

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



(19)

RU

(11)

2 141 646

(13)

C1

(51) МПК

[G01N 21/78 \(1995.01\)](#)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: [97117424/28](#), 02.10.1997

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
02.10.1997

(45) Опубликовано: 20.11.1999

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: Сиггия С., Ханна Дж.Г.
Количественный органический анализ по
функциональным группам. - М.: Химия,
1983, с. 180. RU 2024851 C1, 15.12.94. US
4612289 A, 16.09.86. US 4762798 A, 09.08.88.

Адрес для переписки:

656099, Барнаул, ул.Димитрова, 66,
комн.307-а, АГУ, Научно-организационный
отдел, Богатыревой Н.А.

(71) Заявитель(и):

Алтайский государственный университет

(72) Автор(ы):

Исаев Р.Н.,
Лобанова Т.В.,
Ишков А.В.

(73) Патентообладатель(и):

Алтайский государственный университет

(54) **КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ 2-ПИРИДИЛМАЛЕИНАМИДОКИСЛОТЫ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к аналитической химии, а именно к способам количественного определения 2-пиридилмалеинамидокислоты (ПМАК). Способ основан на предварительном гидролизе ПМАК с последующим фотометрированием полученного раствора. Технический результат: уменьшение времени определения ПМАК и устранение нагревания пробы при высокой температуре. Водный раствор ПМАК обрабатывают 6 М раствором уксусной кислоты и сразу же измеряют оптическую плотность полученного раствора на характеристической длине волны поглощения 2-аминопиридина - одного из продуктов гидролиза ПМАК. 4 табл.

Изобретение относится к аналитической химии, а именно к способам количественного определения 2-пиридилмалеинамидокислоты (ПМАК).

Известен способ количественного определения амидов кислот, заключающийся в превращении их в гидроксамовые кислоты при воздействии на их водные растворы смесью сульфата гидроксилamina и щелочи. По окончании реакции, которая может длиться при 60°C в течение нескольких часов, получают гидроксамат Fe (III) и измеряют оптическую плотность растворов при определенной длине волны [1]. Недостатком способа является многостадийность, необходимость нагрева и длительность выполнения. Кроме того, избыток гидроксилamina мешает определению, так как расходуется на восстановление железа.

Сущность изобретения заключается в том, что с целью уменьшения времени определения ПМАК и устранения нагревания пробы при высокой температуре навеску ПМАК обрабатывают 6 М раствором уксусной кислоты и измеряют оптическую плотность полученного раствора при 303 нм в растворе уксусной кислоты, которая соответствует длине волны максимума поглощения ПМАК.

Изобретение иллюстрируется на следующих примерах определения 2-пиридилмалеинамидокислоты.

Пример 1. Построение градуировочной характеристики для определения ПМАК. Точную навеску малеинамидокислоты (0,02500 г) помещают в мерную колбу на 250 мл и растворяют в уксусной кислоте. Стандартный раствор содержит 100 мкг/мл вещества. Для построения градуировочной характеристики в двенадцать градуированных пробирок емкостью 25 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, 7,0 мл стандартного раствора ПМАК и доводят до объема 10 мл 6 М раствором уксусной кислоты при перемешивании. После чего измеряют оптическую плотность полученных растворов при 303 нм, на спектрофотометре ОФ-26 в кварцевых кюветах с толщиной поглощающего слоя 1 см относительно 6 М раствора уксусной кислоты. Зависимости оптической плотности полученных растворов от их концентрации для каждого малеинимида приведены в таблице 1.

Пример 2. Определение ПМАК в контрольной пробе. Точную навеску сухого вещества (0,02500 г) помещают в мерную колбу на 250 мл и растворяют в уксусной кислоте. Получается раствор с концентрацией 100 мкг/мл ПМАК. Далее готовят две серии из 5 растворов с концентрациями 1,29 и 38,6 мкг/мл и после предварительных операций (как и в случае построения градуировочной зависимости) измеряют оптическую плотность полученных растворов при 303 нм и находят искомую концентрацию вещества по градуировочному графику. Результаты определения контрольных проб ПМАК приведены в таблице 2.

При растворении ПМАК в уксусной кислоте происходит ее гидролиз, и, очевидно, образуется продукт, имеющий значительную величину молярного коэффициента поглощения (МКП). По-видимому, это 2-аминопиридин, который в уксусной кислоте имеет максимум в спектре поглощения при 303 нм и МКП, равный $7800 \pm 100 \text{ M}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$. Гидролиз ПМАК протекает мгновенно при комнатной температуре 20-25°C, о чем говорят данные таблицы 3. Снижение концентрации уксусной кислоты до величины в 3 М ведет к уменьшению чувствительности, так как значение МКП полученных растворов уменьшается. Оптимальной является концентрация кислоты 6 М, так как при этом МКП максимален (таблица 4).

Чувствительность метода составляет 0,01 мкг/мл, закон Бугера-Ламберта-Бера соблюдается при концентрациях ПМАК от 0,01 до 70,0 мкг/мл.

Предлагаемый способ имеет следующие преимущества по сравнению с прототипом: устраняется нагревание растворов, сокращается время определения и

повышается чувствительность определения вследствие высокого значения МКП получающихся растворов.

Источник информации

1. Сиггия С., Ханна Дж.Г. Количественный органический анализ по функциональным группам. - М.: Химия, 1983, с. 180.

Формула изобретения

Способ количественного определения 2-пиридилмалеинамидокислоты путем обработки анализируемого вещества реагентом, отличающийся тем, что в качестве реагента используют 6 М раствор уксусной кислоты и измеряют оптическую плотность полученного раствора при длине волны 303 нм.

Таблица 1
 Зависимость оптической
 плотности растворов
 ПМАК
 (n=5, P=0.95)

Концентрация, мкг/мл	Оптическая плотность
0.01	0.007
0.03	0.010
0.05	0.030
0.07	0.037
0.10	0.040
0.30	0.045
0.50	0.053
0.7	0.060
1.0	0.070
3.0	0.135
5.0	0.200
7.0	0.275

Таблица 2
 Анализ контрольных проб
 ПМАК
 (n=5, P=0.95)

Взято, мкг/мл	Найдено, мкг/мл	S _r
1.29	1.2±0.1	0.02
38.6	38.5±0.1	0.02

Таблица 3

Зависимость оптической
плотности растворов от
времени

(С_{ПМАК} = 1.0 мкг/мл)

Время, мин.	Оптическая плотность
10	0.070
20	0.070
30	0.075
40	0.070
50	0.070
60	0.070
70	0.075
80	0.075
90	0.070
100	0.070
110	0.075
120	0.070

Таблица 4

Зависимость МКП растворов
от концентрации
уксусной кислоты

(С_{ПМАК} = 1.0 мкг/мл)

Концентрация кислоты, М	МКП, М ⁻¹ ·см ⁻¹
0.1	2200±150
1	2400±200
2	3500±150
3	5700±100
4	6500±250
5	7200±100
6	7800±100
7	7000±200
8	6000±150
10	5600±150

ИЗВЕЩЕНИЯ

ММ4А - Досрочное прекращение действия патента Российской Федерации на изобретение из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: 03.10.2000

Извещение опубликовано: 10.02.2003БИ: 04/2003