



## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНА К<sub>3</sub> В ПРЕМИКСАХ, ВИТАМИННЫХ КОНЦЕНТРАТАХ И КОРМОВЫХ ВИТАМИННЫХ ДОБАВКАХ

### Методика М 04-49-2007

(Издание 2012 г.)

(ФР.1.31.2013.13824)

### ВВЕДЕНИЕ

Витамин К<sub>3</sub> (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 К<sub>3</sub> добавляют в более устойчивой водорастворимой форме: менадиона натрия бисульфита (MSB) и других солей (MPB, MNB).

Для быстрого и надежного количественного определения содержания витамина К<sub>3</sub> Группа компаний «ЛЮМЭК» разработала «Методику выполнения измерений массовой доли витамина К<sub>3</sub> (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 К<sub>3</sub> водно-этанольной смесью;
- перевод водорастворимой формы витамина К<sub>3</sub> в жирорастворимую (менадион) с одновременной экстракцией менадиона гексаном;
- концентрирование и перерастворение витамина К<sub>3</sub> в подвижной фазе;
- определение витамина К<sub>3</sub> в форме менадиона методом обращенно-фазовой ВЭЖХ с детектированием при длине волны 254 нм.

**Ориентировочное время пробоподготовки – 1 час.**

**Время хроматографического анализа – 20 минут.**

### ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

Диапазон измеряемых массовых долей витамина К<sub>3</sub> составляет **0,05–500 г/кг**.

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

### ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

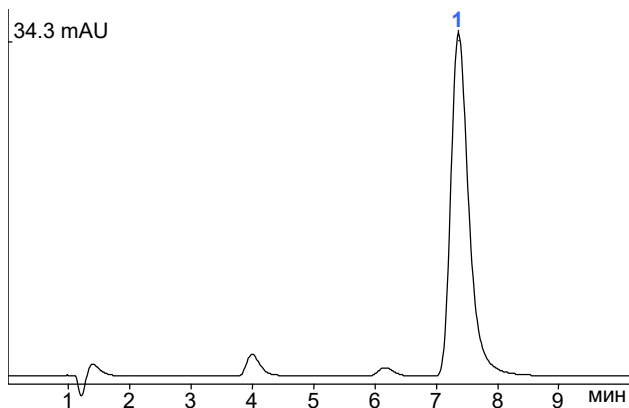
При выполнении измерений применяют следующее оборудование и реактивы:

- жидкостный хроматограф «ЛЮМАХРОМ®» со спектрофотометрическим детектором;
- хроматографическая колонка с предколонкой, заполненные обращенно-фазовым сорбентом;
- 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, ректифицированный;
- ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ос.ч.

Сбор, обработку и вывод хроматографических данных осуществляют с помощью персонального компьютера с операционной системой не ниже Windows® 7/8/10, на котором установлена программа сбора и обработки хроматографических данных «МультиХром® для Windows».



## ПРИМЕРЫ АНАЛИЗА

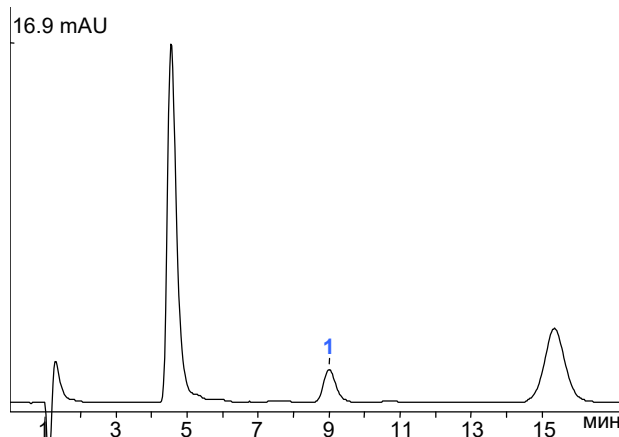


**Проба:** премикс «П5»  
(навеска 462 мг)

**Найдено:**

**1** – витамин К<sub>3</sub> (2,8 г/кг)

**Элюент:** ацетонитрил / вода (45:55)

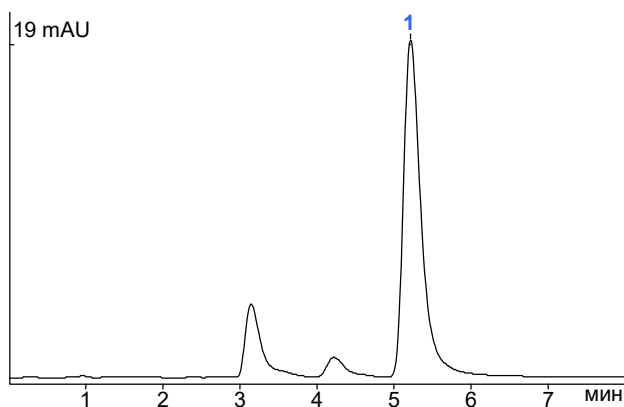


**Проба:** витаминная смесь «П54»  
(навеска 961 мг)

**Найдено:**

**1** – витамин К<sub>3</sub> (0,06 г/кг)

**Элюент:** ацетонитрил / вода (40:60)

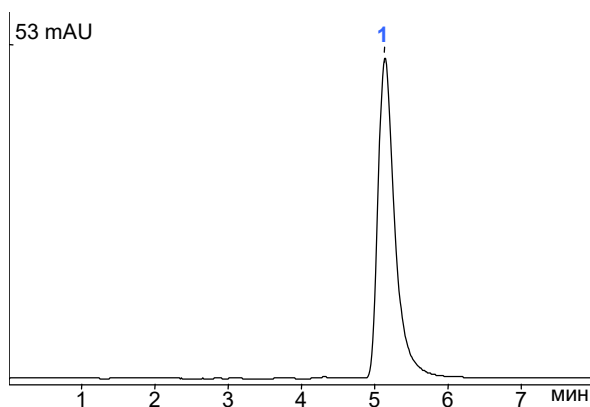


**Проба:** витаминный концентрат «Ровимикс® А 10313»  
(навеска 81 мг)

**Найдено:**

**1** – витамин К<sub>3</sub> (5,2 г/кг)

**Элюент:** ацетонитрил / вода (50:50)



**Проба:** кормовая витаминная добавка  
«Microvit® К<sub>3</sub> Promix MNB 96%»  
(навеска 10 мг)

**Найдено:**

**1** – витамин К<sub>3</sub> (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)