



ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНА К₃ В ПРЕМИКСАХ, ВИТАМИННЫХ КОНЦЕНТРАТАХ И КОРМОВЫХ ВИТАМИННЫХ ДОБАВКАХ

Методика М 04-49-2007

(Издание 2012 г.)

(ФР.1.31.2013.13824)

ВВЕДЕНИЕ

Витамин К₃ (менадион) – жирорастворимый витамин, относящийся к группе витаминов К. Он необходим для биосинтеза протромбина и других факторов свертывания крови, участвует в процессах минерализации костной ткани. В большинстве кормовых матриц менадион отличается невысокой стабильностью. По этой причине для витаминизации кормов витамин К₃ добавляют в более устойчивой водорастворимой форме: менадиона натрия бисульфита (MSB) и других солей (MPB, MNB).

Для быстрого и надежного определения содержания витамина К₃ Группа компаний «ЛЮМЭКС» разработала «Методику выполнения измерений массовой доли витамина К₃ (в форме менадиона) в премиксах, витаминных концентратах и кормовых витаминных добавках методом обращенно-фазовой ВЭЖХ с использованием жидкостного хроматографа «ЛЮМАХРОМ®»».

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Включает следующие этапы:

- экстракцию из образца водорастворимой формы витамина К₃ водно-этанольной смесью;
- перевод водорастворимой формы витамина К₃ в жирорастворимую (менадион) с одновременной экстракцией менадиона гексаном;
- концентрирование и перерастворение витамина К₃ в подвижной фазе;
- определение витамина К₃ в форме менадиона методом обращенно-фазовой ВЭЖХ с фотометрическим детектированием при длине волны 254 нм.

Ориентировочное время пробоподготовки – 1 час.

Время хроматографического анализа – 20 минут.

ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

Диапазон измеряемых массовых долей витамина К₃ составляет **0,05–500 г/кг**.

Масса анализируемой навески пробы составляет **0,01–1 г** в зависимости от содержания витамина.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

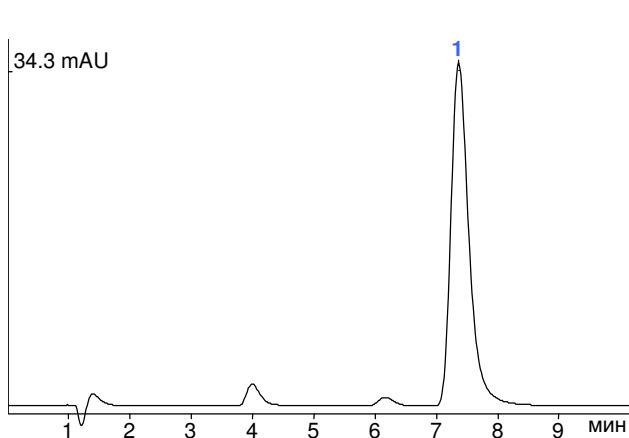
При выполнении измерений применяют следующее оборудование и реактивы:

- жидкостный хроматограф «ЛЮМАХРОМ®» со спектрофотометрическим детектором;
- хроматографическая колонка с предколонкой, заполненные обращенно-фазовым сорбентом, например, «Диасфер® С18»;
- устройство для перемешивания проб;
- лабораторный вакуумный насос (мембранный или водоструйный);
- устройство для удаления растворителя;
- лабораторная центрифуга (не менее 5 000 об/мин);
- менадион, имп.;
- этанол, ректификованный;
- ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ос.ч.

Сбор, обработку и вывод хроматографических данных осуществляют с помощью персонального компьютера с операционной системой не ниже Windows® XP/7/8, на котором установлена программа сбора и обработки хроматографических данных «МультиХром® для Windows»



ПРИМЕРЫ АНАЛИЗА

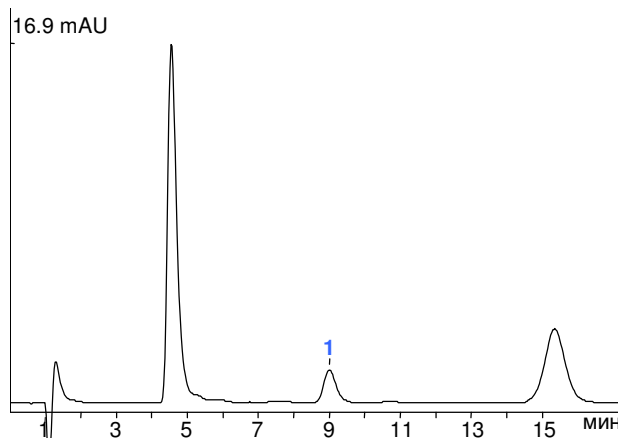


Проба: премикс «П5» (навеска 462 мг)

Найдено:

1 – витамин К₃ (2,8 г/кг)

Элюент: ацетонитрил / вода (45:55)



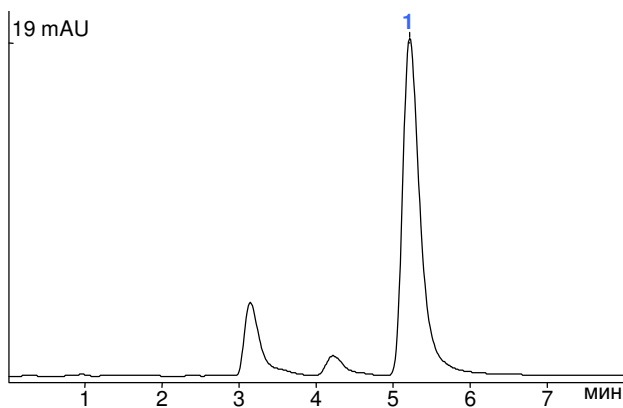
Проба: витаминная смесь «П54»

(навеска 961 мг)

Найдено:

1 – витамин К₃ (0,06 г/кг)

Элюент: ацетонитрил / вода (40:60)

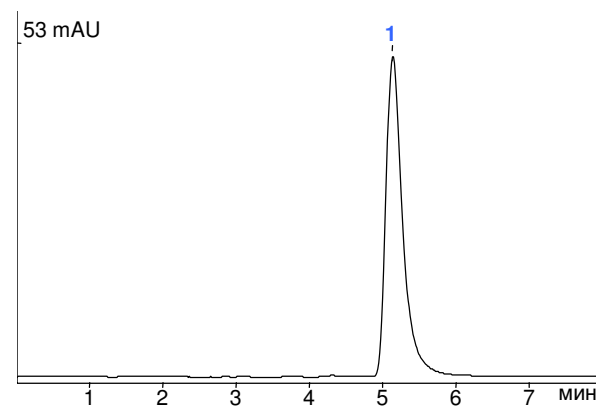


Проба: витаминный концентрат «Ровимикс® А 10313» (навеска 81 мг)

Найдено:

1 – витамин К₃ (5,2 г/кг)

Элюент: ацетонитрил / вода (50:50)



Проба: кормовая витаминная добавка

«Microvit® К₃ Promix MNB 96%» (навеска 10 мг)

Найдено:

1 – витамин К₃ (441 г/кг)

УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Колонка: «Кромасил® С18» (100x2,1 мм, 5 мкм)

Элюент: состав выбирают в зависимости от матрицы пробы и/или сопутствующих примесей, 200 мкл/мин

Объем дозируемой пробы: 10 мкл

Детектирование: фотометрическое (254 нм)

Вся информация в данной листовке является справочной. По вопросу получения более подробной информации следует обращаться к разработчику методики – Группе компаний «ЛЮМЭКС».

Центральный офис «ЛЮМЭКС»: Тел. (812) 718-53-90 Факс: (812) 718-68-65 E-mail: methodists@lumex.ru

Почтовый адрес: 190000, г. Санкт-Петербург, ВОХ 1234