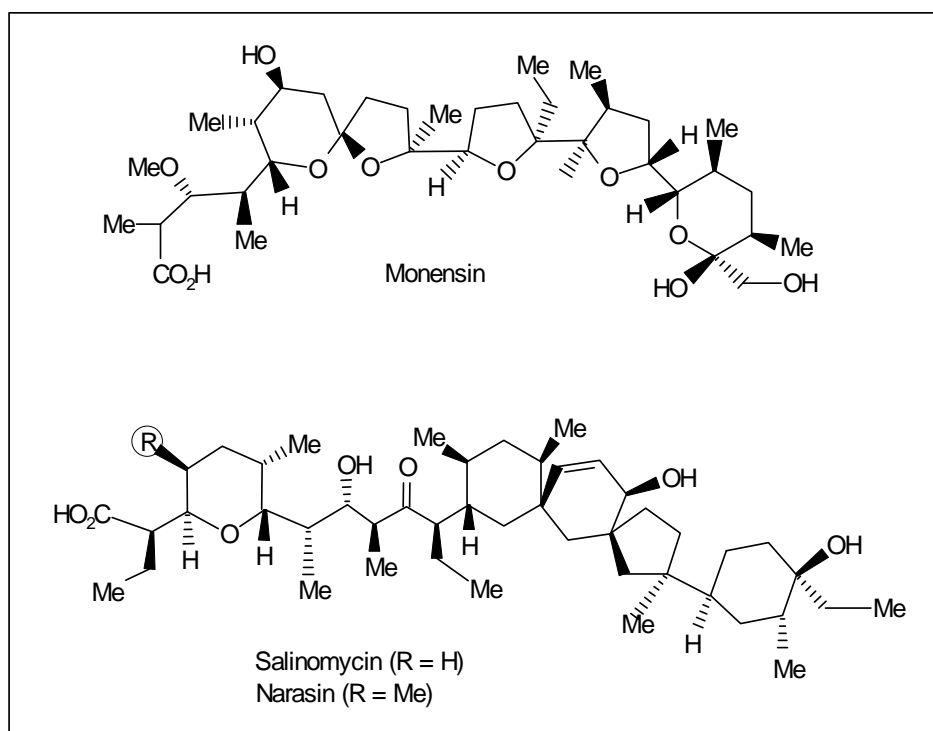


POLYETHERANTIBIOTIKA



Monensin, Narasin und Salinomycin gehören zur Gruppe der Ionophor-Antibiotika und sind als Futtermittelzusatzstoffe zur Verhütung der Kokzidiose zugelassen. Monensin und Salinomycin wirken zusätzlich noch als Leistungsförderer.

Um die meisten Polyetherantibiotika mit HPLC im Spurenbereich nachweisen zu können, ist eine Derivatisierung unverzichtbar. Dafür wird von PICKERING das Nachsäulenderivatisierungs-System PINNACLE PCX angeboten. Die zur Derivatisierung verwendeten Reagenzien Dimethylaminobenzaldehyd (DMAB, „Ehrlichs Reagenz“) und Vanillin werden ebenfalls von PICKERING in höchster Reinheit angeboten. Säule, Eluenten und Diluenten müssen jedoch vom Anwender selbst zur Verfügung gestellt werden.



Strukturen
Monensin,

und Salinomycin

von
Narasin

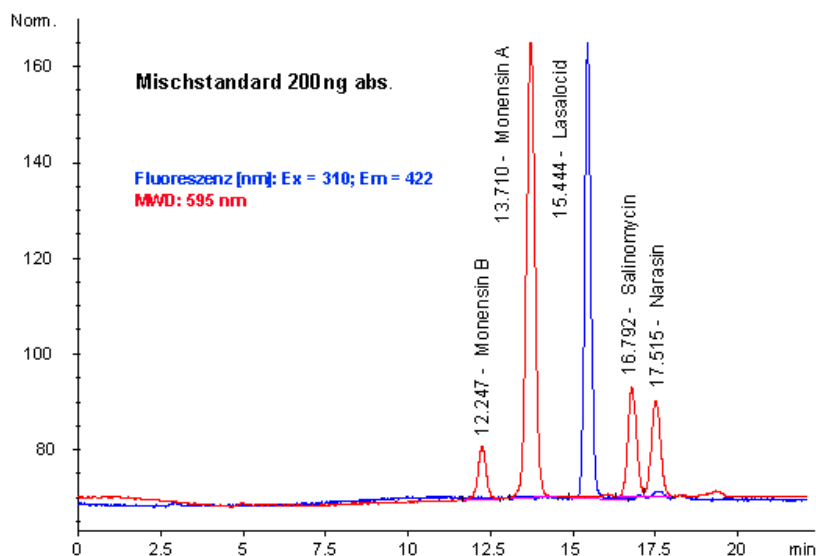
Methodenbeschreibung

Die Derivatisierung der Polyetherantibiotika erfolgt in einer einstufigen Reaktion mit methanolischer Schwefelsäure/Reagenz-Lösung. Dabei werden die Polyetherantibiotika im stark sauren Milieu hydrolysiert und anschließend bei erhöhter Temperatur mit DMAB oder Vanillin zu farbigen Derivaten umgesetzt. Ein getrenntes Zudosieren der Schwefelsäure und der Reagenz-Lösung (zweistufige Reaktion) wird empfohlen, da die Reagenzlösungen nur getrennt lange haltbar sind (gemischt tritt nach einem Tag Zersetzung ein).

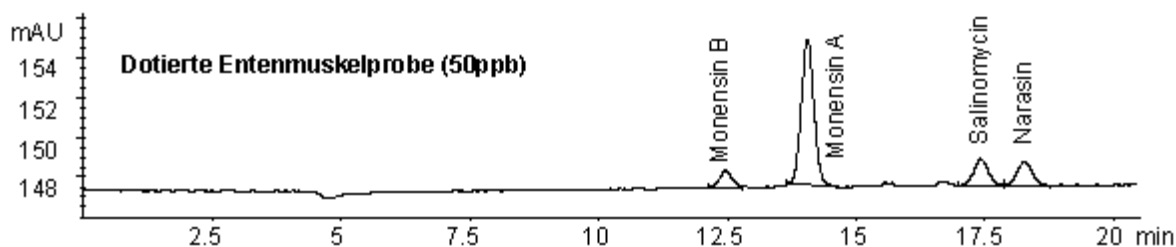
Die Derivatisierung mit DMAB ist der mit Vanillin vorzuziehen, da die absolute Empfindlichkeit mit DMAB um ca. 30 % höher ist.

Chromatogramme

Chromatogramme eines Standards und einer dotierten Entenmuskelprobe.



Die Abbildung zeigt auch das Chromatogramm des **vor** dem Pickering-System installierten Fluoreszenz-Detektors zur Bestimmung des Lasalocids



HPLC-Bedingungen und Derivatisierungsparameter

HPLC	
Betriebsmodus	Isokratisch
Eluent	Methanol/ 5 %-ige Essigsäure in Wasser (90/10)
Entgasung	Helium- oder Vakuum-entgast
HPLC-Säule	RP C18
Säulenofen	40 °C
Flussrate	0.7 mL/min
Nachsäulenderivatisierung	
Pinnacle PCX	Zweistufig
1. Reaktor	0.15 mL; RT
2. Reaktor	1.4 mL (DMAB oder Vanillin) Reaktor
Reaktortemperatur 2	90 °C
Reagenz 1	Konz. Schwefelsäure/Methanol (4/96; v/v)
Reagenz 2	DMAB oder Vanillin in Methanol (60 g in 950 mL)
Reagenzfluss	0.3 mL/min
Detektion	
Messart	UV/VIS-Detektion
UV/VIS	DMAB 450 nm; Vanillin 520 nm
Zelle	Analytisch; druckstabil bis 7 bar

Literatur

PICKERING LABORATORIES, Application Note 104.

J. T. Goras, W. R. Lacourse, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* **1984**, 67 (4), 701 – 706.

M. R. LaPointe, H. Cohen, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* **1988**, 71, 480 – 484.

F. H. Johannsen, *Agribiological Research* **1991**, 44 (1), 79 - 89.

J. M. Rodewald, J. W. Moran, A. L. Donoho, M. R. Coleman, *J. AOAC International* **1992**, 75 (2), 272 – 279.

J. W. Moran, J. M. Turner, M. R. Coleman, *J. AOAC International* **1995** 78 (3), 668 - 673.

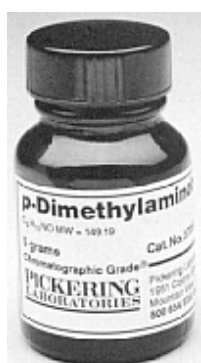
Bestellinformation

Bestellnummer	Beschreibung
1153-1082	PINNACLE PCX – Zweistufig; 1.4 mL (DMAB oder Vanillin) Reaktor
2381750	Polyether RP C18-Säule
18ECG001	Vorsäulenhalter mit 3 Vorsäulen-Kartuschen

Chemikalien und Säulen

p-Dimethylaminobenzaldehyd (DMAB; Ehrlichs Reagenz)

Niedriges Basislinienrauschen für optimale Empfindlichkeit



p-Dimethylaminobenzaldehyd wird als Lösung in methanolischer Schwefelsäure zur Nachsäulenderivatisierung von Polyetherantibiotika und Sulfonamiden verwendet. Es entstehen Derivate, die mit einem UV-Detektor bei 450 nm detektiert werden.

Bestellnummer	Beschreibung
3700-0400	p-Dimethylaminobenzaldehyd, „Chromatographic Grade™“, 5 g

APPLIKATIONSNOTE

Vanillin

Vanillin wird als Lösung in methanolischer Schwefelsäure zur Nachsäulenderivatisierung von Polyetherantibiotika und Sulfonamiden verwendet. Es entstehen Derivate, die mit einem UV-Detektor bei 520 nm detektiert werden.



Katalog Nr.	Beschreibung
3700-2200	Vanillin, (4-Hydroxy-3-methoxybenzaldehyd), „Chromatographic Grade™“, 30 g; Unter CO ₂ -Atmosphäre verschlossen.