

Projekt: Normalisatie/Harmonisatie analysemethoden voor diervoeders en
grondstoffen (EEG)

Onderwerp: Bepaling van halofuginon (stenorol) in mengvoeders

Doel:

EEG-ringtest.

Onderlinge vergelijking van twee bepalingsmethoden en nagaan of halofuginon in mengvoeders in de tijd stabiel is.

Samenvatting:

De monsters werden onderzocht met behulp van twee methoden nl.:

- a) EEG doc. 4340/VI/77-E Rev 1
- b) Huntingdon Research Centre doc. RSL/2421/M4/78.

Conclusie:

De stabiliteit van halofuginon bleek met behulp van deze twee methoden niet vast te stellen omdat de variatie in de resultaten onderling en tussen de methoden tamelijk groot bleek.

Verantwoordelijk: drs F.G. Buizer

Medewerker(s)/Samensteller(s): W.M.J. Beek; G.D. van Bruchem;

Mw. Y.J.M. van Hemert-de Boer;

Mw. M.A. Visser-Meijer.

Inleiding:

Voor de EEG-ringtest ter bepaling van halofuginon werden drie monsters ter beschikking gesteld welke onderzocht dienden te worden in de 2e week van november 1980 en de 3e week van januari 1981.

Deze drie monsters zijn:

- a) Blanco voer.
- b) Meel, bevattende 1-5 mg/kg halofuginon.
- c) Gepelletteerd voer, bevattende 1-5 mg/kg halofuginon.

Deze drie monsters werden verstrekt door:

Landesanstalt für landw. Chemie,

Universität Hohenheim,

Postfach 700 562/42 000,

D 7000 Stuttgart 70,

o.l.v. Prof. Dr Seibold.

De monsters werden 4 weken voor het eerste onderzoek samengesteld.

Methoden:

De navolgende HPLC-bepalingsmethoden werden toegepast.

1) EEG doc. 4340/VI/77-E Rev 1

Bepaling van halofuginon in mengvoeders door middel van hoge-druk-vloeistofchromatografie (HPLC).

Principe:

Het monster wordt geextraheerd bij pH 10-11 met ethylacetaat. Halofuginon wordt uit het extrakt geschud met verdund zoutzuur en dan na neutralisatie van het zuur en additie van een buffer, opnieuw opgenomen in ethylacetaat. Het extrakt wordt ingedampt en het gehalte wordt met behulp van HPLC bepaald. De golflengte waarbij gemeten wordt is 243 nm.

2) Huntingdon Research Centre

doc. RSL/2421/M4/78.

Bepaling van de concentratie halofuginon in pluimveevoeders door middel van hogedruk-vloeistofchromatografie.

Principe:

Halofuginon wordt geextraheerd als vrije base in ethylacetaat. Hierna wordt de ethylacetaatfase uitgeschud met verdund zoutzuur waarbij halofuginon overgaat in de waterige fase.

Concentrering en verdere zuivering geschiedt op een ionenwisselaar kolom.

Halofuginon wordt hierna geelueerd van deze kolom. Het gehalte wordt bepaald met behulp van HPLC. De detectie geschiedt bij een golflengte van 243 nm.

Resultaten:

De gehalten aan halofuginon zijn bepaald in november 1980 en januari 1981 (bijlage 1). De monsters zijn tijdens de tussenliggende periode in het donker bij kamertemperatuur bewaard.

Opmerkingen ten opzichte van de beide methoden:

- a) De clean-up is bij beide methoden niet optimaal (bijlage 2 en 3).
- b) Door de toepassing van ion-pair chromatografie zal de HPLC-kolom een zeer constante temperatuur moeten hebben daar de retentietijden anders zeer variëren.

De variatie in de retentietijden is verholpen door de kolom te omwikkelen met watten.

- c) Het gebruik van de integrator bleek niet mogelijk (slechte clean-up, bijlage 2 en 3).

De gehalten zijn berekend door de oppervlakten van de pieken te bepalen met behulp van de driehoeksmethoden.

De duplo-injectie gaf geen afwijkende waarde.

Conclusie:

De stabiliteit van halofuginon bleek met behulp van deze twee methoden niet vast te stellen omdat de variatie in de resultaten onderling en tussen de methoden tamelijk groot bleek.

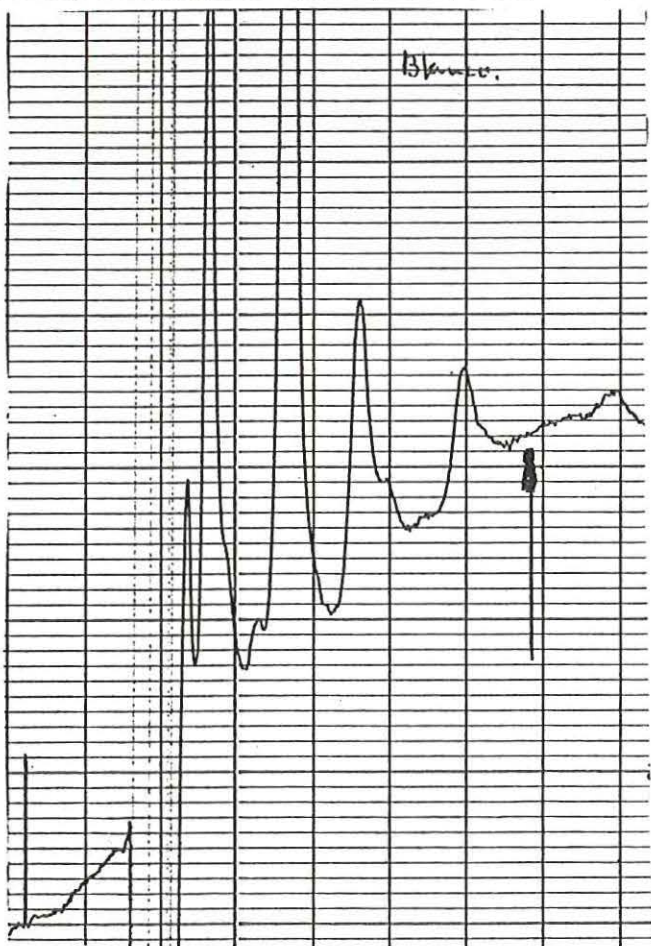
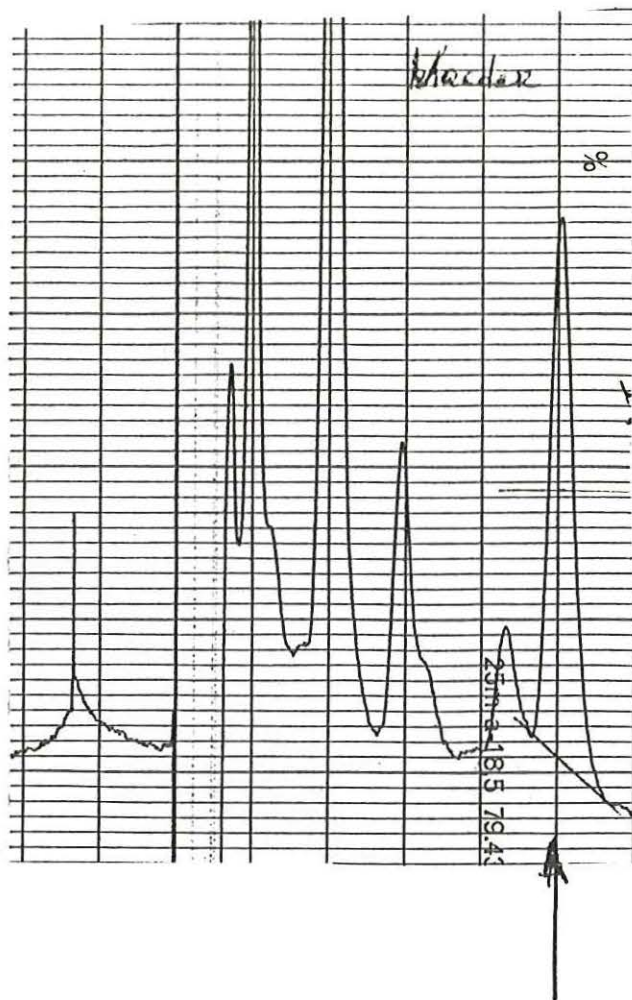
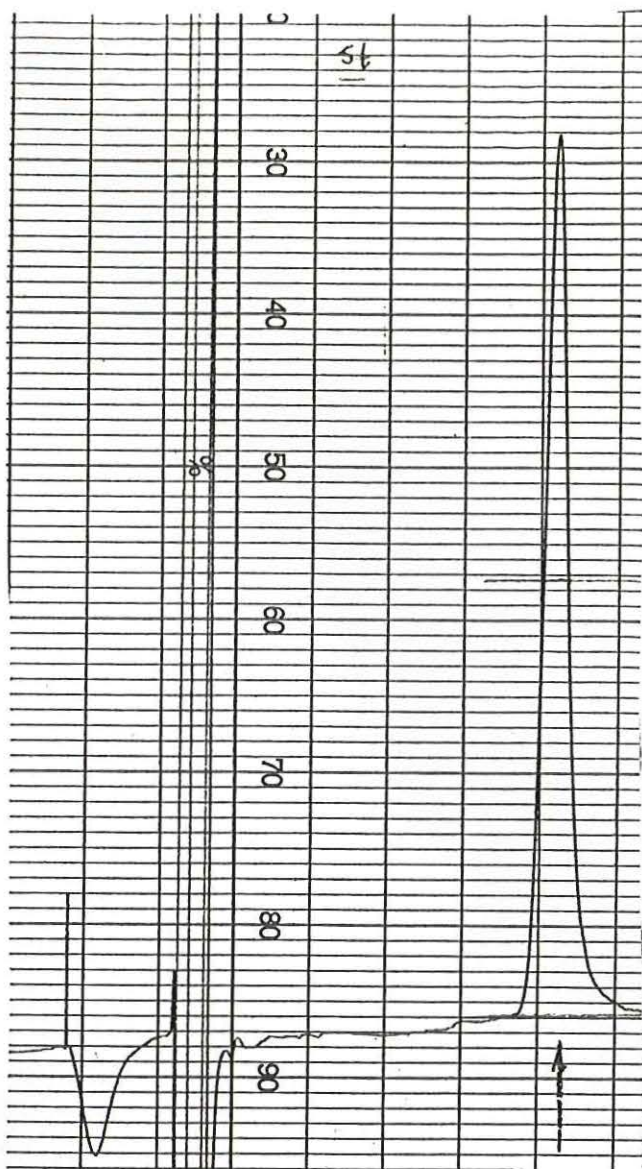
cc: Van Doesburgh, adj. directeur, sektorhoofden (3x), direktie VKA, afdeling Diergeneesmiddelen (5x), leesportefeuille (4x), Normalisatie, Projektbeheer.

Be/W

Bijlage 1

Bepaling van halofuginon, gehalte in mg/kg.

methode 4340					Huntingdon methode			
november		januari			november		januari	
gehalte	gemiddelde	gehalte	gemiddelde		gehalte	gemiddelde	gehalte	gemiddelde
Monster A	afwezig afwezig	afwezig afwezig	afwezig afwezig	afwezig	afwezig afwezig	afwezig	afwezig afwezig	afwezig
Monster B	3,3	2,8	2,0	2,0	3,3	3,0	--	1,9
	2,3		2,1		2,8		1,9	
Monster C	3,7	3,1	2,1	2,2	3,2	3,0	1,8	2,0
	2,5		2,2		2,8		2,1	



Bylage 3

Handington metode

