

Project 303.7910

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

Rapport 88.16

Februari 1988

SAMENVATTING ANALYSERESULTATEN VOOR
CHLOORAMPHENICOL EN VOOR SULFONAMIDEN IN
VLEES EN EIMONSTERS GENOMEN IN HET KADER
VAN HET VREK-PROGRAMMA 1987.

H.J. Keukens

Goedgekeurd door: drs M.M.L. Aerts

Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten (RIKILT)
Bornsesteeg 45, 6708 PD Wageningen
Postbus 230, 6700 AE Wageningen
Telefoon 08370-19110
Telex 75180 RIKIL
Telefax 08370-17717

VERZENDLIJST:

INTERN:

directeur
sectorhoofden
afdeling DGM (4x)
projectleider
circulatie

EXTERN:

directie DLO
directie VD
directie VKA
directie VZ
leden ad-hoc werkgroep VREK
LAC-stuurgroep zuivelverontreiniging
LAC-stuurgroep vee, vlees en eieren
LAC-groep diergeneesmiddelen
CLRVV (dhr Frijns)
directie RVV
dr Stephany, RIVM
dr Nouws, RVV-6
dhr van Gend, KvW Utrecht
directeur PR-Lelystad
directeur PV-Rosmalen
CAD Varkenshouderij-Rosmalen
CAD Rundveeverbetering-Arnhem
CAD Pluimveehouderij-Beekbergen
Agralin, PUDOC
CAD Voederveorziening-Lelystad
CIVO-TNO (ir R.H. de Vos)

Overname van de inhoud is toegestaan, mits met duidelijke bronvermelding.

ABSTRACT

SAMENVATTING ANALYSERESULTATEN VOOR CHLOORAMPHENICOL EN VOOR SULFONAMIDEN IN VLEES EN EIMONSTERS GENOMEN IN HET KADER VAN HET VREK-PROGRAMMA 1987.

SUMMARY OF THE RESULTS OF THE DETERMINATION OF CHLORAMPHENICOL AND SULFONAMIDES IN MEAT AND EGGS ANALYSED WITHIN THE VREK-MONITORING PROGRAM IN 1987.

Report 88.16 February 1988

H.J. Keukens

State Institute for Quality Control of Agricultural Products (RIKILT)
P.O. Box 230, 6700 AE Wageningen, the Netherlands

5 references

Within the VREK-monitoring program, in 1988 overall 109 samples were analysed. Chloramphenicol (CAP) was determined in 36 samples porkmeat, 24 samples cowmeat, 25 samples chickenmeat and 24 samples egg. The CAP content in all samples was below the determination limit (5 µg/kg). All porkmeatsamples, 58, were also screened for the presence of sulfonamides.

There were no samples where the action-level of 0.1 mg/kg was exceeded for any individual sulfonamide. In 5 samples residues of sulfonamides were found at a level between 0.01 and 0.1 mg/kg.

Keywords: VREK, chloramphenicol, sulfonamides, meat, eggs.

INHOUD	<u>blz</u>
ABSTRACT	I
SAMENVATTING	III
1 INLEIDING	1
2 METHODEN EN MATERIALEN	1
3 RESULTATEN	1-7
4 CONCLUSIE	7
LITERATUUR	8

SAMENVATTING

In het kader van het VREK-programma zijn in 1987 in totaal 109 monsters geanalyseerd te weten 58 monsters varkensvlees, 24 monsters rundvlees, 25 monsters kipvlees en 24 monsters ei. Met uitzondering van 22 monsters varkensvlees zijn alle monsters geanalyseerd op de aanwezigheid van chlooramphenicol. In alle monsters was het gehalte lager dan de voor de toegepaste analysemethoden geldende bepaalbaarheidsgrens ($< 5 \text{ ug/kg}$).

Daarnaast zijn alle varkensvleesmonsters gescreend op de aanwezigheid van sulfonamiden. De actiegrens van $0,1 \text{ mg/kg}$ voor de afzonderlijke componenten werd in geen enkel monster overschreden. Wel werden in 5 monsters gehalten voor afzonderlijke componenten aangetroffen tussen $0,01$ en $0,1 \text{ mg/kg}$.

1 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 1987 was gelijk aan dat van 1986 [1]. In de loop van 1987 is het monsteronderzoek van het RIKILT overgedragen aan het CLRVV. Het RIKILT blijft verantwoordelijk voor kwaliteitsborging van de resultaten. In dit verslag worden de resultaten over 1987 gepresenteerd.

2 METHODEN EN MATERIALEN

De varkens-, rund- en kipvleesmonsters zijn geanalyseerd op chlooramphenicol (CAP) volgens intern analysevoorschrift A402 [2].

Deze methode is gezien de resultaten van een recente ringstudie [3] geschikt als referentiemethode. De bepaalbaarheidsgrens van de methode bedraagt 0,005 mg/kg en de detectielimiet is kleiner dan 0,002 mg/kg. In het kader van de kwaliteitborging van de analyseresultaten werd per serie monsters een blanco monster, 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 eimonsters welke worden aangeleverd door CIVO-TNO zijn op chlooramphenicol onderzocht volgens intern analysevoorschrift A-505 [4]. De bepaalbaarheidsgrens bedraagt 0,005 mg/kg blanco en de detectielimiet 0,002 mg/kg. Ter controle werd per serie monsters een blanco en een blanco eimonster met toevoeging van CAP geanalyseerd.

De monsters varkensvlees zijn gescreend op de aanwezigheid van sulfonamiden en in het bijzonder sulfamethazine, sulfanilamide, sulfachinoxaline, sulfadoxine en sulfadiazine. De toegepaste methode, intern analysevoorschrift A156 [5], werd aangepast waardoor de bepaalbaarheidsgrens verlaagd is van 0,1 mg/kg naar 0,01 mg/kg voor de afzonderlijke componenten.

3 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 1987.

VREK-code	RIKILT/CLRVV nummer	CAP-gehalte	Sulfonamiden
01-Va-01	10272	--	--
07-Va-01	10411	--	--
13-Va-01	11392	--	--
05-Va-01	10140		--
09-Va-01	10116		--
11-Va-01	10406		--
04-Va-02	11689	--	--
06-Va-02	11806	--	--
14-Va-02	12031	--	--
02-Va-02	12108		--
01-Va-03	13299	--	--
07-Va-03	13414	--	--
13-Va-03	14290	--	--
05-Va-03	13313		+ sulfamethazine
09-Va-03	15005		--
11-Va-03	13359		--
04-Va-04	15006	--	--
06-Va-04	15265	--	--
14-Va-04	15433	--	--
02-Va-04	15797		--
01-Va-05	16774	--	--
07-Va-05	16783	--	--
13-Va-05	18494	--	--
05-Va-05	16665		+ sulfamethazine
09-Va-05	16579		--
11-Va-05	16786		--
04-Va-06	19388	--	--
06-Va-06	19735	--	--
14-Va-06	18032	--	--
02-Va-06	18030		--
01-Va-07	19796	--	--
07-Va-07	19531	--	--
13-Va-07	19739	--	--
05-Va-07	19633		--
09-Va-07	19743		--
11-Va-07	19500		--
04-Va-08	20855	--	--
06-Va-08	20887	--	--
14-Va-08	20968	--	--
02-Va-08	20849		--
01-Va-09	21910	--	--
07-Va-09	23076	--	--
13-Va-09	22172	--	--
05-Va-09	21996		--
11-Va-09	21982		--
04-Va-10	23540	--	+ sulfamethazine
06-Va-10	23659	--	--
14-Va-10	23982	--	--
02-Va-10	24020		--

01-Va-11	87 VREK 10	-	-
07-Va-11	87 VREK 12	-	-
13-Va-11	87 VREK 18	-	-
05-Va-11	87 VREK 14		+ sulfamethazine + sulfachinoxaline + sulfadoxine
11-Va-11	87 VREK 13		
04-Va-12	87 VREK 17	-	-
06-Va-12	87 VREK 22	-	-
14-Va-12	87 VREK 20	-	-
02-Va-12	87 VREK 16		-

- = kleiner dan 0,005 mg/kg vlees voor chlooramphenicol en kleiner dan 0,010 mg/kg vlees voor sulfonamiden.

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 1987.

VREK-code	RIKILT-CLRVV nummer	CAP-gehalte mg/kg
03-Ru-01	10211	-
05-Ru-01	10141	-
02-Ru-02	12110	-
12-Ru-02	11629	-
03-Ru-03	13821	-
05-Ru-03	13306	-
02-Ru-04	15798	-
12-Ru-04	15063	-
03-Ru-05	17085	-
05-Ru-05	17158	-
02-Ru-06	18026	-
12-Ru-06	18007	-
03-Ru-07	19431	-
05-Ru-07	19635	-
02-Ru-08	20851	-
12-Ru-08	20856	-
03-Ru-09	21986	-
05-Ru-09	21990	-
02-Ru-10	24022	-
12-Ru-10	23542	-
03-Ru-11	87 VREK 11	-
05-Ru-11	87 VREK 15	-
02-Ru-12	87 VREK 21	-
12-Ru-12	87 VREK 19	-

- = kleiner dan 0,005 mg/kg in vlees.

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

Tabel 3: Analyseresultaten voor chlooramphenicol in monster kipvlees genomen in het kader van het VREK-programma 1987.

VREK-code	RIKILT/CLRVV nummer	CAP-gehalte mg/kg
05-Ku-02	13603	-
07-Ku-02	13604	-
15-Ku-02	13605	-
02-020	16102	-
05-Ku-04	16105	-
07-Ku-04	16104	-
15-Ku-04	16101	-
04-056	16103	-
05-Ku-06	20577	-
07-Ku-06	20578	-
15-Ku-06	20576	-
06-028	20575	-
07-018	22646	-
08-028 IKB	22647	-
08-028 IKB	22648	-
08-011 IKB	22649	-
01-Ku-10	87 VREK 2	-
05-Ku-10	87 VREK 3	-
05-Ku-10	87 VREK 4	-
14-Ku-10	87 VREK 5	-
14-Ku-11	87 VREK 1	-
14-Ku-12	88 VREK 11	-
14-Ku-12	88 VREK 12	-
14-Ku-12	88 VREK 13	-
14-Ku-12	88 VREK 14	-

- = kleiner dan 0,005 mg/kg in vlees.

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 1987.

VREK-code	RIKILT/CLRVV nummer	gehalte CAP mg/kg
02 a 1-4	13606	-
02 b 1-4	13607	-
02 c 1-4	13608	-
02 d 1-4	13609	-
04 a 1-4	16106	-
04 b 1-4	16107	-
04 c 1-4	16108	-
04 d 1-4	16109	-
06 a 1-4	20571	-
06 b 1-4	20572	-
06 c 1-4	20573	-
06 d 1-4	20574	-
08 a 1-4	22642	-
08 b 1-4	22643	-
08 c 1-4	22644	-
08 d 1-4	22645	-
10 a 1-4	87 VREK 6	-
10 b 1-4	87 VREK 7	-
10 c 1-4	87 VREK 8	-
10 d 1-4	87 VREK 9	-
12 a 1-4	88 VREK 15	-
12 b 1-4	88 VREK 16	-
12 c 1-4	88 VREK 17	-
12 d 1-4	88 VREK 18	-

- = kleiner dan 0,005 mg/kg in heel ei.

In totaal zijn er 109 monsters geanalyseerd op chlooramphenicol te weten 36 monsters varkensvlees, 24 monsters rundvlees, 25 monsters kipvlees en 24 monsters ei. In geen van de monsters werd chlooramphenicol aangetoond. Dat betekent dat de gehalten in de vlees- en eimonsters kleiner waren dan 0,005 mg/kg.

Het gemiddelde terugvindingspercentage van de methode voor vlees bedroeg 53,7% (n=19; s=7,1%; VC=13,2%) bij een toevoeging van 0,01 mg/kg. Het gevonden gehalte voor het positieve praktijkmonster bedroeg gemiddeld 133 mg/kg (n=12; s=17,4; VC=13,1%). De variatiecoëfficiënten liggen voor beiden iets hoger dan in 1986.

De analyseresultaten voor de "blinde" monsters die door de analisten bij elke serie geanalyseerd worden zijn gegeven in tabel 5.

Tabel 5: Overzicht van verwachte en gevonden analyseresultaten voor "blinde" monsters geanalyseerd in het kader van het VREK-programma 1987.

maand	verwachte gehalte CAP in mg/kg	gevonden gehalte CAP in mg/kg
januari	0,110	0,112
februari	< 0,002	< 0,002
maart	< 0,002	< 0,002
april/mei	0,013	0,016
juni	0,026	0,028
juli	0,052	0,056
augustus	0,014	0,015
	0,009	0,009
september	0,010	0,012
	0,005	0,006
oktober	< 0,002	< 0,002
november	0,021	0,022
december	0,011	0,013
	0,010	0,011

Deze resultaten zijn goed.

Sulfonamiden zijn bepaald in 58 monsters varkensvlees. In geen van de monsters werd een gehalte gevonden voor één van de sulfonamiden dat hoger was dan de actiegrens van

0,1 mg/kg.

Wel werden er in 5 monsters ofwel in 8,6% van de monsters sulfonamiden gevonden in het concentratiebereik van 0,01 tot 0,1 mg/kg. Het betrof 3 maal sulfamethazine, 1 maal sulfadoxine en 1 maal een mengsel van sulfamethazine en mogelijk sulfachinoxaline.

Nog eens 9 monsters zijn als verdacht aangemerkt. In die monsters waren de (eventuele) gehalten lager dan 0,01 mg/kg.

4 CONCLUSIE

Alle onderzochte vlees- en eimonsters bevatten minder chlooramphenicol dan het laagste gehalte dat met de toegepaste analysemethoden bepaalbaar is.

Alle varkensvleesmonsters bevatten minder dan 0,1 mg/kg van de afzonderlijke sulfonamiden. Wel werden in 5 monsters varkensvlees residuen van sulfonamiden gevonden in het concentratiebereik van 0,01 tot 0,1 mg/kg.

LITERATUUR

1. RIKILT-rapport 87.12
Samenvatting analyseresultaten voor chlooramphenicol en voor sulfonamiden in vlees- en eimonsters welke genomen zijn in het kader van het VREK-programma in 1986.

2. H.J. Keukens, M.M.L. Aerts: RIKILT - Intern Analysevoorschrift A 402.
Vlees - Snelle bepaling van chlooramphenicol - HPLC.

3. H.J. Keukens
RIKILT-rapport 87.63.
Ringonderzoek residuen van chlooramphenicol in vlees.

4. Th.G. Polman, M.M.L. Aerts: RIKILT - Intern Analysevoorschrift A 505.
Ei - Bepaling van chlooramphenicol - HPLC.

5. H.A. Roozendaal, H.J. Keukens, M.M.L. Aerts:
RIKILT - Intern Analysevoorschrift A 156.
Vlees - Bepaling van sulfonamiden - HPTLC.