



## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНОВ А, D И E В ВИТАМИНАХ И КОРМОВЫХ ВИТАМИННЫХ ПРЕПАРАТАХ

### Методика М 04-88-2017

(ФР.1.31.2018.29528)

#### ВВЕДЕНИЕ

Задача контроля качества витаминных препаратов является актуальной для предприятий комбикормовой отрасли и осложнена применением устаревших аналитических методик для современных витаминов и их смесей.

Специалисты Группы компаний «ЛЮМЭК» разработали и аттестовали новую методику «**Витамины и кормовые витаминные препараты. Методика измерений массовой доли витаминов А, D, E методом высокoeffективной жидкостной хроматографии с фотометрическим детектированием с использованием жидкостного хроматографа «ЛЮМАХРОМ®»**».

Методика позволяет определять массовые доли витаминов: А в форме ретинола ацетата, D – в форме холекальциферола (синоним – витамин D<sub>3</sub>), E – в форме α-токоферола ацетата и распространяется на витамины, в том числе кормовые (защищенные микрокапсулированные или адсорбированные микрогранулированные формы), сухие кормовые витаминные комплексы (стандартные мультивитаминные смеси, blends).

Новая методика позволяет находить весь витамин, содержащийся в пробе, независимо от способа его технологической защиты при производстве.

Вместе с ранее разработанными ГК «ЛЮМЭК» методиками по определению витаминов А, D<sub>3</sub>, E в премиксах и витаминных концентратах (М 04-44-2006, изд. 2011 г.; ФР.1.31.2012.13565) и витамина K<sub>3</sub> в премиксах и кормовых витаминных добавках (М 04-49-2007, изд. 2012 г.; ФР.1.31.2013.13824) предприятия АПК получают комплексное решение процедуры входного контроля по жирорастворимым витаминам от чистых витаминных форм до премиксов.

#### МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Включает в себя следующие этапы:

- обработку пробы щелочным гидролизом;
- экстракцию витаминов из гидролизата гексаном;
- перевод компонентов в подвижную фазу и определение массовой доли витаминов методом ВЭЖХ с детектированием при длине волны 254 нм.

**Ориентировочное время подготовки пробы – 1 час.**

**Время хроматографического анализа – 20 минут.**

#### ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

Диапазоны измеряемых массовых долей витаминов при массе навески образца 0,1 г приведен в таблице.

Определяемый показатель	Диапазоны измерений массовых долей
Витамин А (ретинола ацетат)	50 000 – 1 500 000 МЕ/г
Витамин D (холекальциферол, D <sub>3</sub> )	10 000 – 600 000 МЕ/г
Витамин E (α-токоферола ацетат)	5 – 60 %



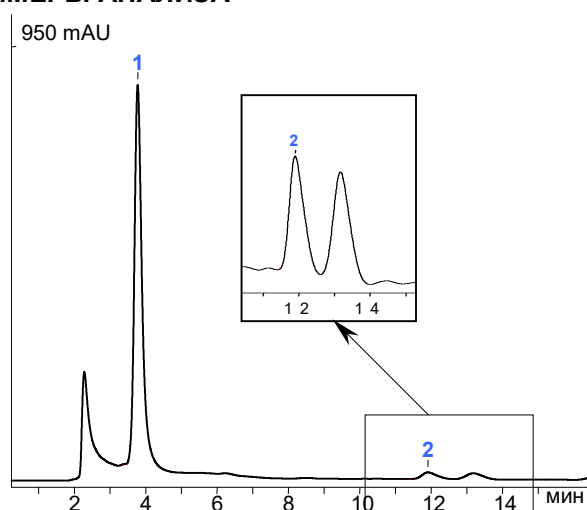
## ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующие оборудование и реактивы:

- жидкостный хроматограф «ЛЮМАХРОМ®» со спектрофотометрическим детектором;
- хроматографическая колонка с предколонкой, заполненные обращенно-фазовым сорбентом;
- устройство для перемешивания проб с подогревом;
- лабораторная центрифуга (не менее 5 000 об/мин);
- стандартный образец состава раствора ретинола ацетата в гексане;
- стандартный образец состава раствора  $\alpha$ -токоферола ацетата в гексане;
- стандартный образец состава раствора холекальциферола в ацетонитриле;
- калия гидроксид, х.ч.;
- кислота аскорбиновая, фармакопейная;
- гексан, ос.ч.;
- изопропиловый спирт, х.ч.;
- этанол, ректифицированный.

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:** кормовая добавка ROVIMIX® AD3

**Найдено:** 1 – витамин А (1 220 000 МЕ/г)

2 – витамин D<sub>3</sub> (204 000 МЕ/г)

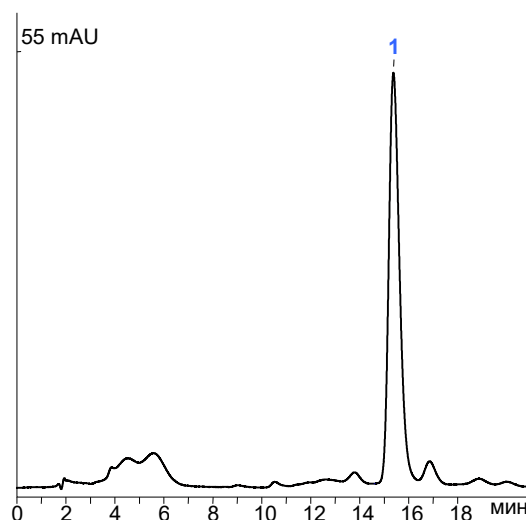
### УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

**Колонка:** «Диасфер® С18» (120x2,1 мм, 5 мкм)

**Элюент:** согласно методике, 200 мкл/мин

**Объем дозируемой пробы:** 20 мкл

**Детектирование:** фотометрическое (254 нм)



**Проба:** кормовая добавка CUXAVIT® E50

**Найдено:** 1 – витамин Е (48,4%)