CH 11.8.
Stanovenie avilamycínu v premixoch a kŕmnych zmesiach metódou HPLC

1.Určenie metódy

Metóda je vhodná na stanovenie obsahu avilamycinu v premixoch a kŕmnych zmesiach.

2. Princíp metódy

Vzorky sa po homogenizácii, extrakcii a prečistení na SPE kolónkach analyzujú HPLC metódou na RP-C18 kolónach a detegujú sa DAD detektorom pri 295 nm. Nasnímané spektrá v intervale 270 – 340 nm sa porovnávajú s kalibračnými spektrami.

3. Pomôcky

3.1. Prístroje a zariadenia

- ultrazvukový kúpeľ
- analytické váhy
- pH meter
- trepačka
- homogenizátor
- kvapalinový chromatograf s DAD detektorom
- kolóna Nova-Pak C18, 3,9 x 150 mm, Waters, alebo ekvivalentný typ kolóny
- automatické pipety s nastaviteľným objemom, jednokanálové
- rotačná vákuová odparka
- vacuum manifold
- SPE kolónky Silica, 500 mg, Waters
- filtračný papier
- striekačkové filtre
- mraznička
- chladnička

3.2. Chemikálie a roztoky

- acetonitril pre HPLC
- metanol pre HPLC
- chloroform p.a.
- acetón p.a.
- dichlórmetán p.a.
- octan sodný, trihydrát, p.a.
- redestilovaná voda pre HPLC
- NaOH, p.a.

  štandard Avilamycin, Elanco

4. Pracovný postup

- vzorku dobre premiešať, zomlieť a zhomogenizovať tesne pred extrakciou
- do 100 ml odmernej banky navážiť 10 g vzorky (resp. navážka zodpovedajúca 10 – 25 mg avilamycinu) s presnosťou na 1 mg
- pridať 50 ml chloroformu a trepať na trepačke 30 minút
- nechať 1 min extrahovať v ultrazvuku, doplniť chloroformom na 100 ml
- vzorku prefiltrovať, prvých 10 ml odstrániť

5. Podmienky merania

Kolóna: Nova Pak - C18,
Mobilná fáza : gradientová elúcia

Prietok mobilnej fázy : 1,0 ml/min

Detekcia : DAD pri 295 nm (295/16, 500/100), snímanie spektier: 270 - 340 nm
Teplota kolóny: 38°C
Objem nástreku : 100 µl

L i t e r a t ú r a:

SOP SVU Jihlava
Metóda bola vypracovaná a validovaná pre potreby ŠVPÚ Nitra