



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2010 00356

(22) Data de depozit: 23.04.2010

(41) Data publicării cererii:
28.10.2011 BOPI nr. 10/2011

(71) Solicitant:
• UNIVERSITATEA DIN ORADEA,
STR.UNIVERSITĂȚII NR.1, ORADEA, BH,
RO

(72) Inventatori:
• BUNGĂU SIMONA, STR. N.BELDICEANU
NR.11, ORADEA, BH, RO;

• GAVRIȘ GEORGETA,
STR. STRUGURILOR NR.28, ORADEA, BH,
RO;
• CĂRĂBAN ALINA MARIA,
STR. ALEXANDRU ODOBESCU NR.4,
BL.PB 69, AP.18, ORADEA, BH, RO;
• FODOR ALEXANDRINA, STR. SOFIEI
NR.14C, ORADEA, BH, RO;
• PETREHELE ANDA IOANA GRAȚIELA,
STR. HELIADE RĂDULESCU NR.11,
ORADEA, BH, RO

(54) METODĂ DE DETERMINARE A ACIDULUI ASCORBIC DIN
FRUCTE, ALIMENTE ȘI PRODUSE FARMACEUTICE

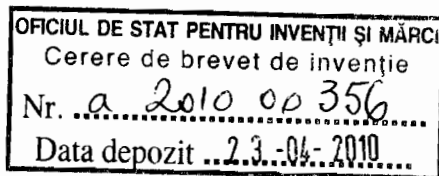
(57) Rezumat:

Invenția se referă la o metodă de determinare a conținutului de acid ascorbic din fructe, alimente și produse farmaceutice. Metoda conform invenției constă din măsurarea timpului de consum a acidului ascorbic, monitorizat într-un sistem de oxido-reducere de tip iodură de potasiu-apă oxigenată-acid ascorbic, în care acidul ascorbic, având rol de agent de captare, reacționează cu iodul conform unei cinetici care permite măsurarea timpului de consum complet al acidului ascorbic cu un milivoltmetru în montaj potențiomtric, în

condiții de aciditate, conversie, concentrație iodură de potasiu, temperatură, forță ionică dată de NaClO_4 , stabilite experimental, realizându-se un grad de recuperare de minimum 99,3% a acidului ascorbic, stabilind limita de detecție a acidului ascorbic la 8×10^{-8} M (14 ug/l) și limita de determinare la 10^{-7} M (18 ug/l).

Revendicări: 1
Figuri: 8





METODĂ DE DETERMINARE A ACIDULUI ASCORBIC DIN FRUCTE, ALIMENTE ȘI PRODUSE FARMACEUTICE

Invenția se referă la o metodă de determinare a acidului ascorbic din fructe, alimente și produse farmaceutice conținând acid ascorbic, întrucât vitamina C existând în natură sub două forme structurale: acidul ascorbic (5R)-5-[(S-1,2-dihydroxietil]-3,4-dihidroxi-2(5H)-furanonă și acidul dihidroascorbic, (acid L-treo-2,3-hexodiulosonic γ -lactonă), compuși biologic activi hidrosolubili, se pune problema determinării rapide și exacte a conținutului de vitamina C, în principal din plante verzi, fructe, alimente și produse farmaceutice, în scopul folosirii acestora cu maximum de beneficii, stocării lor temporare și eficientizării biotehnologiilor de obținere a preparatelor naturale cu un conținut în vitamina C cât mai mare și corect determinat.

Se cunosc diferite metode și procedee de determinare a acidului ascorbic-vitaminaC- din fructe: portocale, mandarine, măcieșe, lămâi, grapefruit, kiwi, roșii, cum sunt metoda titrimetrică sau spectrofotometrică, aplicate unui conținut de acid ascorbic-vitaminaC- cuprins în intervalul de concentrație 3-28mg/100g fruct.

Dezavantajele metodelor cunoscute sunt legate de obținerea unor valori nu totdeauna relevante ale conținutului de acid ascorbic-vitamina C- prezentat în tabelele cu valori alimentare, deoarece zona de proveniență a materialului vegetal, condițiile meteorologice pe perioada de cultură sau perioada recoltării, condițiile de înmagazinare, timpul de păstrare până la realizarea determinărilor, modifică rezultatele conținutului de vitamină C în limite foarte largi, datele prezentate nefiind corecte.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția se referă la o metodă de determinare a conținutului de acid ascorbic-vitamina C din fructe, alimente și produse farmaceutice, denumită în continuare metoda „clock”, cu mijloace tehnice fiabile, sensibile, în timp scurt de lucru la o temperatură optimă de lucru ușor de menținut, uzuală pentru determinările analitice, aplicabilă și la determinarea altor substanțe de interes biochimic cum sunt vitaminele hidrosolubile și aminoacizii.

Metoda „clock” de determinare a conținutului de acid ascorbic-vitamina C- din fructe, alimente și produse farmaceutice, înlătură dezavantajele de mai sus, prin aceea că determinarea cantitativă a conținutului de acid ascorbic-vitamina C-constă în măsurarea timpului de consum al acidului ascorbic pe cale potențiometrică, monitorizat în sistemul de oxido-reducere: iodură de potasiu-apă oxigenată-acid ascorbic, sistem în care acidul ascorbic având rolul de agent de captare reacționează cu iodul după o cinetică și mecanism de reacție cunoscute ce permite măsurarea cu precizie a timpului de consum a acidului ascorbic cu un milivoltmetru în montaj potențiometric, timpul corespunzător atingerii punctului de echivalență la consum complet de acid ascorbic, fiind proporțional cu concentrația acidului ascorbic, în condiții optime determinate experimental, referitoare la aciditate, conversia optimă, concentrația optimă de reactant, iodura de potasiu, temperatura optimă de lucru, forță ionică controlată dată de percloratul de sodiu în intervalul de concentrație $2,95 \times 10^{-2}$ - $9,35 \times 10^{-2}$ M, situație în care timpul de consum al acidului ascorbic a fost același cu a probelor fără perclorat, având o abatere relativă standard în limitele erorilor normale de 0,4 %, la un grad de recuperare R, %, al acidului ascorbic de 99,3-101,0%, pentru sortimentele de fructe și alimente analizate, condiții în care s-a trasat dreapta de calibrare a acidului ascorbic pentru domeniul 4×10^{-5} M- $1,6 \times 10^{-5}$ M, conform recomandărilor IUPAC și s-a formulat ecuația dreptei prelucrate statistic, stabilind limita de detecție a acidului ascorbic la 8×10^{-8} M (14 μg/l), iar limita de determinare la 10^{-7} M (18 μg/l), pentru care, prezența mai multor substanțe existente în fructe sau sucuri ca substanțe organice nu interferează măsurătorile, cu excepția cisteinei, sau a ionilor de metale tranziționale Cu, Pb, Zn, Mo, Mn cu efect catalitic când determinările nu se pot efectua, fapt ce necesită fie trasarea dreptei de calibrare în prezența matricei complexe de ioni, fie mascarea lor cu agent de mascare EDTA 10^{-3} M, pentru ioni de Cu^{2+} 10^{-4} M.

Se dau în continuare exemple de realizare a invenției în legătura cu figurile 1....8 , care reprezintă :

- fig. 1. Schema aparaturii
- fig. 2 Dependența potențial în funcție de timp și maximul curbei derivate $dE/dt=f(t)$
- fig. 3. Influența acidității masei de reacție asupra vitezei de reacție
- fig. 4. Influența acidității asupra vitezei de reacție în cazul $[\text{KI}]_0=6 \times 10^{-4}$ M

- fig. 5. Influența concentrației de iodură de potasiu asupra vitezei de reacție în cazul $[H_2O_2]_0 = 6 \times 10^{-4} M$
- fig. 6. Influența forței ionice
- fig. 7. Dreapta de calibrare pentru acidul ascorbic în condițiile prezentate la mod de lucru
- fig. 8 Comparație între valorile de timp obținute în prezența și absența EDTA

Prin aplicarea metodei conform invenției se obțin următoarele **avantaje**:

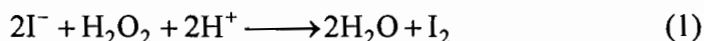
- folosește mijloace tehnice simple, selective, fiabile, de sensibilitate adecvată;
- timp scurt de lucru;
- reactivi ieftini, ușor de obținut;
- temperatură optimă de lucru ușor de menținut, uzuală pentru determinări analitice;
- metoda „clock” se poate aplica și la determinarea conținutului de substanțe biologice active de interes biochimic: vitamine hidrosolubile și aminoacizi;
- metoda „clock” este o metodă rapidă, simplă și folosește aparatură comună;
- măsurătorile au fost utilizate pentru elaborarea unei metode noi, metoda „clock”, de determinare a vitaminei C din: fructe proaspete (citrice, roșie, ardei), pseudofructe de măceș și produse farmaceutice care conțin acidul ascorbic ca substanță activă;
- noua metodă s-a folosit la un studiu statistic asupra conținutului în vitamina C a fructelor de *Capsicum annuum* pentru a demonstra că tabelele cu valori alimentare care prezintă conținutul în acid ascorbic al unor fructe nu sunt întotdeauna relevante;
- dreptele de calibrare și măsurătorile de potențial pot fi realizate și punct cu punct, fără achiziție de date;
- metoda poate fi folosită la determinări ale acidului ascorbic din produse farmaceutice care nu au în componență compuși activi sau aditivi cu caracter reducător care ar putea perturba sistemul redox ales;
- sistemul redox ales corespunde necesităților de determinare a unor substanțe cu rol biologic din alimente și produse de uz farmaceutic;
- evoluția sistemului redox se poate urmări potențiomtric sub control strict al condițiilor de reacție: temperatură, concentrația reactanților;
- prezența ionilor de metale tranziționale se poate înlătura utilizând un agent de mascare comun, cum este EDTA $10^{-3} M$, diferențele între rezultate fiind nesemnificative ;

11

-performanțele analitice ale metodei: limită de detecție, eroare relativă standard pentru serii diferite în cadrul aceleiași determinări, s-au calculat și corespund recomandărilor IUPAC.

Metoda de lucru

Metoda "clock" folosește un sistem de reacții redox de tip iodură de potasiu-apă oxigenată-acid ascorbic, în care acesta din urmă joacă rol de agent de captare. În mediu acid are loc reacția relativ lentă între H_2O_2 și I^- , cu formarea de I_2 .

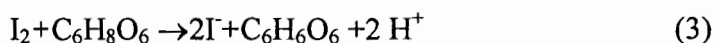


Cinetica și mecanismul acesteia sunt cunoscute, legea de viteză fiind

$$-\frac{d[H_2O_2]}{dt} = k_1[H_2O_2][I^-] + k_2[H_2O_2][H^+][I^-] \quad (2)$$

mărimile constantelor de viteză la 25 °C sunt :

$k_1 = 0,69 \pm 0,01 \text{ M}^{-1} \text{ min}^{-1}$ și $k_2 = 10,5 \pm 0,01 \text{ M}^{-2} \text{ min}^{-1}$. Iodul rezultat este consumat pe măsură ce se formează de către acidul ascorbic.



Constanta de viteză caracteristică acestui proces este mare. Apariția iodului nu poate fi sesizată pâna la consumul complet al acidului ascorbic din amestecul de reacție.

Măsurarea timpului de consum a agentului de captare s-a făcut pe cale potențiometrică, conform cu schema aparatului, din fig. 1.

Extragerea acidului ascorbic s-a făcut atât din fructe proaspete, cât și uscate (măceșe), cu ajutorul unei soluții de acid oxalic, solvent frecvent utilizat pentru vitamina C. Materialul vegetal l-au constituit fructele de *Rosa canina*, recoltate în perioada septembrie-octombrie 2001, selecționate manual, care au fost uscate natural, în condiții de laborator și măcinate. Fructele proaspete de citrice au fost analizate în ziua procurării lor.

Probele de acid ascorbic s-au obținut prin extracția din produsul vegetal cu soluție de acid oxalic. Pentru toate fructele analizate, mai puțin măceșul, se iau fructele și se obține un suc, prin stoarcere. 50 g pulpă de fruct se amestecă cu 30 ml acid oxalic 1% și se omogenizează agitând

vasul din 10 în 10 minute, timp de 2-3 secunde, fiind necesară o oră ca timp minim de contact. Apoi se filtrează prin frită Por 160 iar filtratul este centrifugat o oră la 4000 rotații/minut, pentru a separa materiile solide, insolubile. În cazul măceșelor, fructele uscate mărunțite corespunzător se trec prin sită. 5 g de produs vegetal cernut se extrage succesiv de trei ori cu câte 10 ml acid oxalic 1 % și apoi se procedează ca mai sus. Extractul obținut se aduce la balon cotat de 100ml.

Fiecare amestec de reacție a avut un volum total de 25 ml. Ordinea adăugării soluțiilor în vasul de reacție, concentrațiile soluțiilor de bază și cele inițiale ale amestecului sunt prezentate în Tabelul 1. Inițierea reacției s-a făcut prin injectarea rapidă a 0,5 ml soluție de apă oxigenată $3 \cdot 10^{-2}$ M, momentul zero al reacției definindu-se operațional ca fiind cel al injectării rapide a celor 0,5 ml soluție de apă oxigenată.

Tabelul 1

COMPONENȚA AMESTECULUI DE REACȚIE ÎN ORDINEA DE ADĂUGARE

Specia chimică	Volum adăugat (ml)	Concentrația inițială în amestecul de reacție (mol/l)
KI 0,15 M	1	$6 \cdot 10^{-3}$
HClO ₄ $3,75 \cdot 10^{-2}$ M	5	$7,5 \cdot 10^{-3}$
Acid ascorbic $2 \cdot 10^{-3}$ M	Între 0,1 - 2,0	Între $8 \cdot 10^{-6}$ - $1,6 \cdot 10^{-4}$
H ₂ O	Între 18,4 - 16,5	
H ₂ O ₂ $3 \cdot 10^{-2}$ M	0,5	$6 \cdot 10^{-4}$

Evoluția concentrației de iodură s-a făcut prin măsurători potențiometrice. Electrocul redox de măsură constă dintr-o plăcuță de Pt imersată în amestecul de reacție, iar cel de referință, unul de calomel saturat. Procesul s-a urmărit într-un vas termostatat prevăzut cu agitare continuă. Pentru înregistrarea curbelor potențial funcție de timp s-a utilizat un potențiomtru Digitronix DXP-2040 (Seiko) legat prin placa de achiziție de date la un calculator.

În condiții de exces de acid, grad de consum al apei oxigenate mic și datorită refacerii iodurii prin reducerea iodului în procesul (3) viteza de reacție la consumul apei oxigenate este practic constantă. Când acidul ascorbic a reacționat în totalitate, iodul este eliberat. Dependența potențialului în funcție de timp prezintă un punct de inflexiune. Sfârșitul reacției corespunde de fapt cotului ce indică o creștere brusca a potențialului în funcție de timp. Este util să se ia ca punct de terminare a procesului (definit operațional) chiar punctul de inflexiune, căci acesta se determină cu mai multă precizie.

Apariția iodului pe probe fără agent de captare are loc printr-o modificare similară a potențialului. Timpul corespunzător acestui punct de echivalență este proporțional cu concentrația agentului de captare. Acest timp s-a determinat cu precizie din maximul curbei derivate $dE/dt = f(t)$ fig 2. Reprezentarea lui în funcție de concentrația de acid ascorbic este liniară și constituie chiar dreapta de calibrare.

Experimentele efectuate au urmărit influența parametrilor fizico-chimici asupra vitezei de reacție, (timpul de consum) a acidului ascorbic, în vederea stabilirii condițiilor optime de lucru ale metodei conform invenției, denumită metoda „clock”, pentru sistemul redox: iodură de potasiu-apă oxigenată-acid ascorbic, în figurile 2-8.

a) Influența acidității

Aciditatea afectează viteza de reacție a sistemul de reacții redox utilizat, în sistemul de reacții paralele reacția catalizată având o pondere accentuată. Dependența liniară este datorată faptului că reacția este de ordinul unu în raport cu aciditatea. $[H^+]_0$ s-a ales $1,5 \cdot 10^{-3}$ M, valoare convenabilă pentru măsurarea timpului (nici exagerat de lung, nici foarte scurt) fig. 3. Influența acidității asupra vitezei de reacție în cazul $[H_2O_2]_0 = 6 \times 10^{-4}$ M; $[KI]_0 = 6 \times 10^{-3}$ M; $T = 273$ K; $[\text{acid ascorbic}]_0 = 8 \times 10^{-5}$ M

b) Influența conversiei

Dependența timpului de conversie este arătată în fig 4. La conversii mici timpul de consum al acidului ascorbic este prea scurt, ceea ce duce la scăderea sensibilității, iar la cele mari, prea lung, măbind nejustificat durata analizei. Pe de altă parte viteza nu mai poate fi considerată constantă și descompunerea apei oxigenate, un proces lent și nedorit, poate avea loc în timpul analizei. S-a ales ca o valoare convenabilă $X = 0,13$. Influența acidității asupra vitezei de reacție în cazul $[H^+]_0 = 1,5 \times 10^{-3}$ M; $[KI]_0 = 6 \times 10^{-4}$ M; $T = 273$ K; $[\text{acid ascorbic}]_0 = 8 \times 10^{-5}$ M

c) Influența reactantului

Dependența timpului de concentrația de iodură de potasiu este arătată în Figura 5. Dependența este logaritmică, ceea ce sugerează un ordin unu în raport cu iodura, fapt confirmat de altfel de cercetările anterioare. A fost aleasă o concentrație care să fie cu un ordin de mărime mai mare decât cea de apă oxigenată. Influența concentrației de iodură de potasiu asupra vitezei de reacție în cazul $[H_2O_2]_0 = 6 \times 10^{-4}$ M; $T = 273$ K; $[\text{acid ascorbic}]_0 = 8 \times 10^{-5}$ M

d) Influența temperaturii

Se observă o dependență de tip Arrhenius, fig. 6. S-a ales o valoare de 293 K, uzuală pentru determinările analitice, ușor de menținut și care asigură și o sensibilitate corespunzătoare. Influența temperaturii asupra vitezei de reacție în cazul $[H_2O_2]_0 = 6 \times 10^{-4} M$; $[KI]_0 = 6 \times 10^{-3} M$; $T = 273 K$; $[acid\ ascorbic]_0 = 8 \times 10^{-5} M$

e) Influența forței ionice

Influența forței ionice a fost stabilită prin adăugarea unor concentrații crescătoare de $NaClO_4$ (1M). Forța ionică stabilită de substanțe în absența $NaClO_4$ a fost $1,35 \cdot 10^{-2} M$. Prin adăugare de $NaClO_4$ s-au făcut determinări la forțe ionice de $2,95 \cdot 10^{-2} M$, $4,55 \cdot 10^{-2} M$, $5,35 \cdot 10^{-2} M$, $7,35 \cdot 10^{-2} M$, $9,35 \cdot 10^{-2} M$. Timpul de consum al agentului de captare a fost același cu al probelor fără perclorat de sodiu, cu abatere relativă standard în limitele erorilor normale de 0,4 %.

f) Trasarea dreptelor de calibrare

În condițiile alese convenabil, a fost trasată dreaptă de calibrare fig.7 pentru acid ascorbic în domeniul $4 \cdot 10^{-5} M \div 1,6 \cdot 10^{-5} M$. Limitele de detecție s-au estimat conform recomandărilor IUPAC, utilizând relația:

$$t_{ld} = \overline{t_{blanc}} + 3 \cdot Sd_{blanc}$$

unde $\overline{t_{blanc}} = 0.2$ sec și este media măsurătorilor experimentale individuale cu probă oarbă (fără agent de captare), iar $Sd = 0,1$ reprezintă deviația standard de la această medie.

Deviația relativă standard s-a calculat pentru $n=5$ măsurători individuale la concentrații de $8 \cdot 10^{-5} M$ acid ascorbic, obținându-se o valoare de 0,5 %.

Ecuția dreptei prelucrate statistic este următoarea:

$$t = (-1,4 \pm 5,3) + (2,74 \pm 0,18) \cdot 10^7 [C_6H_8O_6]_0$$

Limita de detecție în acest caz a fost stabilită la $8 \cdot 10^{-8} M$ ($14 \mu g/l$), iar limita de determinare, la $10^{-7} M$ ($18 \mu g/l$).

Utilizând condițiile propuse s-au făcut măsurători cu o concentrație de $8 \cdot 10^{-5} M$ acid ascorbic în prezența mai multor substanțe care pot fi prezente în fructe sau sucuri Tabel 2 și care ar putea afecta măsurătorile.

Tabelul 2.

INTERFERENȚII POSIBILI DIN PROBELE DE SUCURI

Aditiv	Raport masic (aditiv : acid ascorbic)	Recuperare (%)
Acid citric	400	99
Acid oxalic	120	101
Acid tartric	400	101
EDTA	200	99
Glucoză	400	98,5
Amidon	500	100
Acid acetil- salicilic	3	101
Cysteină	1	278
Etanol	500	99

După cum se observă din Tabelul 2, majoritatea substanțelor organice, cu excepția cisteinei, nu interferează măsurătorile. Însă în cazul prezenței nedorite a unor urme de ioni ai metalelor tranzitionale (Cu, Pb, Zn, Fe, Mo, Mn etc.) reacția este catalizată și determinările nu se pot efectua. În acest caz se sugerează fie trasarea dreptei de calibrare în prezența matricei complexe de ioni, fie mascarea acestora cu EDTA. Aceasta a fost realizată prin trasarea unei drepte de calibrare pentru acidul ascorbic în prezența EDTA 10^{-3} M și ioni de Cu^{2+} 10^{-4} M. Este evidentă mascarea ionilor de cupru de către EDTA prin faptul că diferențele sunt practic nesemnificative, sistemul nefiind influențat de prezența EDTA.

Se dau în continuare 7 exemple de realizare a invenției, pe probe reale de fructe, în legătură cu schema aparaturii și modulde lucru.

Valorile obținute prin metoda „clock” au fost comparate cu metoda titrimetrică și spectrofotometrică cu 2,6 diclorfenolindofenol. În Tabelul 3 sunt prezentate datele comparative, criteriile chemometrice, cât și recuperarea.

Tabelul 3

CONȚINUTUL ÎN VITAMINA C A UNOR FRUCTE, DATE CHEMOMETRICE ȘI RECUPERAREA

Fruct	Metoda „clock”		Metoda spectrofotometrică		Metoda titrimetrică		R %
	[acid ascorbic] mg/100 g fruct	rsd (n=3) %	[acid ascorbic] mg/100 g fruct	rsd (n=3) %	[acid ascorbic] mg/100 g fruct	rsd (n=5) %	
Grapefruit <i>Citrus decumana</i>	19.6	0.5	19.6	0.3	19.7	1.1	99.4
Mandarina <i>Citrus nobilis</i>	26.75	0.4	26.6	0.4	26.7	1.2	100.2
Portocala <i>Citrus aurantium</i>	28.17	0.8	28.25	0.8	28.2	0.7	99.8
Lămâie <i>Citrus limonum</i>	24.53	0.7	24.4	0.4	24.5	1.7	100.1
Rosie <i>Lycopersycum esculentum</i>	3.0	0.4	3.1	1.0	2.97	1.5	101.0
Kiwi <i>Actinidia chinensis</i>	15.1	0.3	15.2	0.5	15.2	0.8	99.3
Măceș <i>Rosa canina (Cynosbati fructus)</i>	23.33	0.3	23.3	0.3	23.4	0.4	99.7

REVENDICĂRI

1. Metodă de determinare a conținutului de acid ascorbic-vitamina C- din fructe, alimente și produse farmaceutice, **caracterizată prin aceea că** determinarea cantitativă a conținutului de acid ascorbic-vitamina C-din fructe, produse alimentare și farmaceutice, constă în măsurarea timpului de consum al acidului ascorbic pe cale potențiomtrică în sistemul de oxido-reducere : iodură de potasiu-apă oxigenată-acid ascorbic, sistem în care acidul ascorbic având rolul de agent de captare reacționează cu iodul după o cinetică și mecanism de reacție cunoscute ce permite măsurarea cu precizie a timpului de consum a acidului ascorbic cu un milivoltmetru în montaj potențiomtric, până la consumul complet al acestuia din amestecul de reacție, în condiții optime determinate experimental, referitoare la aciditate, $[H^+]_0=1,5 \times 10^{-3}M$, la o conversie convenabilă $X=0,13$, la concentrația optimă de reactant, iodura de potasiu, care este cu un ordin de mărime mai mare decât concentrația de apă oxigenată, la o temperatura optimă de lucru de 293K, la o forță ionică controlată dată de percloratul de potasiu în intervalul de concentrație $2,95 \times 10^{-2}$ - $9,35 \times 10^{-2}$, pentru care timpul de consum al acidului ascorbic a fost același cu al probelor fără perclorat, cu o abatere relativă standard în limitele erorilor normale de 0,4 %, realizându-se un grad de recuperare R, %, al acidului ascorbic de 99,3-101,0% pentru sortimentele de fructe și alimente analizate în condiții real convenabile, pentru care s-a trasat dreapta de calibrare a acidului ascorbic în domeniul $4 \times 10^{-5}M$ - $1,6 \times 10^{-5}M$, conform recomandărilor IUPAC și s-a formulat ecuația dreptei prelucrate statistic, stabilind limita de detecție a acidului ascorbic la $8 \times 10^{-8}M$ (14 μ g/l) și limita de determinare: $10^{-7}M$ (18 μ g/l), iar pentru concentrația de $8 \times 10^{-5}M$ acid ascorbic, prezența mai multor substanțe existente în fructe sau sucuri ca substanțe organice, nu interferează măsurătorile, cu excepția cisteinei sau a ionilor de metale tranziționale Cu, Pb, Zn, Mo, Mn cu efect catalitic când determinările nu se pot efectua, fapt ce necesită fie trasarea dreptei de calibrare în prezența matricei complexe de ioni, fie mascarea lor cu agent de mascare EDTA $10^{-3}M$, pentru ioni de Cu^{2+} $10^{-4}M$.

VITAMINA C1

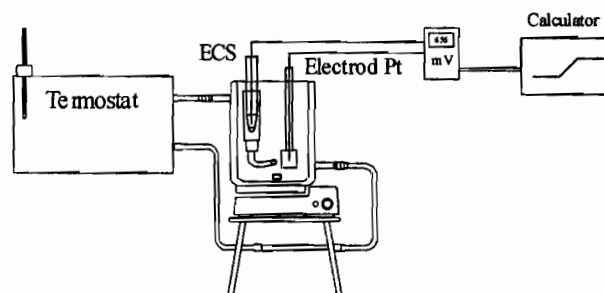


Fig. 1. Schema aparaturii

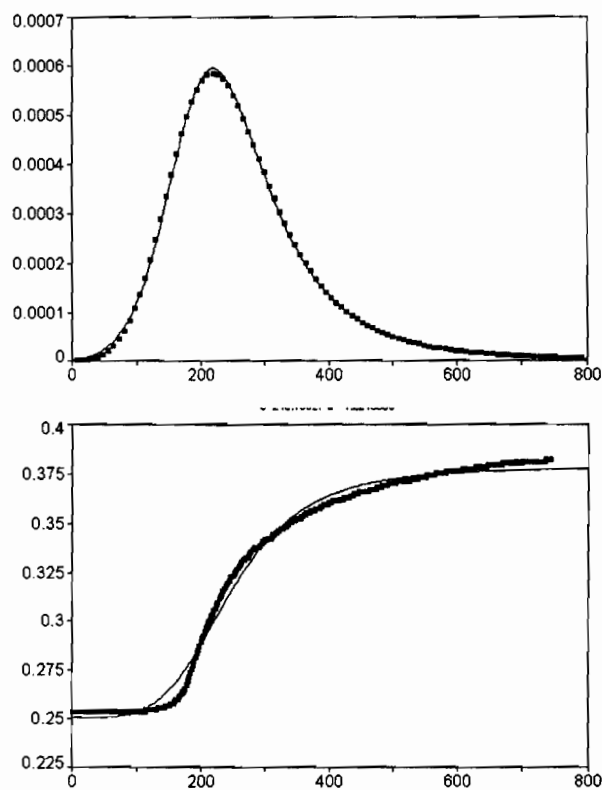


Fig. 2. Dependența potențial în funcție de timp și maximul curbei derivate $dE/dt=f(t)$

VITAMINA C2

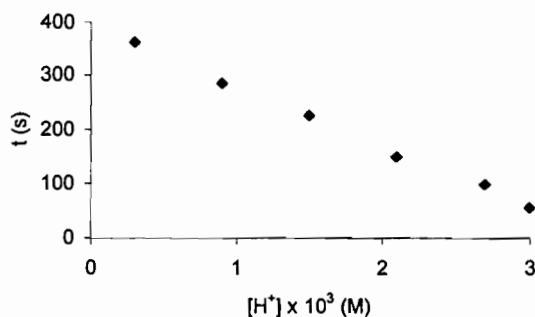


Fig. 3. Influența acidității asupra vitezei de reacție în cazul $[H_2O_2]_0 = 6 \times 10^{-4} \text{ M}$; $[KI]_0 = 6 \times 10^{-3} \text{ M}$; $T = 273 \text{ K}$; $[\text{acid ascorbic}]_0 = 8 \times 10^{-5} \text{ M}$

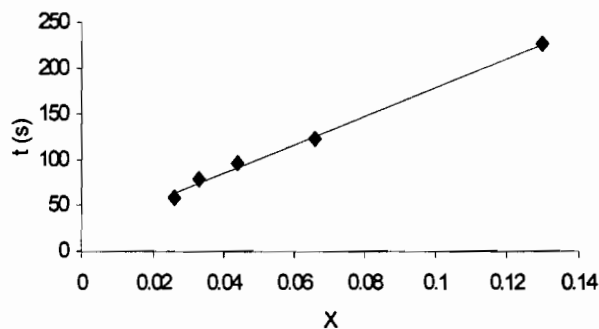


Fig.4 . Influența acidității asupra vitezei de reacție în cazul $[H^+]_0 = 1,5 \times 10^{-3} \text{ M}$; $[KI]_0 = 6 \times 10^{-4} \text{ M}$; $T = 273 \text{ K}$; $[\text{acid ascorbic}]_0 = 8 \times 10^{-5} \text{ M}$

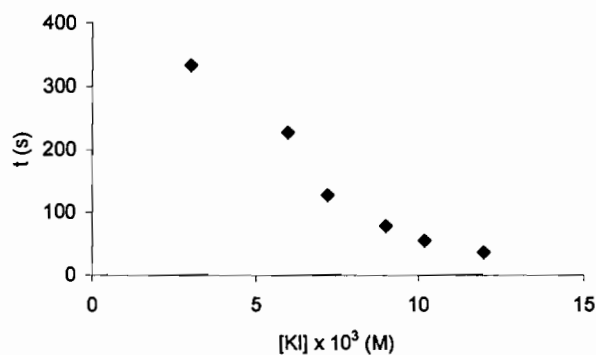


Fig.5 . Influența concentrației de iodură de potasiu asupra vitezei de reacție în cazul $[H_2O_2]_0 = 6 \times 10^{-4} \text{ M}$; $T = 273 \text{ K}$; $[\text{acid ascorbic}]_0 = 8 \times 10^{-5} \text{ M}$

VITAMINA C3

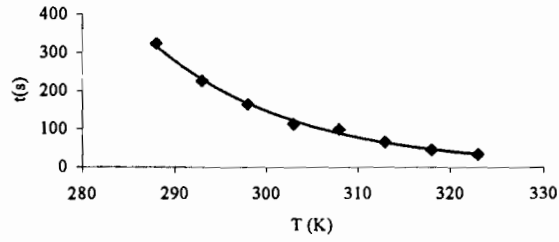


Fig.6. Influența temperaturii asupra vitezei de reacție în cazul $[H_2O_2]_0 = 6 \times 10^{-4} M$; $[KI]_0 = 6 \times 10^{-3} M$; $T = 273 K$; $[acid\ ascorbic]_0 = 8 \times 10^{-5} M$

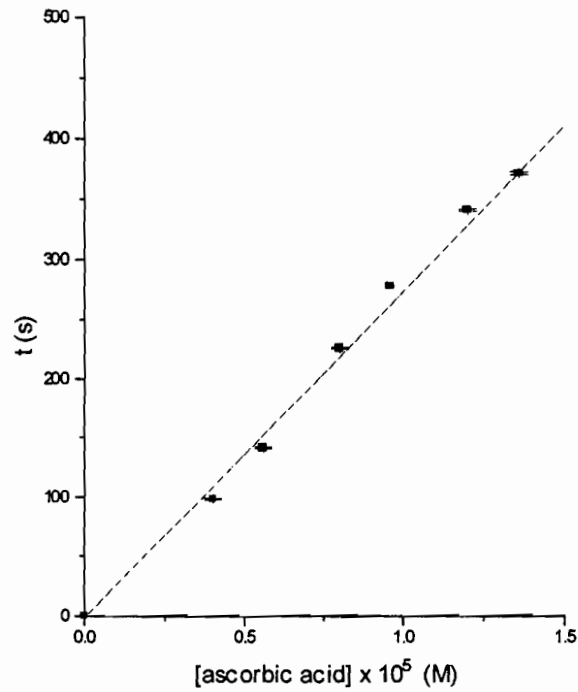


Fig.7. Dreapta de calibrare pentru acidul ascorbic în condițiile prezentate la mod de lucru

VITAMINA C4

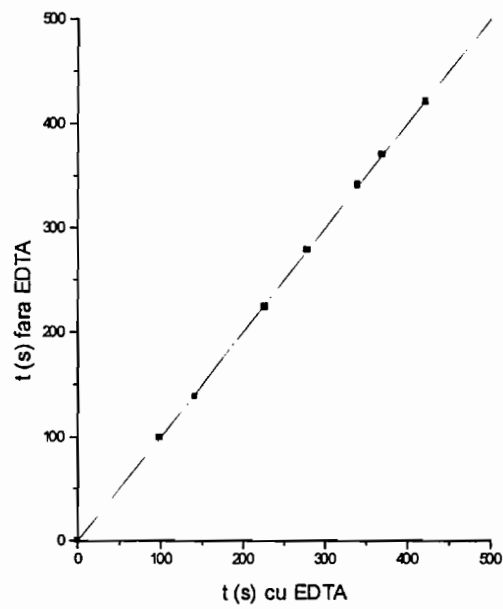


Fig.8. Comparație între valorile de timp obținute in prezența și absența EDTA