



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **97577** (13) **U**
(51) МПК (2015.01)
G01N 33/00

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

| | |
|--|--|
| (21) Номер заявки: u 2014 09873 | (72) Винахідник(и): Бельтюкова Світлана Вадимівна (UA), Лівенцова Олена Олегівна (UA), Малинка Олена Валентинівна (UA) |
| (22) Дата подання заявки: 08.09.2014 | |
| (24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 25.03.2015 | (73) Власник(и): ОДЕСЬКА НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ, вул. Канатна, 112, м. Одеса, 65039 (UA) |
| (46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.03.2015, Бюл.№ 6 | |

(54) СПОСІБ ТЕСТ-ВИЗНАЧЕННЯ ЛАУРИЛГЛУТАМІНОВОЇ КИСЛОТИ

(57) Реферат:

Спосіб кількісного тест-визначення лаурилглутамінової кислоти включає приготування проби, взаємодію її з хімічними реагентами у розчині та вимірювання аналітичного сигналу. Пробу піддають взаємодії зі стандартними розчинами хлориду тербію та ципрофлоксацину при рН 6,9-7,0, а комплекс, що утворився, відокремлюють на силікагелі з водного розчину.

UA 97577 U

Корисна модель належить до аналітичної хімії, а саме до люмінесцентного визначення аніонної поверхнево-активної речовини (ПАР) - лаурилглутамінової кислоти (ЛГК) у миючих засобах.

Відомий спосіб визначення аніонної поверхнево-активної речовини - лаурилсульфату натрію фотоелектроколориметричним методом [див. Абрамзон А.А., Зайченко Л.П., Файнгольд С.Н. Поверхностно-активные вещества. - Л.: Химия, 1988-200 с.].

Спосіб заснований на здатності лаурилсульфату натрію утворювати забарвлені комплекси з іонами органічного барвника нейтрального червоного, подальшому екстрагуванні комплексу органічним розчинником і фотометрування екстракту. При цьому до 5 мл розчину, що містить 0,02-0,5 мг поверхнево-активної речовини, додають 1 мл буферного розчину (рН = 5), струшують суміш 1 хв з 2 мл 0,01 моль/л розчину індикатора нейтрального червоного, додають 10 мл дихлоретану і знову струшують. Після центрифугування шар дихлоретану відокремлюють і фотометрують при $\lambda = 530$ нм. Відомий спосіб передбачає використання як екстрагента токсичного розчинника - дихлоретану.

Найбільш близьким до способу, що заявляється, є спосіб визначення аніонно-поверхневих речовин у твердих речовинах або водних розчинах аніонно-активних речовин методом прямого двофазного титрування [див. Межгосударственный стандарт. ГОСТ 28954-91 (ИСО 2271-89). Вещества поверхностно-активные и средства моющие. Определение содержания анионоактивного вещества методом прямого двухфазного титрования вручную или механическим путём. - Введ. 29.03.91. - М.: ИПК Издательство стандартов, 2004.-6 с.].

Спосіб передбачає розчинення проби у воді, додавання декілька крапель розчину фенолфталеїну і нейтралізацію розчином гідроксиду натрію до утворення слабо-рожевого забарвлення. Далі розчин кількісно переносять у мірну колбу ємністю 1000 мл і додають воду до мітки, ретельно перемішують і переносять піпеткою 25 мл цього розчину в градуйовану склянку або в колбу для титрування. Додають 10 мл води, 15 мл хлороформу і 10 мл індикатора (суміш кислотного синього 1 і дімідіуму броміду). Титрують розчином бензотоніуму хлориду до зникнення рожевого забарвлення шару хлороформу і появи сіро-блакитного забарвлення.

Спосіб забезпечує чутливість визначення препарату - 0,1 мкг/мл.

Дане рішення вибрано як найближчий аналог.

Найближчий аналог збігається з корисною моделлю, що заявляється, у тому, що включає такі операції:

- приготування проби,
- взаємодія проби з хімічним реагентом у розчині,
- вимірювання аналітичного сигналу.

Але, у способі за найближчим аналогом використовують метод прямого двофазного титрування, що включає застосування дорогих і рідкісних реагентів - індикатор дімідіум бромід та титрант бензотоніум хлорид, і токсичного розчинника - хлороформу. Крім того, реагенти, які використовують, потребують попередньої підготовки до роботи, а у випадку бензотоніуму хлориду встановлення його концентрації методом неводного титрування. Для приготування розчину бензотоніуму хлориду його попередньо висушують при температурі 105 °С, охолоджують в ексікаторі, зважують з точністю до третього десяткового знака і розчиняють у воді. Точну концентрацію бензотоніуму хлориду визначають титруванням натрію тіосульфатом у водно-хлороформному розчині у присутності суміші індикаторів - кислотного синього 1 і дімідіуму броміду. Це значно ускладнює аналіз.

В основу корисної моделі поставлено задачу створити спосіб тест-визначення лаурилглутамінової кислоти, в якому за рахунок заміни реагентів забезпечити доступність усіх реагентів, простоту та експресність визначення лаурилглутамінової кислоти, виключення використання органічного розчинника - хлороформу.

Поставлена задача вирішується у способі тест-визначення лаурилглутамінової кислоти, який включає приготування проби, взаємодію її з хімічними реагентами у розчині та вимірювання аналітичного сигналу згідно з корисною моделлю пробу піддають взаємодії зі стандартними розчинами хлориду тербію (III) та ципрофлоксацину (ЦФ) при рН 6,9-7,0 та відокремлюють утворений комплекс на силікагелі з водного розчину.

Новим у корисній моделі, що заявляється є використання твердофазної сенсibiliзованої люмінесценції іону тербію у комплексі з ципрофлоксацином в присутності лаурилглутамінової кислоти на силікагелі.

Причинно-наслідковий зв'язок між сукупністю ознак, що заявляються і досягнутим результатом можна пояснити наступним.

Спрощення аналізу і виключення використання органічного розчинника стало можливим завдяки наступним прийомам.

1. Застосування реакції взаємодії іонів тербію (III) з ципрофлоксацином (ЦФ) у водному розчині. Завдяки цьому виникає сенсibilізована люмінесценція іону тербію (III) внаслідок внутрішньомолекулярної передачі енергії збудження від ліганду (ципрофлоксацина) на іон тербію.

Наявність в системі лаурилглутамінової кислоти надає можливості досягнути підвищення інтенсивності люмінесценції іону тербію (III). Згідно літературним даним [Штыков С.Н., Калашникова Н.В., Смирнова Т.Д., Жмеричкин Д.А. Флуориметрический метод определения норфлоксацина, основанный на явлении переноса энергии. Химия и хим. технология. - 2006. - Т. 49, № 7. - С. 27-30] комплексні сполуки можуть фіксуватися на міцелах ПАР за рахунок поверхневої солюбілізації. За результатами цих процесів знижується степінь беземісійної дезактивації енергії збудження в комплексі за рахунок зростання жорсткості його структури. Крім того, в комплексних сполуках поверхнево - активні речовини можуть брати участь у процесах переносу енергії збудження до іону лантаніду. Внаслідок цих процесів спостерігається зростання інтенсивності люмінесценції іону тербію (III).

2. Застосування сорбції комплексу тербію (III) з ципрофлоксацином та ЛГК на силікагель. Застосування такого прийому дозволяє виключити використання органічного розчинника - хлороформу. Сенсibilізована люмінесценція іона тербію (III) в комплексі з ципрофлоксацином та ЛГК на силікагелі значно посилюється внаслідок дегідратації утвореного комплексу у твердій фазі сорбенту і тим самим сприяє зменшенню безвипромінюваних втрат енергії збудження. Збільшення інтенсивності люмінесценції ($I_{\text{люм}}$) сорбату сприяє зниженню межі визначення ЛГК. Використання такого прийому дозволяє також проводити тест-визначення лаурилглутамінової кислоти.

3. Застосування тест-визначення лаурилглутамінової кислоти у фазі сорбату дозволяє виключити приготування розчинів для градувального графіка для кожного визначення, що скорочує час проведення аналізу.

Люмінесценція сорбату комплексу тербію (III) з ципрофлоксацином у міцелярному розчині лаурилглутамінової кислоти відбувається в інтервалі рН 3,0-10, максимум люмінесценції спостерігається при рН 6,9-7,0 (Фіг. 1 Залежність $I_{\text{люм}}$ сорбатів комплексів Tb (III) з ЦФ у присутності ЛГК від рН середовища ($C_{\text{Tb(III)}}=1 \cdot 10^{-4}$ моль/л, $C_{\text{ЦФ}}=2 \cdot 10^{-4}$ моль/л, $C_{\text{ЛГК}}=5 \cdot 10^{-4}$ моль/л). В запропонованому способі для створення рН розчину, з якого ведеться сорбція (6,9-7,0), використовується розчин уротропіну (0,4 мл 40 %-го розчину).

У спектрі люмінесценції сорбату комплексу, найбільш інтенсивною є смуга Tb (III), відповідна найчутливішому переходу (НЧП) $^5D_4 \rightarrow ^7F_5$ ($\lambda=545$ нм) (Фіг. 2 Спектр люмінесценції сорбату комплексу Tb (III) – ЦФ (1) і Tb (III) – ЦФ у присутності ЛГК (2)).

Інтенсивність люмінесценції сорбату залежить від часу сорбції комплексу. Для отримання максимальної $I_{\text{люм}}$ сорбату достатньо проводити сорбцію протягом 10-15 хв. При подальшому збільшенню часу сорбції $I_{\text{люм}}$ не змінюється.

Вивчення впливу температури і часу висушування сорбату показало, що оптимальна $I_{\text{люм}}$ досягається при висушуванні сорбату протягом 20-25 хв. при температурі 80-90 °С.

Встановлено, що $I_{\text{люм}}$ сорбату збільшується із зростанням концентрації іонів Tb (III) у фазі сорбенту. Однак при цьому значно зростає $I_{\text{люм}}$ "холостої" проби. Найбільша різниця між $I_{\text{люм}}$ сорбату комплексу і "холостої" проби спостерігається при концентрації іонів тербію (III) $1 \cdot 10^{-4}$ моль/л та ципрофлоксацину - $2 \cdot 10^{-4}$ моль/л.

Визначення лаурилглутамінової кислоти проводили у миючих засобах -шампунях.

Приклад 1.

Аліквотну частину проби шампуню "Баланс" з екстрактом меліси (1 мл) розводили дистильованою водою до 10 мл. У три пробірки додавали по 60 мг силікагелю, по 0,3 мл розведеного розчину проби. Потім в усі три пробірки додавали по 0,1 мл розчину хлориду тербію (III) $1 \cdot 10^{-2}$ моль/л, 0,2 мл ципрофлоксацину $1 \cdot 10^{-2}$ моль/л, 0,4 мл розчину уротропіну 40 %-ного і дистильовану воду до 10 мл. Сорбцію проводили при перемішуванні протягом 15 хвилин. Потім сорбент відфільтровували та висушували при температурі 90 °С протягом 10 хвилин. Люмінесценцію комплексу збуджували при $\lambda_{\text{збуд.}} = 365$ нм. Вміст ЛГК у шампуні визначали візуально, порівнюючи $I_{\text{люм}}$ сорбату Tb (III) ($\lambda_{\text{випр.}} = 545$ нм) (зелене світіння) з еталонними зразками. Межа виявлення ЛГК, яка розрахована по 36 критерію становить $1 \cdot 10^{-6}$ моль/л.

В аналізованому зразку шампуня "Баланс" виявлено 0,58 мг/мл ЛГК.

Приклад 2

Аліквотну частину проби шампуню "Giovanni" (1 мл) розводили дистильованою водою до 10 мл. Далі аналіз проводили, як наведено у прикладі 1.

У зразку шампуню "Giovanni" виявлено 0,57 мг/мл ЛГК.

Результати визначення лаурилглутамінової кислоти в миючих засобах і перевірка правильності отриманих результатів методом "введено-знайдено" наведені у таблиці. Точність і достовірність визначення перевірена шляхом статистичної обробки результатів визначення. При $n=5$, $P = 0,95$ величина відносного стандартного відхилення S_r складає 4,2-7,1 %.

5

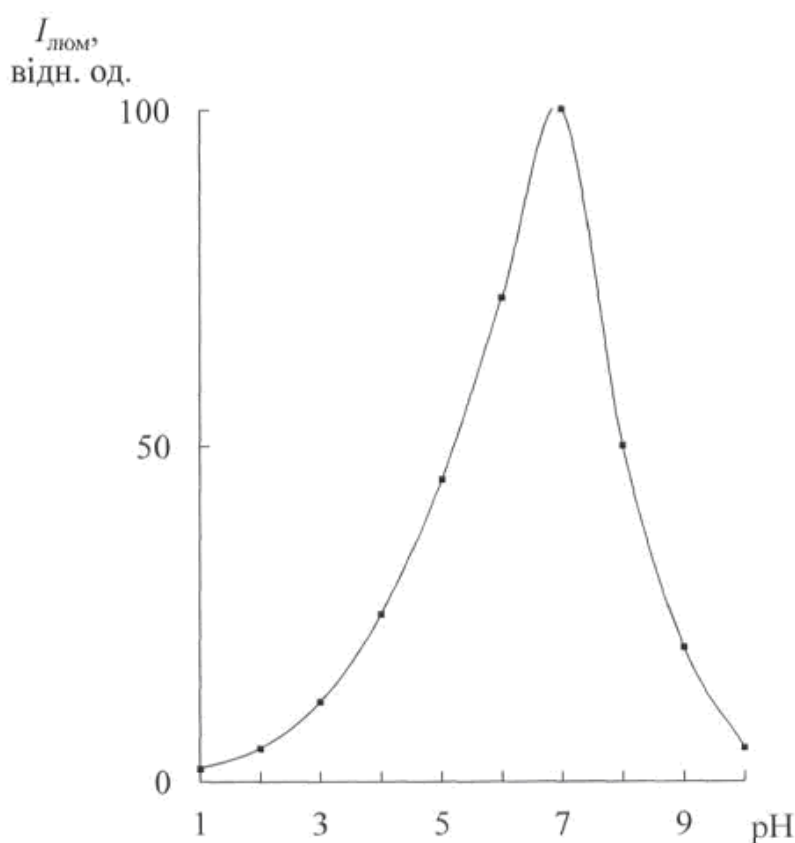
Таблиця

Результати визначення лаурилглутамінової кислоти в миючих засобах методом "введено-знайдено" ($n=5$; $P = 0,95$)

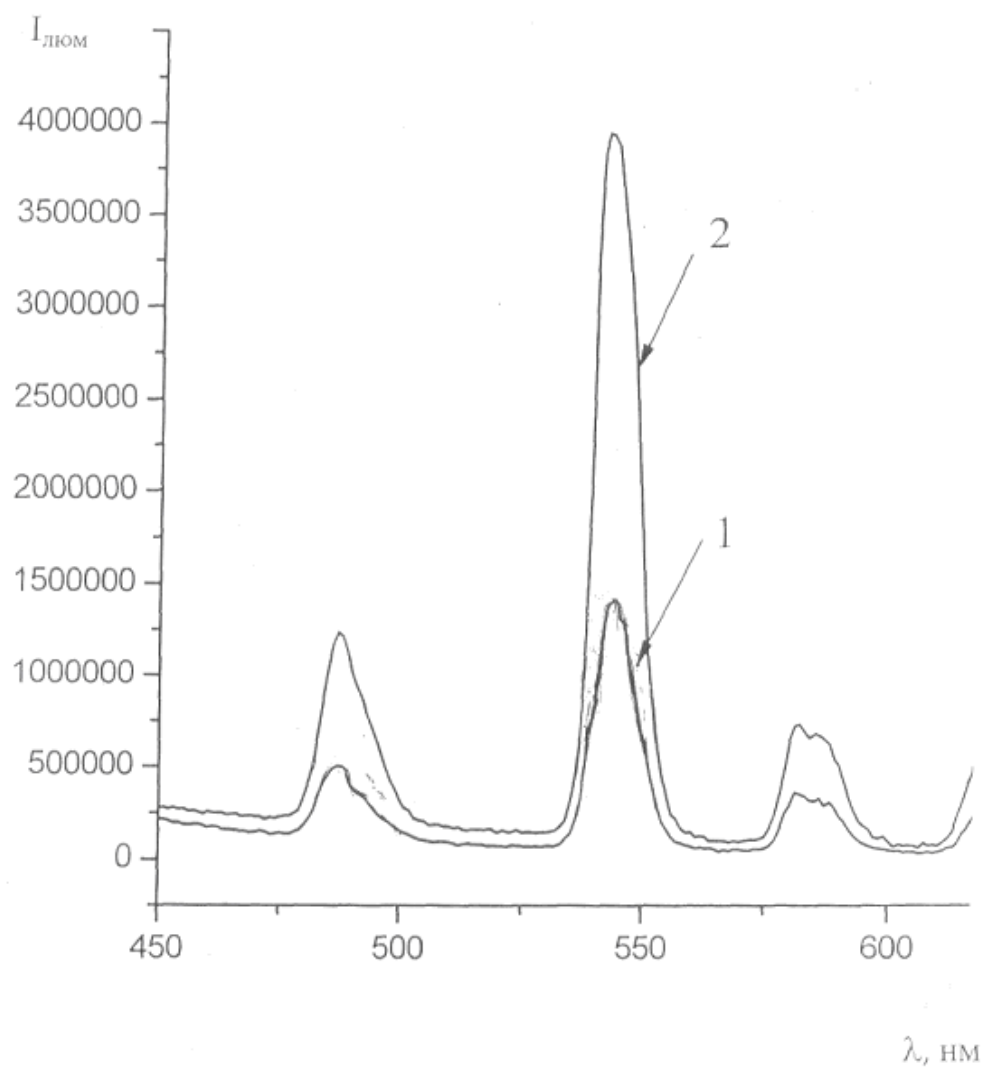
| Об'єкт аналізу (шампунь) | Введено мг/мл | Знайдено в пробі з добавкою (мг/мл) | Знайдено в пробі (мг/мл) | S_r , % |
|--------------------------|---------------|-------------------------------------|--------------------------|-----------|
| "Баланс" | 0,20 | $0,77 \pm 0,040$ | 0,57 | 5,1 |
| | 0,40 | $1,00 \pm 0,070$ | 0,60 | 7,1 |
| "Giovanni" | 0,20 | $0,79 \pm 0,034$ | 0,59 | 4,2 |
| | 0,40 | $0,95 \pm 0,033$ | 0,55 | 3,5 |

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 10 Спосіб кількісного тест-визначення лаурилглутамінової кислоти, який включає приготування проби, взаємодію її з хімічними реагентами у розчині та вимірювання аналітичного сигналу, який **відрізняється** тим, що пробу піддають взаємодії зі стандартними розчинами хлориду тербію та ципрофлоксацину при рН 6,9-7,0, а комплекс, що утворився, відокремлюють на силікагелі з водного розчину.



Фиг. 1



Фіг. 2

Комп'ютерна верстка Л. Ціхановська

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