

**RU**

(11)

2 106 616

(13)

C1

(51) МПК

[G01N 21/33 \(1995.01\)](#)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**(21)(22) Заявка: [96106636/25](#), 08.04.1996

(45) Опубликовано: 10.03.1998

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: 1. Сиггиа С., Ханна Дж.Г. **Количественный органический анализ по функциональным группам.** - М.: Химия, 1983, с. 180. 2. Bartos J.Talanta, 1980, v. 27, No 7, p. 583 - 590.

(71) Заявитель(и):

Алтайский государственный университет

(72) Автор(ы):

Исаев Р.Н.,
Ишков А.В.

(73) Патентообладатель(и):

Алтайский государственный университет

(54) **КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАЛЕИНИМИДОВ**

(57) Реферат:

Изобретение предназначено для фотометрического количественного определения малеинимидов с использованием длин волн УФ-диапазона. Способ включает гидролиз анализируемой пробы 0,1 М раствором хлороводородной кислоты при нагревании в течение 50 мин при 80 - 90°C. Измеряют оптическую плотность полученного раствора при характеристической длине волны. О содержании малеинимида в пробе судят по величине оптической плотности. Способ характеризуется высокой чувствительностью и точностью. 4 табл.

Изобретение относится к аналитической химии, а именно к способам количественного определения малеинимидов.

Известен способ количественного определения малеинимидов, заключающийся в гидролизе их до исходных аминов и последующем титровании раствором нитрита натрия. Недостатком этого способа является низкая чувствительность.

Из этих способов определения малеинимидов наиболее близким по технической сущности к заявленному способу (прототипом) является способ количественного определения малеинимидов, заключающийся в гидролизе имида до ангидрида малеиновой кислоты с последующими стадиями получения гидроксамовой кислоты по реакции с гидроксиламином и окрашенного компонента ее с железом (III), после чего производится фотометрирование окрашенных растворов. Способ косвенный, многостадийный, имеет недостаточную чувствительность и точность.

Сущность изобретения заключается в том, что с целью повышения чувствительности и точности определения малеинимида водный раствор его обрабатывают 0,1-0,2 М раствором хлороводородной кислоты при температуре 80-90°C и через 50 мин измеряют оптическую плотность полученного раствора при длине волны поглощения образовавшегося продукта.

Изобретение иллюстрируется на примерах определения следующих малеинимидов: о-толилмалеинимида (ОТМИ), п-толилмалеинимида (ПТМИ), фенилмалеинимида (ФМИ), п-нитрофенилмалеинимида (НФМИ) и 1-нафтилмалеинимида (НМИ).

Пример 1. Построение градуировочной характеристики для спектрофотометрического определения малеинимидов. Точную навеску определяемого малеинимида (0,02500 г) помещают в мерную колбу на 250 мл и растворяют в дистиллированной воде. Стандартный раствор содержит 100 мкг/мл вещества. Для построения градуировочной характеристики в двенадцать градуированных пробирок емкостью более 10 мл помещают последовательно 0,01 мл, 0,03 мл, 0,05 мл, 0,07 мл, 0,1 мл, 0,3 мл, 0,5 мл, 0,7 мл, 1,0 мл, 3,0 мл, 5,0 мл и 7,0 мл стандартного раствора малеинимида и доводят до объема 10 мл 0,1 М раствором хлороводородной кислоты. Пробирки закрывают пробками и нагревают при температуре 80-90°C в течении 50 мин. После чего измеряют оптическую плотность полученных растворов при соответствующей длине волны, характерной для каждого малеинимида (табл. 1), на спектрофотометре СФ-26 в кварцевых кюветках с толщиной поглощающего слоя 1 см относительно 0,1 М раствора хлороводородной кислоты. Зависимости оптической плотности полученных растворов от их концентрации для каждого малеинимида приведены в табл. 2.

Пример 2. Определение ОТМИ в контрольной пробе. Точная навеска сухого вещества (0,02500 г) помещается в мерную колбу на 250 мл и растворяется в дистиллированной воде. Получается раствор с концентрацией 100 мкг/мл ОТМИ. Далее готовятся две серии из 5 растворов с концентрациями 5,0 и 70 мкг/мл и после предварительных операций (как и в случае построения градуировочных зависимостей) измеряют оптическую плотность полученных растворов при 290 нм и находят искомую концентрацию вещества по градуировочному графику. Результаты определения контрольных проб ОТМИ приведены в табл.3.

Пример 3. Определение ФМИ в контрольной пробе. Точную навеску сухого вещества (0,02500 г) помещают в мерную колбу на 250 мл и распределяют в дистиллированной воде. Получают раствор, содержащий 100 мкг/мл ФМИ.

Далее поступают так же, как и в примере 1. Оптическую плотность полученных растворов измеряют при 272 нм (см. табл. 1).

Пример 4. Определение НМИ в контрольной пробе. Стандартный раствор НМИ готовят растворением точной навески сухого вещества (0,02500 г) в мерной колбе на 250 мл в дистиллированной воде. Аликвотные части стандартного раствора (100 мкг/мл) помещают в градуированные пробирки и поступают как в примере 1. Оптическую плотность полученных растворов измеряют при 289 нм на спектрофотометре СФ-26 относительно 0,1 М раствора хлороводородной кислоты.

При гидролизе малеинимидов образуются гидролизаты, имеющие значительные величины молярных коэффициентов светопоглощения ϵ , характеризующие чувствительность спектрофотометрических определений. Значения максимумов

поглощения и ϵ гидролизатов приведены в табл. 1. После гидролиза при 80 - 90°C в течении 50 мин оптическая плотность растворов при максимуме поглощения гидролизатов выходит на постоянное значение для всех изученных иминов (табл.4), что говорит о наиболее полном образовании продукта. При температурах выше 90°C может происходить закипание растворов, что повлечет за собой испарение пробы и потерю части ее. Допустимо превышение концентрации хлороводородной кислоты до концентрации 0,2 М.

Чувствительность метода для всех исследованных иминов находится в пределах 0,1-0,5 мкг/мл, закон Бугера-Ламберта-Бера соблюдается при концентрациях иминов 0,1 - 70,0 мкг/мл.

Предлагаемый способ довольно прост, в отличие от прототипа имеет только одну стадию - гидролиз имида в присутствии 0,1 М хлороводородной кислоты. Поскольку образующиеся продукты имеют большие молярные коэффициенты поглощения, чем гидроксаматные комплексы, способ имеет высокую чувствительность. Устранение промежуточных стадий позволяет повысить правильность и воспроизводимость определения по сравнению с прототипом. По-видимому способ может быть применен и для определения бисмалеиниминов.

Формула изобретения

Способ количественного определения малеиниминов путем гидролиза анализируемого раствора раствором реагента с последующим измерением оптической плотности полученного раствора, пропорциональной содержанию малеиниминов в пробе, при характеристической длине волны, отличающийся тем, что в качестве реагента используют 0,1 М хлороводородную кислоту, раствор нагревают в течение 50 мин при 80 - 90°C.

Таблица 1

Значения длин волн максимумов спектров поглощения и молярных коэффициентов светопоглощения для гидролизатов

Имид	λ_{max} , нм	ε
ОТМИ	290	1240
ПТМИ	278	2800
ФМИ	272	1780
НФМИ	328	15250
НМИ	289	4420

Таблица 2

Зависимость оптической плотности растворов от концентрации

Концентрация, мкг/мл	Оптическая плотность				
	ОТМИ	ПТМИ	ФМИ	НФМИ	НМИ
0,1	0,008	0,005	0,006	0,007	0,008
0,3	0,009	0,009	0,012	0,018	0,015
0,5	0,010	0,016	0,040	0,030	0,025
0,7	0,012	0,040	0,060	0,080	0,030
1,0	0,015	0,050	0,065	0,095	0,035
3,0	0,025	0,080	0,085	0,220	0,075
5,0	0,033	0,105	0,105	0,360	0,110
7,0	0,050	0,136	0,120	0,485	0,145
1,0	0,065	0,175	0,150	0,680	0,200
30,0	0,185	0,445	0,335	1,900	0,565
50,0	0,300	0,720	0,520	-	0,935
70,0	0,425	0,990	0,700	-	1,300

Таблица 3

Анализ контрольных проб имидов (n=5; P=0,95)

Имид	Взято, мкг/мл	Найдено, мкг/мл	S_r
ОТМИ	5,0	$5,7 \pm 0,7$	0,040
	70,0	$71,2 \pm 1,2$	0,030
ПТМИ	5,0	$4,8 \pm 0,4$	0,070
	70,0	$69,1 \pm 0,9$	0,050
ФМИ	5,0	$5,1 \pm 0,3$	0,050
	70,0	$68,9 \pm 1,1$	0,016
НФМИ	1,0	$0,8 \pm 0,4$	0,170
	7,0	$7,4 \pm 0,9$	0,043
НМИ	5,0	$4,9 \pm 0,4$	0,030
	30,0	$28,7 \pm 1,4$	0,022

Таблица 4

Зависимость оптической плотности растворов
имидов от времени (С-10,0 мкг/мл, t=80°C)

Время, мин	Имид				
	ОТМИ	ПТМИ	ФМИ	НФМИ	НМИ
10	0,018	0,060	0,060	0,100	0,045
20	0,010	0,080	0,100	0,250	0,120
30	0,030	0,155	0,125	0,500	0,165
40	0,052	0,170	0,152	0,680	0,200
50	0,065	0,175	0,150	0,685	0,200
60	0,065	0,175	0,150	0,680	0,205

ИЗВЕЩЕНИЯ

ММ4А - Досрочное прекращение действия патента Российской Федерации на изобретение из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе
Извещение опубликовано: 10.06.2002БИ: 16/2002