



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **110349** (13) **U**
(51) МПК (2016.01)
G01N 33/02 (2006.01)
G01N 27/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

<p>(21) Номер заявки: u 2016 02527</p> <p>(22) Дата подання заявки: 15.03.2016</p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 10.10.2016</p> <p>(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.10.2016, Бюл.№ 19</p>	<p>(72) Винахідник(и): Євлаш Вікторія Владленівна (UA), Аксьонова Олена Федорівна (UA), Губський Сергій Михайлович (UA), Железняк Зінаїда Валеріївна (UA), Фоцан Андрій Леонтійович (UA)</p> <p>(73) Власник(и): ХАРКІВСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧУВАННЯ ТА ТОРГІВЛІ, вул. Клочківська, 333, м. Харків, 61051 (UA)</p>
--	---

(54) СПОСІБ ОЦІНКИ ВМІСТУ АСКОРБІНОВОЇ КИСЛОТИ У ХАРЧОВИХ СИСТЕМАХ, ЩО МІСТЯТЬ ГІДРОКОЛОЇДИ

(57) Реферат:

Спосіб оцінки вмісту аскорбінової кислоти у харчових системах, які містять гідроколоїди, включає кулонометричне титрування зразка електрогенованим йодом на платиновому електроді при постійній силі струму, екстрагування АК водою із рослинної сировини або препаратів із рослинної сировини. Процедура кулонометричного титрування АК проводять без попередньої підготовки проб зразків, уникаючи стадій гомогенізації та екстракції.

UA 110349 U

Корисна модель належить до харчової промисловості і може бути використана для оцінки вмісту аскорбінової кислоти в харчових системах, що містять гідроколоїди, зокрема желатину, в тому числі в желейних виробках.

5 Вітамін С або аскорбінова кислота (АК) (гамма-лактон 2,3-дегідро-L-гулонової кислоти) є водорозчинним вітаміном, який не синтезується в організмі людини і надходить лише з продуктами харчування. АК є антиоксидантом з терапевтичними властивостями, які відіграють значну роль в активації імунного захисту, в остеогенезі, в біосинтезі колагену, в запобіганні згортання крові та в інших метаболічних процесах [1].

10 Методи ідентифікації та кількісного визначення вмісту вітаміну С в харчових продуктах та в харчовій сировині є трудомісткою процедурою, пов'язаною із складністю пробопідготовки, через низький вміст АК в досліджуваному об'єкті, її нестійкістю в розчині через окислення. Тому розрахунок кількості АК в готовому харчовому виробі треба проводити не кількісним методом, виходячи з введеної кількості, а використовуючи методами кількісного хімічного аналізу.

15 Для визначення вмісту АК в харчових системах використовують титрометричний метод з 2,6-дихлордифенілндофенолятом натрію або йодатом чи броматом калію; спектрофотометричними, які базуються на визначенні АК в УФ області під час її реакції з йодом; також застосовуються хемілюмінесценція або флуорометричне визначення дигідроаскорбінової кислоти з о-фенілдіаміном. Також використовуються електрохімічні методи, а саме вольтамперометрія, пряма потенціометрія та кулонометрія. Хроматографічні методи
20 забезпечують більш точні та чутливі результати, особливо з використанням високоефективної рідинної хроматографії з електрохімічним детектуванням. Основними недоліками всіх цих методів є необхідність у складній процедурі пробопідготовки, яка включає стадії гомогенізації зразка та екстракції АК та відсутність принципової можливості визначати вміст АК в реальному об'єкті, минаючи стадію підготовки зразка до аналізу.

25 Відомий спосіб визначення вмісту АК у продуктах переробки плодів та овочів, який базується на її екстрагуванні кислотою (хлоридною, метафосфатною, сумішшю метафосфатної та оцтової кислот) із наступним титруванням 2,6-дихлордифенілндофенолятом із фіксуванням кінця титрування або візуально до встановлення блідо-рожевого забарвлення або з використанням потенціометру [2].

30 Недоліками цього способу є відсутність можливості визначення вмісту АК в забарвлених розчинах візуально; необхідність у пробопідготовці, в ході якої зразок проходить стадії гомогенізації та екстракції. Крім цього, як екстрагенти використовуються розчини або метафосфорної кислоти, або хлоридної. Перша з яких є дорогим реагентом, а друга входить до списку прекурсорів. Також до недоліків можна віднести той факт, що цей спосіб розраховано на харчову сировину рослинного походження, яка зазвичай не містить високих концентрацій гідроколоїдів, зокрема желатини.

40 Найбільш близьким за технічним рішенням до корисної моделі є спосіб оцінки вмісту АК шляхом кулонометричного титрування зразка електрогенерованим йодом, який утворюється з 0,1М розчину калій йодиду у хлороводневому буферному розчині на платиновому електроді при постійній силі струму, в основі якого є екстрагування АК водою із рослинної сировини або препаратів із рослинної сировини [3].

Недоліком найближчого аналога є необхідність у процедурі досить трудомісткої та тривалої підготовки зразка до аналізу, яка включає гомогенізацію рослинної сировини із подальшою екстракцією АК водою.

45 В основу корисної моделі поставлено задачу створення способу оцінки вмісту АК у харчових системах, що містять гідроколоїди, зокрема желатину шляхом кулонометричного титрування зразка без проведення процедури попередньої екстракції АК водою або кислотою чи сумішшю кислот, що забезпечує можливість уникнути тривалої процедури пробопідготовки та визначати вміст АК безпосередньо у харчових системах, які містять гідроколоїди, зокрема желатину.

50 Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі оцінки вмісту АК, що включає кулонометричне титрування зразка електрогенерованим йодом на платиновому електроді при постійній силі струму, екстрагування АК водою із рослинної сировини або препаратів із рослинної сировини, згідно з корисною моделлю, процедуру кулонометричного титрування АК проводять без попередньої підготовки проб зразків, уникаючи стадій гомогенізації та екстракції.

55 Відмінність даного способу полягає у тому, що замість трудомісткої пробопідготовки, що включає гомогенізацію та екстракцію АК, було використано спрощену процедуру підготовки зразка до кулонометричного титрування. Реалізація цього способу оцінки вмісту АК дозволяє уникнути тривалої процедури пробопідготовки та визначати вміст АК безпосередньо у харчових системах, що містять гідроколоїди, зокрема желатину.

В загальному вигляді спосіб оцінки вмісту аскорбінової кислоти у харчових системах, що містять гідроколоїди здійснюється наступним чином: підготовку аналізованих проб реалізують шляхом відбору наважки від структурованого продукту із подальшим його нагріванням на водяній бані до температури приблизно 40 °С (що дозволяє перевести зразок до рідкого стану - розплавити), тим самим руйнується просторова сітка утворена гідроколоїдом.

Кулонометрична комірка складається з двох розділених камер - катодної та анодної, ємкістю 10 та 40 мл відповідно, з'єднаних за допомогою скляної мембрани. Як генераторний використовується пластинчатий платиновий електрод з площею приблизно 2 см². Допоміжним електродом виступає графітовий стержневий електрод. Попередню очистку платинових електродів перед вимірами проводять в три етапи шляхом витримування в розчинах при робочому струмі 5 мА: 1) впродовж 5 хвилин в розчину 0,2 М КВг або KI; 2) в розчину концентрованої азотної кислоти (1:1) впродовж 5 хвилин; 3) впродовж 15 хвилин в розчині 0,2 М сульфатної кислоти. Між вимірюваннями електроди зберігають в розчині калій броміду або калію йодиду в залежності від виду дослідження.

Вимірювання проводять при силі струму 1-10мА залежно від концентрації досліджуваного розчину таким чином, щоб час титрування доданої маси зразка знаходився в межах від 150 с до 300 с. В якості джерела стабілізованого струму використовується блок-титратор.

Розчин в комірці перемішують за допомогою електромагнітної мішалки.

Контроль точки кінця титрування здійснюють потенціометричним методом за допомогою пари індикаторних електродів: платинового окисно-відновного та хлорсрібного. ЕРС електрохімічної системи вимірюють іонімом з похибкою 0,1 мВ.

Як титранти використовують бром, який електрогенерується з 0,2М розчину калій броміду в 0,1 М розчині сульфатної кислоти.

Розрахунок концентрації АК g (мкг/г) з експериментальних даних здійснюють за наступною формулою.

$$g = \frac{ItM}{nFm_p}$$

де I - сила струму, А;

t - час електролізу, с;

M - молярна маса досліджуваної речовини, г/моль;

F - стала Фарадея, Кл/моль;

n - кількість електронів у напівреакції окислення титранту,

m_p - маса розчину, г.

Під час визначення часу t враховують час попереднього електролізу генеруючого розчину без проби, що аналізується для того, щоб врахувати вплив домішок в електрогенеруючому розчині. АК під час взаємодії із галогенами, що електрогенеруються у комірці, окиснюється до дигідроаскорбінової кислоти з переносом двох електронів, що відповідає значенню $n=2$ в формулі.

Реалізація способу визначення АК пояснюється наступним прикладом.

ПРИКЛАД 1.

Оцінка вмісту АК у 3 % розчині желатини. В кулонометричну комірку вносимо 40см³ 0,2М розчину калій броміду в 0,2М сульфатній кислоті, після чого додаємо наважку досліджуваного зразка масою 3г та перемішуємо на магнітній мішалці.

Для приготування досліджуваного зразка спочатку готуємо 3 % розчин желатини наступним чином. Зважуємо 1,5г желатини, заливаємо 30 г дистильованої води, після чого залишаємо на 30 хвилин для набухання. Через 30 хвилин на водяній бані при температурі 45 °С розчиняємо желатину. Після охолодження до 35 °С в систему желатина-вода вводимо 1 см³ водного розчину АК, приготованого із розрахунку 50мг АК/1 см³. Після ретельного перемішування масу зразка доводимо масу до 50 г.

Пропускаємо струм 10 мА. Точку, яка відповідає кінцю титрування визначаємо потенціометрично.

Розрахунок концентрації АК, d (мкг/г) з експериментальних даних здійснюють за наступною формулою.

$$g = \frac{ItM}{nFm_p}$$

Технічним результатом реалізації даного способу в заявленій корисній моделі є відсутність необхідності у проведенні процедури пробопідготовки, яка включає гомогенізацію та екстракцію кислотами аскорбінової кислоти; можливість визначення вмісту аскорбінової кислоти

безпосередньо у харчових системах, які містять значні концентрації гідроколоїдів, зокрема желатини.

Джерела інформації:

- 5 1. Kucharski H. Handbook of Vitamin C Research: Daily Requirements, Dietary Sources and Adverse Effects / H. Kucharski, Z. J. - New York: Nova Biomedical Books, 2009. - 415 P.
2. Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения витамина С: ГОСТ 24556-89. - [Действующий с 1990-01-01]. - М.: ИПК Изд-во стандартов, 2003. - 12 с. (Межгосударственный стандарт).
- 10 5. Агапова Н.М. Кулонометрическое определение содержания аскорбиновой кислоты в плодах шиповника / Н.М. Агапова, С.Г. Абдуллина, Р.Ш. Хазиев // Сборник научных тезисов и статей "Здоровье и образование в XXI веке" // 2010 - Т. 12, № 2. - С. 131-132.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 15 Спосіб оцінки вмісту аскорбінової кислоти (АК) у харчових системах, які містять гідроколоїди, що включає кулонометричне титрування зразка електрогенерованим йодом на платиновому електроді при постійній силі струму, екстрагування АК водою із рослинної сировини або препаратів із рослинної сировини, який **відрізняється** тим, що процедуру кулонометричного титрування АК проводять без попередньої підготовки проб зразків, уникаючи стадій гомогенізації та екстракції.
- 20

Комп'ютерна верстка В. Мацело

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

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