

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

Lab. Diergeneesmiddelen.

Datum: 1981-07-01

VERSLAG 81.56

Pr.nr. 505.2090

Project: Normalisatie/harmonisatie van onderzoeksmethoden voor diervoeders.

Onderwerp: Bepaling van nifursol in mengvoeders m.b.v. hogedruk-vloeistofchromatografie.

Bijlagen: 2

Doel:

Oriënterend onderzoek voor de bepaling van nifursol in mengvoeders met behulp van de methode:

Nifursol in mengvoeders door middel van hogedruk-vloeistofchromatografie volgens EEG doc. 2356/VI/81-E.

Samenvatting:

Nifursol is volgens methode EEG doc. 2356/VI/81-E onderzocht in twee mengvoeders.

Conclusie:

De bepalingmethode is geschikt voor diverse mengvoeders. De reproduceerbaarheid is goed. De gemiddelde recovery bedroeg ca. 100%. Storing ten gevolge van groenmeel is door wijziging van het HPLC-eluens te vermijden.

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



WB.

Inleiding:

Voor de bepaling van nifursol in mengvoeders is door het "Laboratory of the Government Chemist" o.l.v. dr Harris een voorschrift opgesteld.

Zuivere stof is ons gestuurd om de methode te proberen.

De methode wordt nagewerkt door aan blanco mengvoeders nifursol toe te voegen op verschillende niveau's.

Methode EEG doc. 2356/VI/81-E

1. Principe:

Het monster wordt geextraheerd met dimethylformamide, gecentrifugeerd en een aliquot deel ervan verdund met water tot een geschikt volume. De ontstane oplossing wordt gefiltreerd en nifursol in het filtraat wordt bepaald door middel van hogedrukvlloeistofchromatografie.

2. Toepassingsgebied:

De methode is geschikt voor de bepaling van nifursol in mengvoeders. De detectiegrens ligt bij 10 mg/kg.

Onderzoek:

De methode werd toegepast op twee mengvoeders aan welke beide nifursol 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, 10, 50, 100 en 200 p.p.m. aan nifursol.

Resultaten:

De resultaten staan vermeld in bijlage I.

Chromatogrammen van blanco voer en voer staan in bijlage II.

De gemiddelde recovery bedraagt ca. 100%.

Het monster welke groenmeel bevatte kon niet geanalyseerd worden met het eluens zoals vermeld staat in het voorschrift vanwege storende bestanddelen.

Het eluens welke als volgt was samengesteld voldeed wel: water-methanol-o-fosforzuur 440-550-10.

De analyse omstandigheden waren die welke vermeld staan in het voorschrift.

Bij injectie in het HPLC systeem van 2, 4, 6 en 8 ug/ml bleek de oppervlakte van de nifursolpiek rechtevenredig te zijn met het gehalte.

Conclusie:

De bepalingmethode is geschikt voor diverse mengvoeders. De reproduceerbaarheid is goed.

De gemiddelde recovery bedroeg ca. 100%.

Storing ten gevolge van groenmeel is door wijziging van het HPLC-eluens te vermijden.

Bijlage I

Mengvoeder

	<u>Toevoeging</u> <u>(p.p.m.)</u>	<u>Recovery</u> <u>(p.p.m.)</u>	<u>% Recovery</u>
Blanco chem.	0	--	--
Blanco chem.	100	102,4	102,4
Mengvoeder	0	--	--
Mengvoeder	10	8,34	83,4
Mengvoeder	50	50,8	101,5
Mengvoeder	100	98,2	98,2
Mengvoeder	200	209,2	104,6

$$\bar{X} = 98,0\%$$

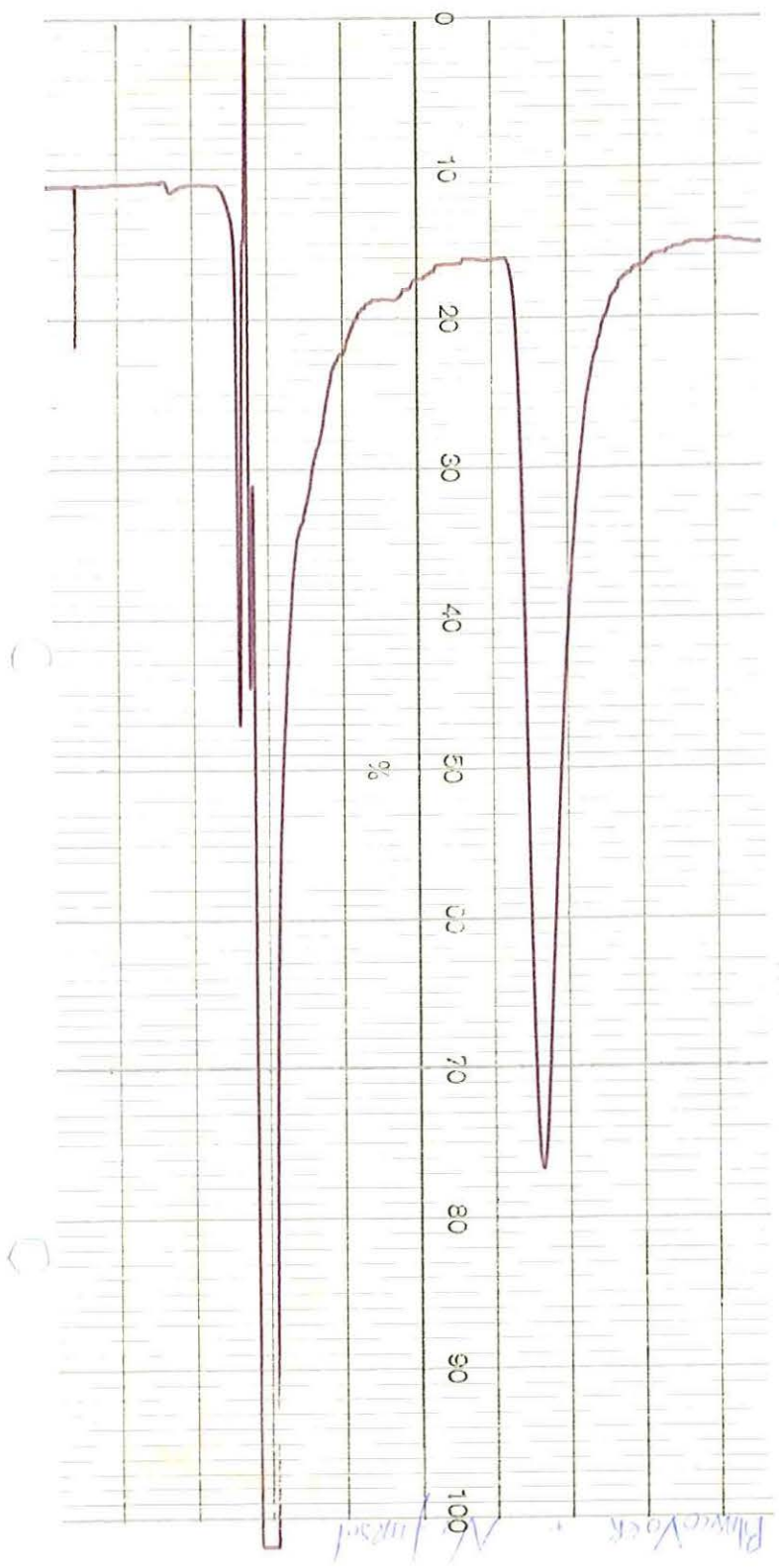
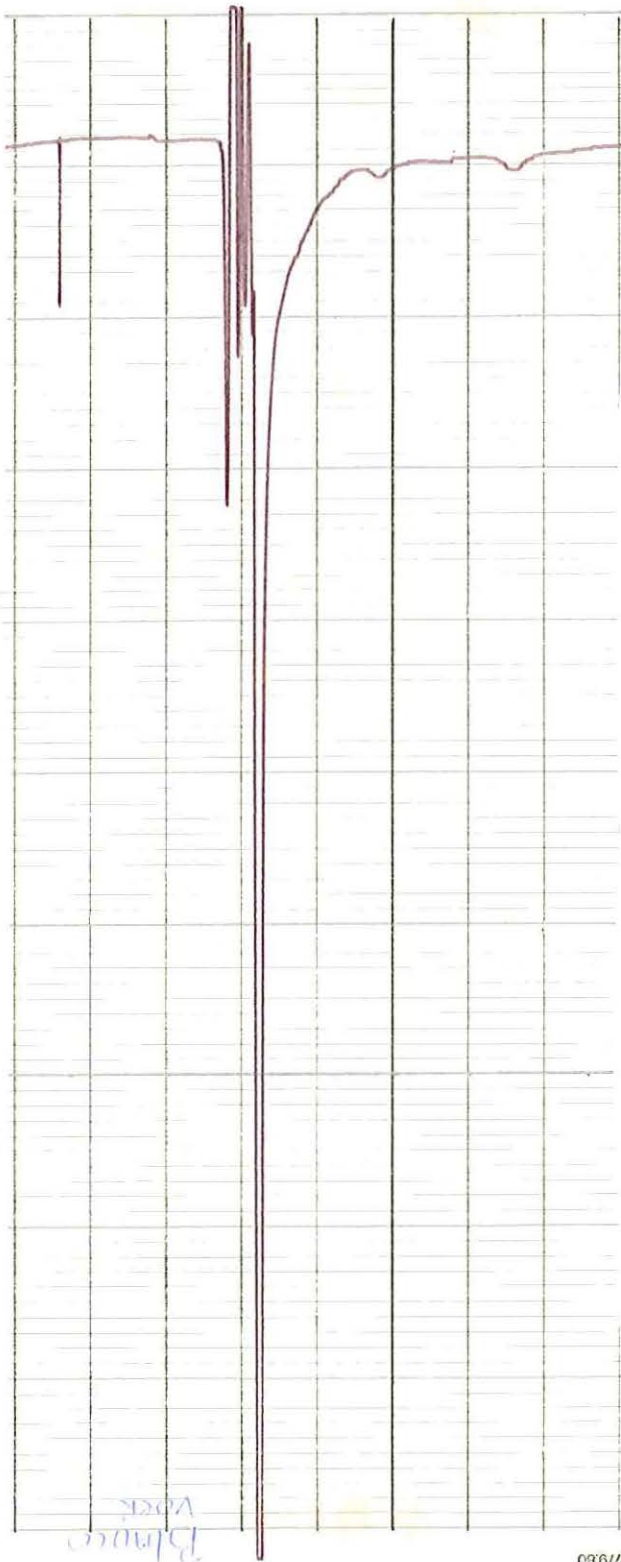
$$S_{dev} = 8,5\%$$

Mengvoeder (groenmeel)

	<u>Toevoeging</u> <u>(p.p.m.)</u>	<u>Recovery</u> <u>(p.p.m.)</u>	<u>% Recovery</u>
Blanco chem.	0	--	--
Blanco chem.	100	106,4	106,4
Mengvoeder	0	--	--
Mengvoeder	10	10,5	105
Mengvoeder	50	54,9	109,8
Mengvoeder	100	105,0	105
Mengvoeder	200	183,4	91,7

$$\bar{X} = 103,6\%$$

$$S_{dev} = 6,9\%$$



Baymax II