Afdeling Diergeneesmiddelen 1987-02-13

RAPPORT 87.12 Pr.nr. 303.7910

Onderwerp: Samenvatting analyseresultaten voor chlooramphenicol en voor sulfonamiden in vlees en eimonsters welke genomen zijn in het kader van het VREK-programma in 1986.

Verzendlijst: directeur; directie VKA; directie VD; directie VZ; leden ad-hoc werkgroep VREK; LAC-stuurgroep zuivelverontreiniging; LAC-stuurgroep vee, vlees en eieren; LAC-groep diergeneesmiddelen; CLRVV (dhr. Frijns); directie RVV; sektorhoofd; afd. diergeneesmiddelen (4x); projektleider; projektbeheer; circulatie; dr Stephany RIVM; dr Nouws (RVV-6); Keuringsdient van Waren, Utrecht.

Afdeling Diergeneesmiddelen 1987-02-13

RAPPORT 87.12 Pr.nr. 303.7910

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

Ontwerp: Samenvatting analyseresultaten voor chlooramphenicol en voor sulfonamiden in vlees en eimonsters welke genomen zijn in het kader van het VREK-programma in 1986.

Doel:

Een overzicht geven van de resultaten van het onderzoek op diergeneesmiddelen uitgevoerd in het kader van het VREK-programma en evaluatie van de resultaten van analyses verricht voor kwaliteitsborging van het onderzoek.

Samenvatting:

In 1986 zijn in totaal 131 monsters geanalyseerd te weten 59 monsters varkensvlees, 24 monsters rundvlees, 24 monsters kipvlees en 24 monsters ei. Met uitzondering van 24 monsters varkensvlees zijn alle monsters geanalyseerd op chlooramphenicol. Daarnaast zijn alle varkensvleesmonsters gescreend op de aanwezigheid van een aantal sulfonamiden.

Conclusie:

Alle onderzochte vlees- en eimonsters bevatten minder chlooramphenicol dan het gehalte dat met de toegepaste analysemethoden aantoonbaar is. In één monster varkensvlees is 0,7 mg/kg sulfadimidine aangetoond. Vervolgonderzoek door de AID toonde de toepassing van sulfadimidinenatrium aan. Alle overige varkensvleesmonsters bevatten minder dan 0,1 mg/kg van de verschillende sulfonamiden. In twee monsters rundvlees en één monster varkensvlees werd bij toeval dapson en mono-acetyldapson aangetoond.

Verantwoordelijk: drs M.M.L. Aerts

Medewerkers : K. Strating, H.A. Roosendaal, Th.H.G. Polman

Samensteller(s) : H.J. Keukens

Projektleider : A.H. Roos

Inleiding

In het kader van het VREK-programma worden vlees-, orgaan- en vetmonsters van runderen, varkens en kippen onderzocht op zware metalen, organochloor- en organofosforverbindingen en diergeneesmiddelen.
Het onderzoeksprogramma voor diergeneesmiddelen zoals uitgevoerd in 1985 [1] is in 1986 aanzienlijk uitgebreid. Het aantal monsters varkensvlees dat onderzocht wordt op sulfonamiden is verhoogd van 36 naar 60. Daarnaast zijn 24 monsters kipvlees en 24 monsters ei onderzocht op chlooramphenicol.
In dit verslag worden de resultaten over 1986 gepresenteerd.

Methode-materialen

De varkens-, rund- en kipvleesmonsters zijn geanalyseerd op chlooramphenicol (CAP) volgens intern analysevoorschrift A402 [2]. De detectiegrens van de methode bedraagt 0,005 mg/kg. De monsters zijn elke laatste week van de maand van binnenkomst geanalyseerd. In het kader van kwaliteitsborging van de analyseresultaten wordt per serie monsters een monster met toevoeging van CAP, een positief referentiemonster en een "blind" monster -een monster met een voor de analist onbekend CAP-gehalte- geanalyseerd.
De gevolgde procedure beschrijft dat eventueel positieve monsters (gehalte > 0,005 mg/kg) bevestigd worden met HPLC en UV-Vis Diode Array detectie volgens intern analysevoorschrift A145 [3].
De eimonsters welke worden aangeleverd door CIVO-TNO zijn geanalyseerd op chlooramphenicol volgens intern analysevoorschrift A150 [4]. De detectiegrens bedraagt 0,010 mg/kg. Ter controle wordt per serie monsters een blanco monster met toevoeging van CAP geanalyseerd.
De monsters varkensvlees zijn daarnaast gescreend op de aanwezigheid van sulfadimidine, sulfanilamide, sulfachinoxaline, sulfadonixe en sulfadiazine. Deze HPTLC-screening is beschreven in intern analysevoorschrift A156 [5] en heeft een detectieniveau van 0,1 mg/kg. Monsters met een gehalte groter dan 0,1 mg/kg van één van de componenten worden opnieuw geanalyseerd met HPLC en Diode Array detectie volgens een methode beschreven door Haagsma et al [6].

Resultaten

De analyseresultaten voor chlooramphenicol en sulfonamiden in varkensvlees zijn gegeven in tabel 1.

Tabel 1: Analyseresultaten voor chlooramphenicol en sulfonamiden in monsters varkensvlees genomen in het kader van het VREK-programma, 1986.

VREK-code	RIKILT nummer	CAP-gehalte mg/kg	Sulfonamiden
01-Va-01	10258	<0,005	-
07-Va-01	10153	<0,005	-
13-Va-01	10155	<0,005	-
05-Va-01	10100		-
09-Va-01	10164		-
11-Va-01	10173		-
04-Va-02	11556	<0,005	-
06-Va-02	12045	<0,005	-
14-Va-02	11818	<0,005	-
02-Va-02	13709		-
01-Va-03	13071	<0,005	-
07-Va-03	13151	<0,005	-
13-Va-03	12997	<0,005	-
05-Va-03	13074		-
09-Va-03	12944		-
11-Va-03	13005		-
04-Va-04	14383	<0,005	-
06-Va-04	14741	<0,005	-
14-Va-04	14401	<0,005	-
02-Va-04	14539		-
01-Va-05	16336	<0,005	-
07-Va-05	15937	<0,005	-
13-Va-05	16388	<0,005	-
05-Va-05	15943		-

Vervolg tabel 1.

09-Va-05	16197		Sulfadimidine
11-Va-05	16195		-
04-Va-06	17244	<0,005	-
06-Va-06	17402	<0,005	-
14-Va-06	17463	<0,005	-
02-Va-06	17452		-
01-Va-07	19100	<0,005	-
07-Va-07	20200	<0,005	-
13-Va-07	18851	<0,005	-
05-Va-07	18847		-
09-Va-07	19054		-
11-Va-07	19053		-
04-Va-08	20218	<0,005	-
06-Va-08	21972	<0,005	-
14-Va-08	21976	<0,005	-
02-Va-08	20262		-
01-Va-09	21825	<0,005	-
07-Va-09	21919	<0,005	-
13-Va-09	22163	<0,005	-
05-Va-09	21710		-*
09-Va-09	21659		-
11-Va-09	21824		-
04-Va-10	23417	<0,005	-
06-Va-10	25401	<0,005	-
14-Va-10	23897	<0,005	-
02-Va-10	23385		-
01-Va-11	25694	<0,005	-
13-Va-11	26883	<0,005	-
05-Va-11	25289		-
09-Va-11	27220		-
11-Va-11	25412		-
04-Va-12	27097	<0,005	-
06-Va-12	28266	<0,005	-
14-Va-12	27273	<0,005	-
02-Va-12	27631		-

- = kleiner dan 0,1 mg/kg vlees

* In dit monster zijn geen sulfonamiden aangetoond maar wel een hoeveelheid dapson en monoacetyldapson.

De resultaten van het onderzoek naar chlooramphenicol in rundvlees zijn gegeven in tabel 2.

Tabel 2: Analyseresultaten voor chlooramphenicol in monsters rundvlees genomen in het kader van het VREK-programma 1986.

VREK-code	RIKILT nummer	CAP-gehalte mg/kg
03-Ru-01	10250	<0,005
05-Ru-01	10166	<0,005
02-Ru-02	11914	<0,005*
12-Ru-02	11552	<0,005
03-Ru-03	12985	<0,005
05-Ru-03	12991	<0,005
02-Ru-04	14541	<0,005
12-Ru-04	14379	<0,005
03-Ru-05	16313	<0,005
05-Ru-05	15945	<0,005
02-Ru-06	17454	<0,005
12-Ru-06	17303	<0,005
03-Ru-07	19937	<0,005
05-Ru-07	18841	<0,005
02-Ru-08	20264	<0,005*
12-Ru-08	20268	<0,005
03-Ru-09	21718	<0,005
05-Ru-09	21714	<0,005
02-Ru-10	23387	<0,005
12-Ru-10	23381	<0,005
03-Ru-11	25531	<0,005
05-Ru-11	25414	<0,005
02-Ru-12	27633	<0,005
12-Ru-12	27350	<0,005

* In deze monsters is geen chlooramphenicol gevonden maar wel een hoeveelheid dapson en monoacetyldapson.

De resultaten van het onderzoek naar chlooramphenicol in kipvlees zijn gegeven in tabel 3.

Tabel 3: Analyseresultaten voor chlooramphenicol in monsters kipvlees genomen in het kader van het VREK-programma 1986.

VREK-code	RIKILT nummer	CAP-gehalte mg/kg
02-Ku-02	12696	<0,005
05-Ku-02	12697	<0,005
07-Ku-02	12695	<0,005
15-Ku-02	12698	<0,005
02-Ku-04	16405	<0,005
05-Ku-04	16402	<0,005
07-Ku-04	16404	<0,005
15-Ku-04	16403	<0,005
02-Ku-06	18108	<0,005
05-Ku-06	18109	<0,005
07-Ku-06	18107	<0,005
15-Ku-06	18106	<0,005
02-Ku-08	28082	<0,005
05-Ku-08	22543	<0,005
07-Ku-08	22542	<0,005
15-Ku-08	22544	<0,005
02-Ku-10	24620	<0,005
05-Ku-10	24618	<0,005
07-Ku-10	24619	<0,005
15-Ku-10	24617	<0,005
02-Ku-12	28085	<0,005
05-Ku-12	28083	<0,005
07-Ku-12	28086	<0,005
15-Ku-12	28084	<0,005

De resultaten van het onderzoek naar chlooramphenicol in eieren zijn gegeven in tabel 4.

Tabel 4: Analyseresultaten voor chlooramphenicol in monsters eieren genomen in het kader van het VREK-programma 1986.

VREK-code	RIKILT nummer	CAP-gehalte mg/kg
02 A 1-4	12699	<0,010
02 B 1-4	12700	<0,010
02 C 1-4	12701	<0,010
02 D 1-4	12702	<0,010
04 A 1-4	22545	<0,010
04 B 1-4	22546	<0,010
04 C 1-4	22547	<0,010
04 D 1-4	22548	<0,010
06 A 1-4	18102	<0,010
06 B 1-4	18103	<0,010
06 C 1-4	18104	<0,010
06 D 1-4	18105	<0,010
08 A 1-4	22549	<0,010
08 B 1-4	22550	<0,010
08 C 1-4	22551	<0,010
08 D 1-4	22552	<0,010
10 A 1-4	24613	<0,010
10 B 1-4	24614	<0,010
10 C 1-4	24615	<0,010
10 D 1-4	24616	<0,010
12 A 1-4	28087	<0,010
12 B 1-4	28088	<0,010
12 C 1-4	28089	<0,010
12 D 1-4	28090	<0,010

In totaal zijn er 107 monsters geanalyseerd op CAP, te weten 35 monsters varkensvlees, 24 monsters rundvlees, 24 monsters kipvlees en 24 monsters ei. In geen van de monsters kon een CAP-gehalte hoger dan de detectiegrens aangetoond worden (0,005 mg/kg voor vlees; 0,010 mg/kg voor ei).

Het gemiddelde terugvindingspercentage van de methode voor vlees bedroeg 56,0% (s=4,4; CV=7,8; n=20) bij een toevoeging van 0,01 mg/kg.

Het gevonden gehalte voor het positieve praktijkmonster bedraagt gemiddeld 0,123 mg/kg (CV=9,3%; n=14).

Deze resultaten komen zeer sterk overeen met die van 1985 ($\bar{x}$=0,118 mg/kg; CV=10,9%).

De analyseresultaten voor het "blinde" monster dat door de analisten bij elke serie monsters geanalyseerd wordt zijn gegeven in tabel 5.

Tabel 5: Overzicht van verwachte en gevonden analyseresultaten voor "blinde" monsters geanalyseerd in het kader van het VREK-programma 1986.

Maand	Verwachte CAP mg/kg	Gevonden CAP mg/kg
Februari	0,039	0,040
Maart	0,039	0,039
April	<0,002	<0,002
Mei	0,026	0,023
Juni	0,013	0,015
	0,026	0,025
Juli	0,039	0,040
Augustus	0,026	0,025
September	<0,002	<0,002
	0,039	0,039
Oktober	0,013	0,015
November	0,013	0,011
December	0,052	0,045

Sulfonamiden zijn bepaald in 59 monsters varkensvlees. In één monster, VREK-code 09-Va-05, werd 0,7 mg/kg sulfadimidine aangetroffen. Bij nader onderzoek door de AID bleek door de dierenarts aan de eigenaar van de dieren de toepassing van sulfadimidine natrium te zijn geadviseerd ter bestrijding van gewrichtsontsteking en hoest. Het middel werd over het voer gestrooid.
In twee monsters rundvlees, VREK-code 02-Ru-02 en 02-Ru-08 en in één monster varkensvlees VREK-code 05-Va-09 is dapson en monoacetyldapson aangetroffen. Officieel wordt in het kader van het VREK-programma niet naar deze verbindingen gekeken. De toegepaste analysemethoden maken het echter mogelijk deze componenten waar te nemen.

Conclusie

Alle onderzochte vlees- en eimonsters bevatten minder chlooramphenicol dan het gehalte dat met de toegepaste analysemethoden aantoonbaar is.
In één monster varkensvlees is 0,7 mg/kg sulfadimidine aangetoond. Vervolgonderzoek door de AID toonde toepassing van sulfadimidine-natrium aan. Alle overige varkensvleesmonsters bevatten minder dan 0,1 mg/kg van de verschillende sulfonamiden.
In twee monsters rundvlees en één monster varkensvlees werd bij toeval dapson en monoacetyldapson aangetoond.

Literatuur

1. Rapport 86.10.
   Samenvatting analyseresultaten voor chlooramphenicol en vijf sulfonamiden in vleesmonsters welke genomen zijn in het kader van het VREK-programma in 1985.
2. H.J. Keukens, M.M.L. Aerts: Intern analysevoorschrift A402.
   Vlees - Snelle bepaling van chlooramphenicol - HPLC.
3. W.M.J. Beek, M.M.L. Aerts: Intern analysevoorschrift A145.
   Vlees - Bepaling van chlooramphenicol met HPLC.
4. W.M.J. Beek, M.M.L. Aerts: Intern analysevoorschrift A150.
   Eieren - Bepaling chlooramphenicol met HPLC.
5. H.A. Roozendaal, H.J. Keukens, M.M.L. Aerts: Intern analysevoorschrift A156.
   Vlees - Bepaling van sulfonamiden - HPTLC.
6. N. Haagsma, C. v.d. Water; Rapid determination of five sulfonamides in swine tissue by high performance liquid chromatography:
   J. Chromatog 333 (1985), 256-261.