



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1175874 A

(51) 4 G 01 N 30/94

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ И АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

- (21) 3684777/23-04
(22) 02.01.84
(46) 30.08.85. Бюл. № 32
(72) И.А. Ионов, П.Ф. Сурай,
М.С. Жедек и А.Н. Стефанович
(71) Украинский научно-исследователь-
ский институт птицеводства
(53) 543.54.42 (088,8)
(56) Авторское свидетельство СССР
№ 1109631, кл. G 01 N 31/08, 1983.

(54)(57) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИТАМИНА
K₁ В ТРАВЯНОЙ МУКЕ путем экстракции
его из анализируемой пробы бензолом,

содержащим н-бутанол, с последую-
щим тонкослойным хроматографиро-
ванием экстракта в системе раствори-
телей гексан-хлороформ, удалением
целевого компонента с пластинки и эк-
стракции его этиловым спиртом с пос-
ледующим фотометрированием экстрак-
та, отличающийся тем, что,
с целью сокращения длительности опре-
деления и повышения чувствительности
способа, экстракт перед фотометриро-
ванием обрабатывают 0,1-0,2%-ным
раствором боргидрида натрия в этано-
ле.

№ SU (11) 1175874 A

Изобретение относится к химическим методам определения витамина K_1 (филлохинона) с применением хроматографических методов очистки, в частности тонкослойной хроматографии, и может быть использовано в различных аналитических лабораториях при определении содержания витамина K_1 в кормах и других продуктах растительного происхождения и кормовых препаратах. 10

Цель изобретения - сокращение длительности определения и повышение чувствительности способа.

Изобретение иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1. Берут 500 мг травяной муки, вносят в пробирку с притертой пробкой, заливают 10 мл экстрагирующей смеси - бензол с 2% (объем) *n*-бутанола к 10 мл бензола добавляют 0,2 мл *n*-бутанола и хорошо перемешивают. Пробирку ставят в темное место на 3 ч. Заполняют колонку диаметром 10 см слоем силикагеля (2 см) и сверху него насыпают 1 см безводного сульфата натрия. Содержимое пробирки пропускают через колонку, а пробирку ополаскивают пятью порциями по 5 мл экстрагирующей смеси, которые также пропускают через колонку. Фильтрат выпаривают на ротационном испарителе при 80°C и сухой остаток растворяют в 0,2 мл бензола. 20

Затем с помощью микропипетки переносят полученный раствор (0,2 мл) на пластинку "Силуфол", размером 15x15 см, и по обе стороны образовавшейся полости наносят свидетель-раствор - 3 мкг филлохинона в 0,1 мл хлороформа. 25

Развитие хроматограммы проводят в камере (180x70x170 см), насыщенной в течение 30 мин парами смеси раство-

рителей гексан-хлороформ, взятых в объемном соотношении 50:50. После того, как фронт подвижной фазы поднимается на высоту 15 см, пластинку вынимают из камеры, просушивают и быстро определяют положение витамина K_1 по свидетелю под ультрафиолетовой лампой (проявляется в виде темной полосы).

Пятно силикагеля с адсорбированным на нем витамином K_1 соскабливают с пластинки, переносят в пробирку с притертой пробкой, заливают 3 мл 96%-ного этилового спирта и ставят в темное место на 30 мин. Затем отфильтровывают раствор через бумажный фильтр (красная полоса), смоченный этиловым спиртом, пробирку ополаскивают 1 мл этанола, который переносят на этот же фильтр. 30

Далее к элюату добавляют 0,1 мл 0,1%-ного раствора боргидрида натрия в этаноле. Содержимое пробирки быстро перемешивают, переносят в кювету для измерений и через 20 с после внесения боргидрида натрия проводят первое фотометрирование элюата на длине волны 243 нм. Затем после достижения максимума экстинкции (через 3-4 мин) проводят повторное фотометрирование и по разнице показаний между начальным и конечным измерениями находят прирост экстинкции и определяют количество витамина K_1 по калибровочной кривой. 35

Пример 2. Осуществляют определение витамина K_1 аналогично примеру 1 с раствором боргидрида натрия различной концентрации с целью установления оптимальных количеств используемого восстановителя. Результаты представлены в табл. 1. 40

Т а б л и ц а 1

Определение оптимальной концентрации боргидрида натрия для восстановления филлохинона

	Используемая концентрация боргидрида натрия в этаноле, %*						
	0,02	0,05	0,1	0,2	0,3	0,5	1,0
Определено витамина K_1 , %	81,5	89,3	100	100	98,1	96,0	96,2

*) В каждом варианте добавляли по 0,1 раствора.

Пример 3. Осуществляют оп-
ределение витамина K_1 аналогично
примеру 1, анализируя усредненный

образец люцерновой муки. Результа-
ты экспериментов представлены в
табл.2.

Т а б л и ц а 2.

Способ	Кол-во вита- мина K_1 в 1 г травяной муки, мкг	Кол-во опре- деле- ний	Среднее время анализа, ч	Чувст- витель- ность мкг	Кол-во вита- мина K_1 в 1 г травяной муки + 5 мкг стандарта, мкг	Надежно- витами- на K_1 , %
Предлага- емый	$20,94 \pm 0,02$	6	4	3-35	$25,49 \pm 0,02$	98,3
Извест- ный	$20,37 \pm 0,02$	6	11	5-30	$24,91 \pm 0,02$	98,2

Данные табл. 1 свидетельствуют
о том, что оптимальной концентрацией
раствора боргидрида натрия в этаноле
является 0,1-0,2%. При добавлении
низких концентраций (0,02-0,05%)
прирост экстинций идет очень медлен-

но и весь находящийся в растворе ви-
тамин K_1 не определяется. В случае
добавления к исследуемому элюату ви-
тамина K_1 избытка боргидрида натрия
элюат мутнеет, что делает невозмож-
ным фотометрирование.

Составитель С. Хованская

Редактор М. Бандура

Техред Т.Фанта

Корректор Л.Бескид

Заказ 5304/26

Тираж 897

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ИПИ "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4

