di Sanita te Rome, wer-
den onderzocht volgens de methode zoals beschreven staat in EEG docu-
ment 807/VI/80 - Rev. December 1981.

Conclusie:

De bepaling is vrij bewerkelijk door optreden van sterke emulsies tij-
dens de opwerking. De resultaten lijken gunstig en dienen vergeleken
te worden met die van de andere deelnemers aan de ringtest.

Verantwoordelijk: drs F.G. Buizer *FB*

Medewerkers/Samenstellers: W.M.J. Beek, Y.J.M. van Hemert-de Boer *W.B.*

Projektleider: ir P. Hollman *PH*

Inleiding

Bij de voorgaande ringtest werden met EEG doc. 807/VI/80 - Rev. September 1981 wisselende recovery's gevonden. De methode bleek moeilijk en bewerkelijk te zijn als routinebepaling. Dezelfde methode is op enkele punten gewijzigd en monsters werden verzonden door het Istituto Superiore Di Sanita, Viale Regina Elena 229, Roma door dr Guido Settimj.

De monsters bestonden uit:

1. blanco voedermeel
2. meel, bevattende 3-5 ppm pyrimethamine, 5 ppm ethopabaat, 60 ppm sulfaquinoxaline en 100 ppm amprolium
3. pellets, bevattende 3-5 ppm pyrimethamine, 5 ppm ethopabaat, 60 ppm sulfaquinoxaline en 100 ppm amprolium.

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

Pyrimethamine wordt uit het voeder geëxtraheerd met ammoniakale methanol. Een aliquot deel van de gefiltreerde extraktoplossing wordt gezuiverd door verdeling tussen chloroform en 2 N 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 acetonitril -0,025 M ammoniummonohydrogeenfosfaat mengsel en bepaald met behulp van HPLC.

Toepassingsgebied

De methode is geschikt voor de bepaling van pyrimethamine in mengvoeders. De bepaling wordt niet gestoord door ethopabaat, sulfaquinoxaline en amprolium. De detectiegrens ligt bij 1 mg/kg.

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 voorschrift werd gewerkt. Bij de extractie van de zuurlaag met chloroform en van de alkalische laag met ethylacetaat traden sterke emulsies op die na toevoegen van veel vast NaCl verdwenen.

Aan een monster werd primethamine toegevoegd en eveneens bepaald. Door aftrekken etc. werden recovery factors bepaald en hierop de gehalten gecorrigeerd.

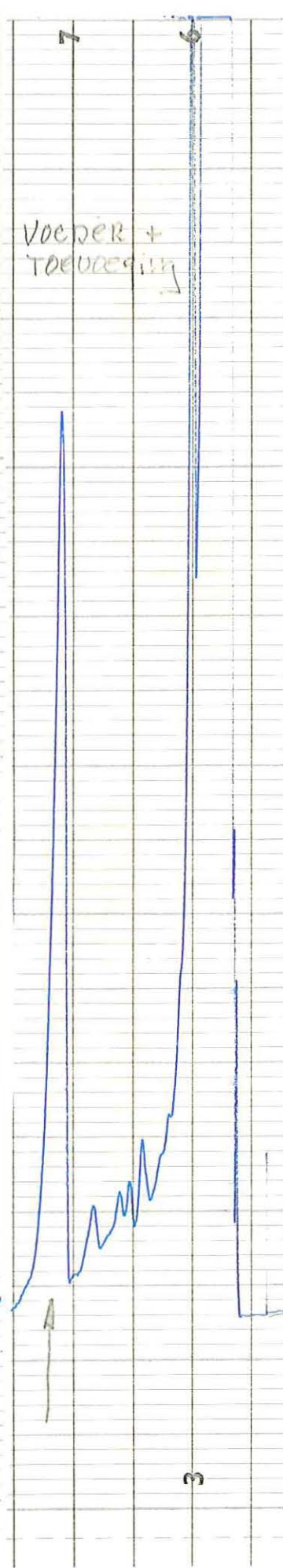
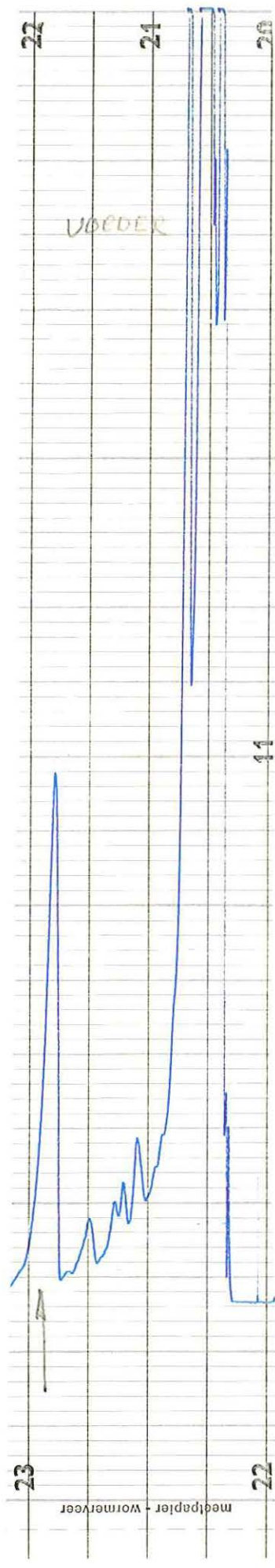
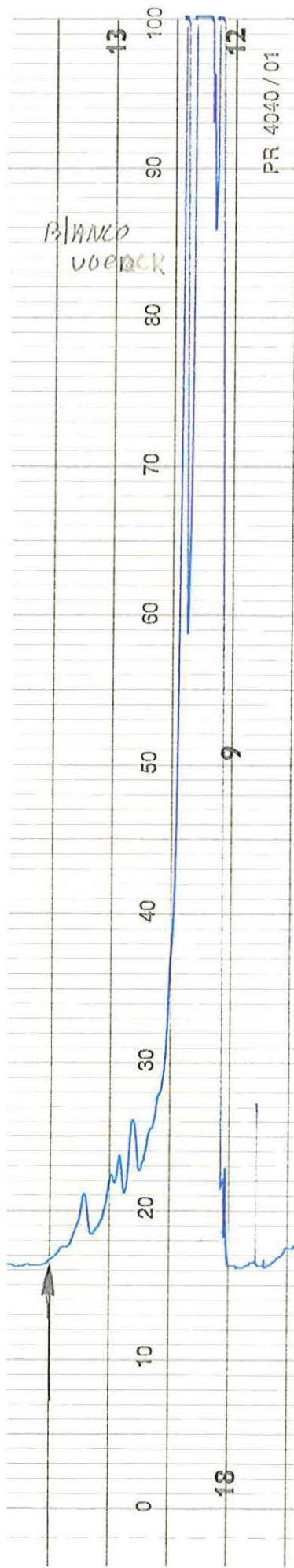
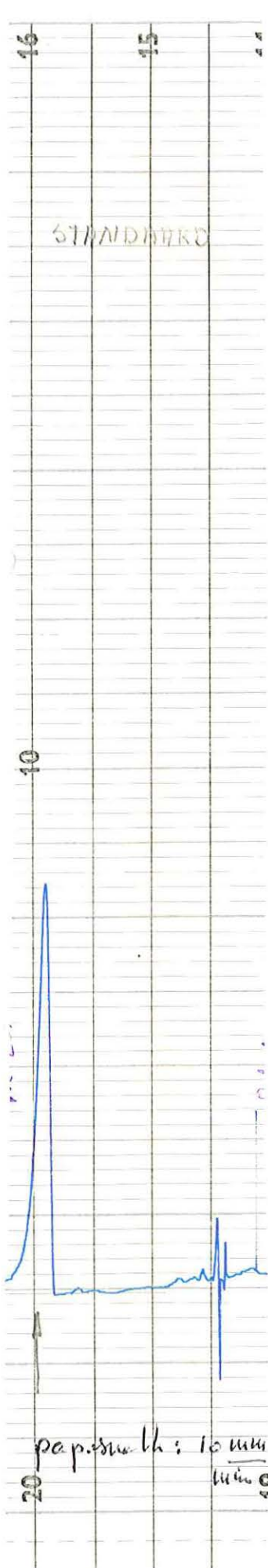
Conclusies:

De bepaling is vrij bewerkelijk door optreden van sterke emulsies tijdens de opwerking. De resultaten lijken gunstig en dienen vergeleken te worden met andere deelnemers aan de ringtest.

Bijlage 1

EEG ringtest. Bepaling van pyrimethamine.
Doc. 807 - Rev. December 1981

monster	niet gecorrigeerd		gecorrigeerd		correctiefactor	
	enkelvoud	gemiddeld	enkelvoud	gemiddeld	enkelvoud	gemiddeld
Blanco	1. 0 ppm	0 ppm	1. 0 ppm	0 ppm		
	2. 0 ppm		2. 0 ppm			
Meel	1. 4,3 ppm	4,6 ppm	1. 3,9 ppm	4,4 ppm	1,1	1,0
	2. 5,0 ppm		2. 5,0 ppm		1,0	
Pellets	1. 4,3 ppm	4,6 ppm	1. 3,9 ppm	4,4 ppm		
	2. 4,8 ppm		2. 4,8 ppm			
<hr/>						
Meel + toevoeging	1. 7,4 ppm		2. 9,3 ppm			
	$\frac{3,5}{3,9}$ ppm toevoeging		$\frac{4,3}{5,0}$ ppm toevoeging			
	$f = \frac{4,3}{3,9} = 1,1$		$f = \frac{5,0}{5,0} = 1,0$			



medepapier - wormerveer