



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) UA

(11) 75488

(13) U

(51) МПК

G01N 21/76 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2012 02308**

(22) Дата подання заявки: **27.02.2012**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **10.12.2012**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **10.12.2012, Бюл.№ 23**

(72) Винахідник(и):

**Лебедкова Ольга Сергіївна (UA),
Каніболоцька Людмила Вікторівна (UA),
Шендрик Олександр Миколайович (UA)**

(73) Власник(и):

**ДОНЕЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ,
вул. Університетська, 24, м. Донецьк, 83001
(UA)**

(54) СПОСІБ ХЕМІЛЮМІНЕСЦЕНТНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ПОЛІФЕНОЛЬНИХ СПЛУК ВОДНИХ ЕКСТРАКТІВ ЧАЮ

(57) Реферат:

Спосіб хемілюмінесцентного визначення поліфенольних сполук водних екстрактів чаю включає вимірювання хемілюмінесцентного (ХЛ) світіння при окисненні екстрактів чаю в лужному середовищі. Готують екстракт чаю та вносять до карбонатного буферного розчину з рН 9,2, через який пропускається повітря зі швидкістю 150 мл/с. Далі фіксують параметри кінетичних кривих та визначають кількість фенольних сполук за рівнянням багатопараметрової залежності.

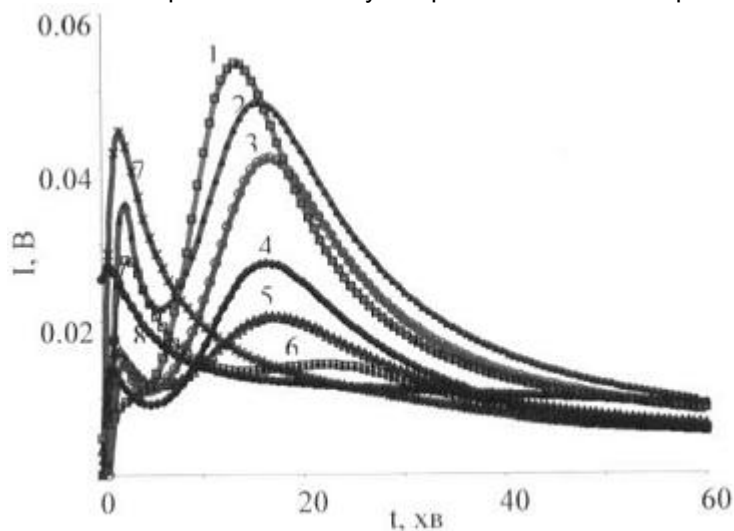


Fig. 1

UA 75488 U

Корисна модель належить до способу визначення поліфенольних сполук (які є антиоксидантами та зумовлюють корисні властивості чаю) екстрактів чаю й може бути використана для дослідження якості іншої рослинної сировини, що містить фенольні антиоксиданти.

Корисні властивості чаю пов'язують з присутніми сполуками фенольної природи (таніни, катехіни, фенолкарбонові кислоти). Незалежно від способу обробки в чаях всіх типів (зелений, чорний тощо) міститься велика кількість поліфенольних сполук, які в водних розчинах можуть окиснюватися в водному середовищі киснем повітря, при цьому спостерігається надслабка хемілюмінесценція (ХЛ), інтенсивність якої залежить від кількості поліфенольних сполук. Таким чином, суттєві ознаки знаходяться у причинно-наслідковому зв'язку з технічним результатом, що досягається.

Відомий спосіб титриметричного визначення поліфенольних сполук чаю, який полягає в тому, що 2,5 г наважки чаю екстрагують 200 см дистильованої води протягом 45 хв. за температури 100 °С, екстракт фільтрують, охолоджують. До аліквоти 10 см³ додають 750 см³ води, 25 см³ індігокарміну та титрують 0,1 моль/дм³ розчином калію перманганату. Точку еквівалентності визначають за переходом синього забарвлення через зелене в золотисто-жовте [1]. Недоліком цього способу є визначення всіх відновлюючих речовин (не тільки поліфенолів), що є у складі чаю, тобто він не є селективним.

Найбільш близьким за технічною суттю та результатом є метод хемілюмінесцентного (ХЛ) визначення антиоксидантів фенольного типу у природних і стічних водах, продуктах харчування, лікарських препаратах, у біологічних об'єктах, який полягає в обробці аналізованої проби люміналом ((0,3-10)·10⁻⁷ моль/дм³) та окиснювачем (калій надсірчаноокислий пероксодисульфат) в лужному середовищі (рН=11-12,5) з подальшим вимірюванням інтенсивності хемілюмінесценції [2]. Світіння, що утворюється в реакції, пов'язане з окисненням люмінолу супероксид аніон-радикалом, який генерується в системі. В даному методі вимірюється падіння інтенсивності хемілюмінесценції при введенні антиоксиданту. Недоліком цього способу є труднощі його застосування до вивчення водних розчинів фенольних сполук у зв'язку з тим, що за лужних умов феноли активно окиснюються, при цьому спостерігається хемілюмінесценція, яка посилює хемілюмінесценцію люмінолу і дані визначення фенолів спотворюються.

В основу корисної моделі поставлена задача створення способу ХЛ визначення поліфенольних сполук водних екстрактів чаю, що дозволяє визначити якість чаю.

Поставлена задача вирішується тим, що в способі хемілюмінесцентного визначення поліфенольних сполук водних екстрактів чаю, який містить вимірювання ХЛ-світіння при окисненні в лужному середовищі екстрактів чаю, згідно з корисною моделлю, готуються екстракти чаю, які додаються до карбонатного буферного розчину з рН=9,2, через який пропускається повітря зі швидкістю 150 мл/с, фіксують параметри кінетичних кривих та визначають кількість фенольних сполук за рівнянням багатопараметрової залежності:

$$C = -0,00645 + 0,251I_2 + 0,13268 \cdot I_2 + 0,000434t_1.$$

де I_1 і I_2 - інтенсивність першого та другого максимумів ХЛ, V , t_1 - час першого максимуму, хв.

Приклад конкретного виконання.

Екстракцію чайної сировини здійснюють у наступний спосіб. Чайну сировину розтирають у ступці до порошкоподібного стану, відбирають 0,5000 г чаю та додають 25 см³ бідистильованої води, нагрітої до 100 °С, суміш залишають на 5 хв., після чого проводять фільтрування настоїв крізь паперовий фільтр.

Екстракт чаю в кількості 0,5 см³ додають до 4,5 см³ карбонатного буферного розчину з рН 9,2 (еквімолярна суміш 0,1 моль/дм³ розчинів Na₂CO₃ і NaHCO₃ ("ч.д.а.")). В цих умовах поліфенольні сполуки чаю легко окиснюються киснем повітря. Крізь реакційну суміш пропускається повітря зі швидкістю 150 мл/с. Швидкість пропускання повітря підбирають таким чином, щоб забезпечити перебіг реакції в кінетичному режимі.

Дослідження ХЛ проводять при 303 К та атмосферному тиску. У роботі використовують хемілюмінесцентну установку з цифровою обробкою сигналу за допомогою аналого-цифрового перетворювача (наприклад аналого-цифровий перетворювач L-305 фірми "LCARD", Росія, пакет програм "Power Graph"). Принципова схема ХЛ-установки включає комп'ютер - ЕВМ, аналого-цифровий перетворювач - АЦП, електрометричний підсилювач - ЕМП, високостабілізоване джерело живлення (1200В), фотоелектропомножувач - ФЕУ, реактор, пристрій подачі повітря, термостат.

Отримують кінетичні криві.

На фіг. 1 наведено кінетичні криві хемілюмінесценції в реакції окиснення киснем повітря водних екстрактів чаю (зелені та жовті): "Біла мавпа", Китай (1), "Тумани Хуанг Шаня", Китай (2),

"Лазурний розсип", Китай (3), Трінфілд Flying Dragon", Цейлон (4), "Мономах" (зелений), Цейлон (5), "Хейліс", Цейлон (6), "Принцеса Ява", Цейлон (7), "Едвін", Цейлон (зелений) (8).

На фіг.2 наведено кінетичні криві хемілюмінесценції в реакції окиснення киснем повітря водних екстрактів чаю (чорні та червоні): "Дарджелінг", Індія (1), "Акбар", Цейлон (2), "Сонячна долина", Китай (3), "Формоза", Тайвань (4).

Фіксують максимуми ХЛ (інтенсивність у В та час настання в хв.). Визначають концентрацію неокиснених фенолів (в моль/л) за рівнянням багатопараметрової залежності концентрації галової кислоти (ГК) (модельна сполука поліфенолів чаю, яку використовують як еталон) від інтенсивності максимумів ХЛ та часу:

$$C = -0,00645 + 0,25122 \cdot I_1 + 0,13268 \cdot I_2 + 0,0004343t_1,$$

де I_1 і I_2 - інтенсивність першого та другого максимумів ХЛ, В, t_1 - час першого максимуму, хв., $R=0,9$.

Ця можливість базується на дослідженнях ХЛ при окисненні екстрактів чаю. При додаванні до екстрактів чаю аскорбінової кислоти виникає період індукції. Величина, зворотна часу індукції, прямо пропорційна швидкості зародження радикалів та пов'язана з концентрацією поліфенолів чаю. Ця величина також корелює з параметрами ХЛ-кривих окиснення екстрактів чаю:

$$1/t = 0,003418 + 1,3618 \cdot I_1 + 0,2270 \cdot I_2 + 0,01243 \cdot t_1 + 0,00374 \cdot t_2,$$

де I_1 і I_2 - інтенсивність першого та другого максимумів ХЛ, t_1 та t_2 - час першого та другого максимумів, $R^2=0,9658$.

На фіг. 3 приведено графік відповідності між експериментальними та тими, які розраховано за рівнянням.

Технічним результатом є створення багатопараметрової кореляційної залежності для визначення вмісту поліфенолів в водних екстрактах чаю, що дозволяє визначити якість чаю.

Джерела інформації, використані при складанні заявки:

1. Чай. Методы определения содержания танина и кофеина: ГОСТ 19885-74. - [Действующий с. 1975-01-07]. Межгосударственный стандарт. - С. 101-104.

2. Пат. 17855 Україна, МПК G01N 21/76, G01N 33/00. Спосіб визначення антиоксидантів / Калініченко І.О., Шевченко І.М., Бакай Е.А., Сенчик Н.І.; заявник та правовласник Науковий та інженерно-технологічний центр біотехнологічних систем «Сонар» НАН України, Інститут колоїдної хімії та хімії води ім. А.В. Думанського НАН України. - № 96051935; заявл. 17.05.1996, опубл. 03.06.1997, Бюл. № 0/1997. (прототип).

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб хемілюмінесцентного визначення поліфенольних сполук водних екстрактів чаю, що включає вимірювання хемілюмінесцентного (ХЛ) світіння при окисненні екстрактів чаю в лужному середовищі, який відрізняється тим, що готують екстракт чаю та вносять до карбонатного буферного розчину з рН 9,2, через який пропускається повітря зі швидкістю 150 мл/с, фіксують параметри кінетичних кривих та визначають кількість фенольних сполук за рівнянням багатопараметрової залежності:

$$C = -0,00645 + 0,25122 \cdot I_1 + 0,13268 \cdot I_2 + 0,0004343t_1,$$

де I_1 і I_2 - інтенсивність першого та другого максимумів ХЛ, В, t_1 - час першого максимуму, хв.

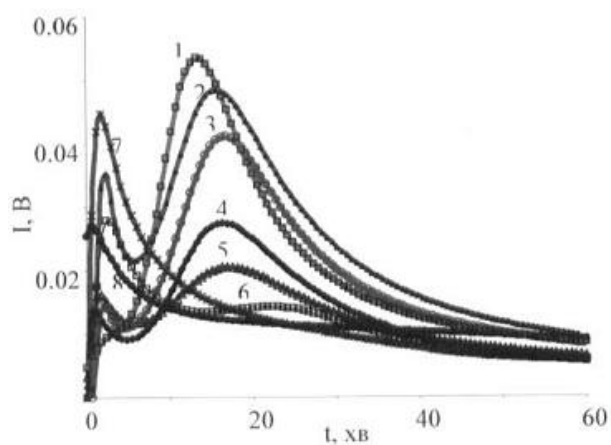


Fig. 1

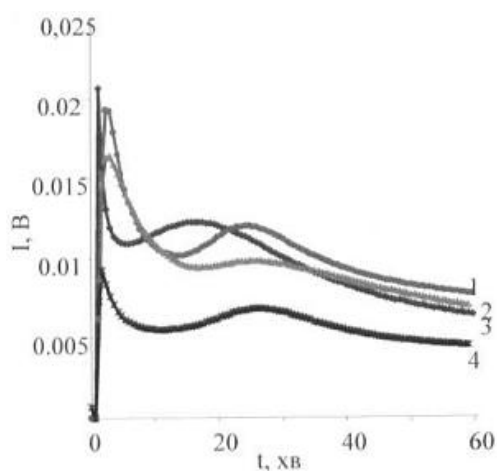


Fig. 2

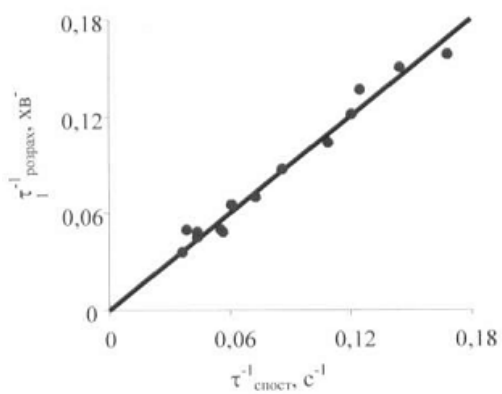


Fig. 3

Комп'ютерна верстка Д. Шеверун

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601