

LAB. DIERGENEESMIDDELEN 1981-08-14

Verslag 81.75 pr.nr. 505.2090

Onderwerp: Bepaling van lasalocid-natrium
door middel van HPLC.

Bijlage: 1.

Verzendlijst: Directeur, sektorhoofd (3x), direktie VKA, afdeling
Diergeneesmiddelen, Normalisatie (Humme), Projektbeheer,
Hollman.

Lab. Diergeneesmiddelen

1981-08-14

VERSLAG 81.75

Pr.nr. 505.2090

Project: Normalisatie/harmonisatie van onderzoekmethoden voor dier-
voeders

Onderwerp: Bepaling van lasalocid-natrium door middel van HPLC.

Bijlagen: 1.

Doel:

Oriënterend onderzoek voor de bepaling van lasolacid-Na in mengvoeders met behulp van de methode:

Bepaling van lasolacid (natrium) door HPLC.

EEG doc. 1089/VI/81-E.

Samenvatting:

Lasolacid-natrium is volgens methode EEG doc. 1089/VI/81-E onderzocht in twee mengvoeders. De storende invloed van monensin, salinomycine en narasin werd eveneens bekeken.

Conclusie:

De vloeistofchromatografische analyse van lasalocid-natrium in mengvoeders is mogelijk. De EEG methode volgens doc. 1089/VI/81-E lijkt foutief opgesteld.

Verantwoordelijk: drs F.G. Buizer
Medewerker/Samensteller: W.M.J. Beek.

FB

Inleiding

Lasalocid-natrium wordt als coccidiostaticum toegepast voor het gebruik van kippen op een doseringsniveau van 75-150 ppm. De voorkeur wordt gegeven aan een chemische analysemethode omdat zo'n methode specifiek is dan een microbiologische methode.

Bij een microbiologische methode storen narasin, salinomycine en monensin. Van de Belgische EEG delegatie werd een HPLC methode ontvangen waarbij lasalocid-Na eenvoudig te bepalen moet zijn zonder storingen.

De bepaling van lasalocid-Na door middel van HPLC volgens EEG doc. 1089/VI/81-E werd nader bestudeerd.

Methode EEG doc. 1089/VI/81-E

1. Principe

Lasalocid wordt direkt geextraheerd van mengvoeders en premixen met de mobiele fase oplossing. Een aliquot deel van het extract wordt chromatografisch onderzocht door middel van hogedrukvlloeistofchromatografie met fluorescentiedetectie.

2. Toepassingsgebied

De methode is geschikt voor de bepaling van lasalocid (natrium) in mengvoeders en premixen. De detectielimiet bedraagt 2 mg/kg.

Onderzoek

De methode werd toegepast op twee mengvoeders aan welke beide lasalocid-natrium werd toegevoegd. De mengvoeders waren niet van dezelfde samenstelling. Het ene mengvoeder bevatte geen en het andere wel groenmeel. De monsters werden samengesteld als zouden ze bevatten: 0; 4,6 en 91 ppm aan lasalocid-natrium.

Resultaten

De in de bepalingmethode aangegeven reversed phase kolom; 30 cm x 4 mm gepakt met 10 micron MCH-10 werd niet genomen maar een veel meer toegepaste nl. Lichrosorb 10 RP 18 4,6 mm ID x 30 cm lengte. Het aangegeven eluens nl. een mengsel van tetrahydrofuraan - methanol - ammoniumhydroxyde en hexaan is geschikt voor "normal phase" chromatografie (lit. 7).

Het eluens werd dan ook gewijzigd in een mengsel van water-methanol en diisopropylamine (32-68 en 0,01 Mol/l). De elutiesnelheid bedroeg 1,0 ml/min. De detectie geschiedde bij UV 302 nm (maximale absorptie) en fluorescentiespectrometrisch, excitatie filter 311 nm en emissie 430 nm cutoff filter.

De extractie geschiedde met het bovenvermelde eluens, waarna direkte injectie in het chromatografische systeem volgde.

De resultaten staan vermeld in bijlage 1. De bepaling wordt niet gestoord door narasin, salinomycine en monensin.

De bepaling kan ook uitgevoerd worden door lasalocid-natrium na zuivering fluorescentiespectrometrisch te meten (lit. 6).

Hierbij storen de bovengenoemde stoffen evenmin.

De bovenbeschreven methode dient wel nog kritisch te worden bekeken, zoals extraktietijd, extraktiemiddel, eluens, HPLC etc. om tot een nauwkeurige bepaling te komen.

De analyse kan ook spectrofluorimetrisch geschieden zonder storingen en kan als methode naast de vloeistofchromatografische toegepast worden.

Conclusie:

De vloeistofchromatografische analyse van lasalocid-natrium in mengvoeders is mogelijk. De EEG methode volgens doc. 1089/VI/81-E lijkt foutief opgesteld.

Literatuur

1. Bestimmung von Avatec (Lasalocid-Natrium) EEG doc. 2192/VI/78-D.
2. Critical evaluation of the analytical determination of lasalocid (Avatec) in compound feedstuffs and premixes.
EEG doc. 5103/VI/78.
3. Cylinder Plate assay for Lasalocid Sodium.
Journal of the AOAC vol. 57, no. 4, 1974.
Auteurs, J.M. Scheiner, W.M. Cort en J. Chen.
4. AVATEC
Publicatie: Information Service
Animal Nutrition Department Roche.
5. Bepaling van lasalocid-Na.
EEG doc. 2192/VI/78.
6. Intern analysevoorschrift nr. Dgm 6.
1e oplage (1980-08-28).
Bepaling van lasalocid-natrium (fluorescentie-spectrometrische methode).
7. Liquid Chromatography with Fluorescence detection of Lasalocid Sodium in Feeds and Premixes.
J. Assoc. Off. Anal. Chem., vol. 61, no. 5, 1978 pp 1074-1077.
Auteurs: Modest Osadca en Mercedes Araujo.

Bijlage 1

Mengvoeder

	Toevoeging (ppm)	Recovery (ppm)	Recovery %
Mengvoeder	0	0	-
Mengvoeder	4,6	5,0	109
Mengvoeder	91	91	100

Mengvoeder (groenmeel)

	Toevoeging (ppm)	Recovery (ppm)	Recovery %
Mengvoeder	0	0	-
Mengvoeder	4,6	4,6	100
Mengvoeder	91	91	100