



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **19303** (13) **U**  
(51) МПК (2006)  
**G01N 33/02**  
**C07D 307/62** (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

### (54) СПОСІБ ТЕСТОВОГО ВИЗНАЧЕННЯ АСКОРБІНОВОЇ КИСЛОТИ У ФРУКТОВИХ СОКАХ

1

(21) u200606114  
(22) 02.06.2006  
(24) 15.12.2006  
(46) 15.12.2006, Бюл. № 12, 2006 р.  
(72) Запорожець Ольга Антонівна, Зінко Ліонель  
Степанівна, Качан Ігор Анатолійович  
(73) КИЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
ІМЕНІ ТАРАСА ШЕВЧЕНКА

2

(57) Спосіб тестового визначення аскорбінової кислоти у фруктових соках, що включає обробку сорбенту соком з наступним порівнянням забарвлення сорбенту з кольоровою тест-шкалою, який **відрізняється** тим, що як сорбент використовують силікагель, модифікований послідовною адсорбцією люцигеніну та молібдофосфорної гетерополікислоти.

Корисна модель відноситься до аналітичної хімії та стосується способу тестового визначення аскорбінової кислоти і може бути використана при аналізі фруктових соків.

В цій галузі прийнято використовувати такі терміни і скорочення:

СГ - силікагель.

МВ - межа виявлення.

ГПК - гетерополікислота.

ТСФ - твердофазна спектрофотометрія.

Для тест-визначення аскорбінової кислоти у соках запропоновані тест-смужки Merckquant [Merckquant. E.Merck. Darmstadt.2000], індикаторний папір на основі молібдофосфорної гетерополікислоти та феруму (III) [А.с. №224488 ЧССР, МКИ G01N31/22. Індикаторний папір для визначення аскорбінової кислоти [Svoboda V., Pulkrabkova J. - N PV 5325-81. Заявл. 10.07.81; Опубл. 15.02.86] та індикаторні трубки на основі іонного асоціату аніону трийодиду з тіазиновими барвниками [Марченко Д.Ю., Моросанова Е.И., Кузьмин Н.М., Золотов Ю.А. Индикаторные трубки для определения восстановителей в растворе //Журн. аналит. хим.-1997.- Т.52, №12.- С.1287-1291]. Недоліками використання тест-смужок, індикаторних паперів та трубок є недостатня чутливість. Діапазони шкал лежать у межах, мг/л: 50 - 2000, 50 - 600, 17 - 160, відповідно.

Найбільш близьким за технічною сутністю та результатом, що досягається, є метод візуального тест-визначення аскорбінової кислоти у соці, в основі якого лежить обробка ксерогелю силіцієвої кислоти, модифікованого реактивом Вавеле (су-

міш молібдофосфорних кислот 12-го та 18-го рядів) та купрумом (II), розчином проби [Моросанова Е.И., Резникова Е.А., Великородный А.А. Индикаторные порошки на основе модифицированных ксерогелей для твердофазно-спектрофотометрического и тест-определения аскорбиновой кислоты и гидразинов //Журн. аналит. хим.-2001.- Т.56, №2. -С.195-200]. Мінімальна визначувана концентрація аскорбінової кислоти становить 10мг/л, час аналізу - 10хв. Визначенню не заважають іони (кратні надлишки): тартрати та цитрати ( $\leq 200$ ), оксалати ( $\leq 500$ ). Застосування цього способу визначення аскорбінової кислоти у соках обмежене недостатньою вибірковістю щодо інших відновників, зокрема сульфіту, вміст яких у фруктових соках може бути значним.

В основу корисної моделі покладено задачу вдосконалення способу візуального тест-визначення аскорбінової кислоти шляхом заміни матриці та модифікатора, що дозволяє підвищити чутливість та вибірковість визначення.

Поставлена задача вирішується тим, що у спосіб визначення аскорбінової кислоти, згідно з корисною моделлю, як сорбент використовують силікагель СГ-60 фірми "Merck". Модифікацію СГ здійснюють послідовною адсорбцією люцигеніну та ГПК з відповідних водних розчинів. Порівнюють забарвлення обробленого розчином проби твердофазного реагенту зі стандартною кольоровою шкалою (тобто візуальним методом). В способі, що заявляється, використовують СГ 60 фірми "Merck".

Оптимальними умовами визначення аскорбінової кислоти є:

(13) **U**  
(11) **19303**  
(19) **UA**

pH3-6, час контактування модифікованого сорбенту з розчином аскорбінової кислоти - 10хв., співвідношення об'єму проби до маси сорбенту -  $\leq 10\text{мл/г}$ .

Тест-шкала дозволяє проводити визначення аскорбінової кислоти в соках у діапазоні концентрацій 5-140мг/л. В цих концентраційних межах забарвлення сорбенту змінюється від жовтого до жовто-зеленого.

Визначенню не заважають (кратні кількості): цитрати, тартрати, оксалати, хлориди, сульфати ( $\leq 500$ ), глюкоза ( $\leq 250$ ), купрум (II) та ферум (III) ( $\leq 0,05$ ).

Таким чином, суттєвими ознаками запропонованого способу є те, що визначення проводиться із застосуванням силікагелю СГ 60 фірми "Merck", модифікованого послідовною адсорбцією люцигенину та молібдофосфорної ГПК, як аналітичний відгук використовують забарвлення сорбенту.

Приклад 1. Модифікація СГ:

СГ, модифікований люцигенином, з ємністю за реагентом 5мкмоль/г, отримували наступним чином: наважку сорбенту ( $1,000 \pm 0,001\text{г}$ ) перемішували впродовж 10хв. з 250мл 13мМ водного розчину люцигенину. Після декантування СГ обробляли розчином, що містить 0,3мМ калію дигідрофосфату, 0,15мМ сульфатної кислоти та 0,5мМ амонію молібдату. Сорбент відокремлювали декантуванням, висушували при кімнатній температурі та зберігали в темній склянці з притертим корком в сухому темному місці.

Приклад 2. Отримання кольорової тест-шкали.

Для отримання кольорової тест-шкали готували розчини з концентраціями аскорбінової кислоти 0; 5; 15; 70; 140мг/л. До аліквотної частини розчину (1мл) додавали наважки модифікованих сорбентів масою  $0,100 \pm 0,001\text{г}$  та перемішували впродовж 10хв. Отримані сорбенти відокремлювали декантуванням, промивали дистильованою водою, вміщували у скляні кювети. Набір кювет із забарвленими у різний колір сорбентами використовували як кольорову шкалу.

Приклади 3-5. Визначення аскорбінової кислоти у стандартних розчинах.

До розчинів об'ємом 1мл з концентраціями аскорбінової кислоти 20; 70; 120мг/л додавали сорбент та виконували всі операції, як описано у прикладі 2. Вміст аскорбінової кислоти знаходили, порівнюючи забарвлення сорбенту з кольоровою шкалою. Результати визначення наведено в таблиці 1. Відносна похибка визначення аскорбінової кислоти не перевищує 0,30. З даних таблиці 1 ви-

дно, що запропонований спосіб характеризується задовільною точністю та відтворюваністю. Висока чутливість та вибірковість щодо глюкози, аніонів органічної та неорганічної природи дозволяють запропонувати розроблену методику для аналізу фруктових соків.

Таблиця 1

Результати тест-визначення аскорбінової кислоти у стандартних розчинах (I-III) та зразку соку Ананасовий «Вінні» (IV) ( $P=0,95$ ,  $n=10$ )

Приклад №	Зразок	Вміст Asc, мг/л		Sr
		Введено	Знайдено	
3	I	20	$21 \pm 4$	0,29
4	II	70	$69 \pm 14$	0,26
5	III	120	$123 \pm 23$	0,26
6	IV	150*	$145 \pm 25$	0,24

\*Оголошений вміст Asc.

Приклад 6.

Визначення аскорбінової кислоти у фруктовому соці.

В мірну колбу ємністю 25мл відбирали 5мл соку і доводили дистильованою водою до мітки, так, щоб концентрація аскорбінової кислоти в кінцевому об'ємі була у межах 5-140мг/л. До аліквотної частини отриманого розчину (1мл) додавали сорбент та виконували всі операції, як описано у прикладі 2. Вміст аскорбінової кислоти знаходили, порівнюючи забарвлення сорбенту з кольоровою шкалою, як описано в прикладі 2. Наведені у таблиці 1 результати свідчать, що запропонований спосіб може бути успішно використаний для аналізу зразків такого типу.

Практичне застосування способу, що заявляється, дозволяє збільшити чутливість визначення аскорбінової кислоти у 2 рази порівняно з найближчим аналогом (мінімальна визначувана концентрація становить 5мг/л замість 10мг/л у найближчому аналогу), підвищити вибірковість щодо тартрату та цитрату у 2,5 рази (визначенню не заважають  $\leq 500$ -кратний надлишок тартратів та цитратів порівняно з 200-кратним у найближчому аналогу) та позбутися стороннього впливу сульфиту (визначенню не заважає 500-кратний надлишок сульфиту).