



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **95946**

(13) **U**

(51) МПК

G01N 33/02 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки:	u 2014 08574	(72) Винахідник(и):	Бельтюкова Світлана Вадимівна (UA), Малинка Олена Валентинівна (UA), Лівенцова Олена Олегівна (UA)
(22) Дата подання заявки:	28.07.2014	(73) Власник(и):	ОДЕСЬКА НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ, вул. Канатна, 112, м. Одеса, 65039 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель:	12.01.2015		
(46) Публікація відомостей про видачу патенту:	12.01.2015, Бюл.№ 1		

(54) СПОСІБ КІЛЬКІСНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ЛАУРИЛГЛУТАМІНОВОЇ КИСЛОТИ

(57) Реферат:

Спосіб кількісного визначення лаурилглутамінової кислоти включає приготування проби, взаємодію її з хімічними реагентами та вимірювання аналітичного сигналу. Пробу піддають взаємодії зі стандартними розчинами хлориду тербію та ципрофлоксацину.

UA 95946 U

Корисна модель належить до аналітичної хімії, а саме до люмінесцентного визначення аніонної поверхнево-активної речовини - 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 в якості екстрагента токсичного розчинника - дихлоретану.

Найближчим аналогом є спосіб визначення аніонно-поверхневих речовин у твердих речовинах або водних розчинах активних речовин методом прямого двофазного титрування [див. ГОСТ 28954-91 (ИСО 2271-89) Вещества поверхностно-активные и средства моющие. Определение содержания анионоактивного вещества методом прямого двухфазного титрования вручную или механическим путём].

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 димідіума броміду). Титрують розчином бензотоніума хлориду до зникнення рожевого забарвлення шару хлороформу і появи сіро-блакитного забарвлення (найближчий аналог).

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

Найближчий аналог збігається з винаходом, що заявляється у тому, що містить 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 рідких реагентів - індикатор димідіум бромід та титрант бензотоніум хлорид і токсичний розчинник - хлороформ. Крім того, реагенти які використовують потребують попередньої підготовки до роботи, а у випадку бензотоніума хлориду встановлення його концентрації методом неводного титрування. Для приготування розчину бензотоніума хлориду його попередньо висушують при температурі 105 °С, охолоджують в ексікаторі, зважують з точністю до третього десятичного знака і розчиняють у воді. Точну концентрацію бензотоніума хлориду визначають титруванням натрію тіосульфатом у водно-хлороформному розчині у присутності суміші індикаторів - кислотного синього 1 і димідіума броміда. Це значно ускладнює аналіз.

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

Поставлену задачу вирішується тим, що у способі кількісного визначення лаурилглутамінової кислоти, що включає приготування проби для аналізу, взаємодію її з хімічними реагентами у розчині, вимірювання аналітичного сигналу згідно з корисною моделлю, пробу піддають взаємодії зі стандартними розчинами хлориду тербію та ципрофлоксацину при рН 7.0-7,2.

Новим у корисній моделі є використання сенсibilізованої люмінесценції іону тербію у комплексі з ципрофлоксацином в мицелярному розчині лаурилглутамінової кислоти.

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 ліганду (ципрофлоксацину) на іон тербію.

Ципрофлоксацин має в ультрафіолетовій зоні спектру 2 смуги поглинання $\lambda_{\max} = 208\text{нм}$ та $\lambda_{\max} = 283\text{нм}$ ($\epsilon = 8,7 \cdot 10^3$ і $2,7 \cdot 10^4 \text{ дм}^3 \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$ відповідно), що обумовлює ефективне поглинання світлової енергії лігандом. Триплетний рівень ліганду складає 21280см^{-1} . Мабуть, у даному випадку виникає передача енергії збудження на енергетичний рівень тербію $^5\text{D}_4$ (20500см^{-1}).

2. Наявність в системі лаурилглутамінової кислоти надає можливості досягнути підвищення інтенсивності люмінесценції іону тербію (III). Згідно літературним даним [С.Н. Штыков, Н.В. Калашникова, Т.Д. Смирнова, Д.А. Жмеричкин. Флуориметрический метод определения норфлоксацина, основанный на явлении переноса энергии. Химия и хим. технология.-2006.- т.49, В.7.-С.27-30.] комплексні сполуки можуть фіксуватися на міцелах ПАР за рахунок поверхневої солюбілізації. За результатами цих процесів знижується ступінь 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 (Фіг. 1) іону тербію(III).

Люмінесценція комплексу тербію з ципрофлоксацином у міцелярному розчині лаурилглутамінової кислоти відбувається в інтервалі рН 3,0-11, максимум люмінесценції спостерігається при рН 7,0-7,2 (Фіг. 2). В пропонуємому способі для створення рН розчину (7,0-7,2) використовується розчин уротропіну (0,2 мл 40 %-го розчину).

Інтенсивність люмінесценції тербію у розчині оптимальна при вмісті іонів тербію $1 \cdot 10^{-4}$ моль/л та ципрофлоксацину- $2 \cdot 10^{-4}$ моль/л (Фіг. 3).

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 0,3 мл розведеного аналізованого розчину, у дві з них додавали стандартний розчин лаурилглутамінової кислоти в такій кількості, щоб $I_{\text{люм}}$ проби зроста в 2 і 3 рази відповідно. Потім в усі три пробірки додавали по 0,1 мл розчину хлориду тербію $1 \cdot 10^{-2}$ моль/л, 0,2 мл ципрофлоксацину $1 \cdot 10^{-2}$ моль/л, 0,2 мл розчину уротропіну 40 %-ного і дистильовану воду до 10 мл. Інтенсивність люмінесценції Tb (III)

вимірювали при $\lambda = 545\text{нм}$ ($\lambda_{\text{збуд}} = 365\text{нм}$). Паралельно готували розчин контрольної проби, яка містила усі компоненти, крім ЛГК. Зміст ЛГК розраховували за формулою методу добавок:

$$C_x = \frac{I_x}{I_{x+\text{доб}} - I_x} \cdot C_1, \text{ мг / л}, \text{ де:}$$

C_x - концентрація ЛГК у миючому засобі, мг/л;

C_1 - концентрація стандартного розчину ЛГК (добавка), мг/л;

I_x - інтенсивність люмінесценції проби, яку аналізують;

$I_{x+\text{доб}}$ - інтенсивність люмінесценції проби з добавкою стандартного розчину ЛГК.

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

Приклад 2.

Аліквотну частину проби шампуню "Giovanni" (1 мл) розбавляли 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 складає 4,2-7,1 %.

Результати визначення лаурилглутамінової кислоти в миючих засобах ($n = 5$; $P = 0,95$)

Таблиця

Об'єкт аналізу (шампунь)	Введено мг/мл	Знайдено в пробі з добавкою (мг/мл)	Знайдено в пробі (мг/мл)	Sr, %
«Баланс»	0,20	0,77±0,040	0,57	5,1
	0,40	1,00±0,070	0,60	7,1
«Giovanni»	0,20	0,79±0,034	0,59	4,2
	0,40	0,95±0,033	0,55	3,5

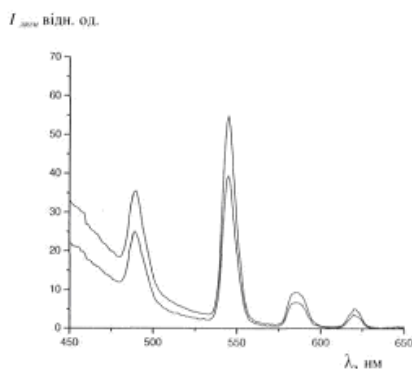
Фіг. 1. Спектр люмінесценції сорбату комплексу Tb(III)-ЦФ і Tb(III)-ЦФ у присутності ЛГК.

Фіг. 2. Залежність $I_{\text{люм}}$ Tb(III) у комплексі з ЦФ у присутності ЛГК від рН середовища; $C_{\text{Tb}} = 1 \cdot 10^{-4}$ моль/л, $C_{\text{ЦФ}} = 2 \cdot 10^{-4}$ моль/л, $C_{\text{ЛГК}} = 5 \cdot 10^{-4}$ моль/л.

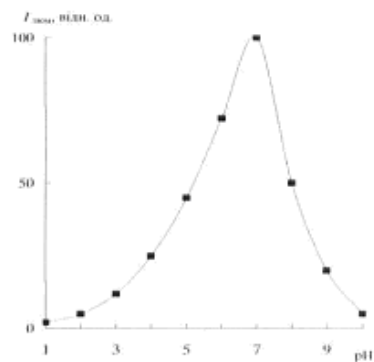
Фіг. 3 Залежність $I_{\text{люм}}$ Tb(III) у комплексі з ЦФ у присутності ЛГК від концентрації ЦФ; $C_{\text{Tb}} = 1 \cdot 10^{-4}$ моль/л, $C_{\text{ЦФ}} = 5 \cdot 10^{-4}$ моль/л.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

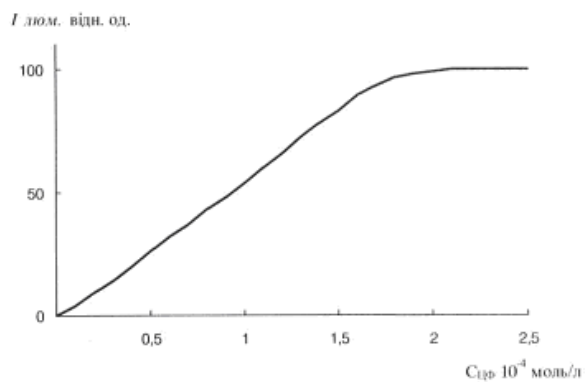
Спосіб кількісного визначення лаурилглютамінової кислоти, що включає приготування проби, взаємодію її з хімічними реагентами та вимірювання аналітичного сигналу, який **відрізняється** тим, що пробу піддають взаємодії зі стандартними розчинами хлориду тербію та ципрофлоксацину при рН 7,0-7,2.



Фіг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3

Комп'ютерна верстка Л. Бурлак

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