

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19)



**RU**

(11)

**2 149 384**

(13)

**C1**

(51) МПК

[G01N 21/64 \(2000.01\)](#)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: [97117144/28](#), 02.10.1997

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
02.10.1997

(45) Опубликовано: 20.05.2000 Бюл. № 14

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: SU 1448275 A1, 30.12.1988. SU  
1506336 A1, 07.09.1989. US 4319884 A,  
16.03.1982. US 4580059 A, 01.04.1986.  
BARTOS J. Colorimetric determination of  
organic compounds by formation hydroxamic  
acids. Talanta, 1980, v.27; N 7; p. 583 - 590.

Адрес для переписки:

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

(71) Заявитель(и):

Алтайский государственный университет

(72) Автор(ы):

Исаев Р.Н.,  
Ишков А.В.,  
Фисенко О.В.

(73) Патентообладатель(и):

Алтайский государственный университет

(54) **КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ N-ФЕНИЛМАЛЕИНИМИДА**

(57) Реферат:

Изобретение относится к аналитической химии. Сущность изобретения : диоксановый раствор N - фенилмалеинимида кипятят с  $10^{-7}$  М диоксановым раствором реагента - антрацена и через 1,5 ч измеряют интенсивность флуоресценции полученного раствора при длине волны возбуждения 366 нм и длине волны флуоресценции 400 нм. Технический результат: повышение чувствительности и сокращение времени определения. 3 табл.

Изобретение относится к аналитической химии, а именно к способам количественного определения N-фенилмалеинида (ФМИ).

Известен способ количественного определения имидов, заключающийся в гидролизе их до ангидрида малеиновой кислоты и последующими стадиями получения гидроксамовой кислоты и ее комплекса с железом (III), после чего производится фотометрирование окрашенных растворов [1]. Недостатком способа является многостадийность, которая ведет к снижению чувствительности и точности.

Из известных способов определения малеинимидов наиболее близким по технологической сущности к заявленному способу (прототипом) является способ количественного определения м-фенилен-бисмалеинида (ФБМИ), заключающийся в обработке диоксанового раствора имида концентрированной азотной кислотой, с последующим измерением интенсивности возникающей через сутки флуоресценции полученных растворов [2]. Недостатками прототипа являются недостаточная чувствительность и длительность определений.

Сущность изобретения заключается в том, что с целью повышения чувствительности и сокращения времени определения N-фенилмалеинида диоксановый раствор кипятят с  $10^{-7}$  М диоксановым раствором реагента - антрацена и через 1,5 часа измеряют интенсивность флуоресценции полученного раствора при длине волны возбуждения 366 нм и длине волны флуоресценции 400 нм.

Изобретение иллюстрируется на следующих примерах определения N-фенилмалеинида.

Пример 1. Построение градуировочной характеристики для флуориметрического определения фенилмалеинида при его концентрации от  $1 \cdot 10^{-8}$  до  $1 \cdot 10^{-9}$  М (1,73 - 0,173 нг/мл). Точную навеску малеинида (0,04325 г) помещают в мерную колбу на 250 мл и растворяют в очищенном диоксане. Стандартный раствор содержит 173 мкг/мл ( $1 \cdot 10^{-3}$  М) вещества. В другой колбе растворяют точную навеску (0,04450 г) антрацена в 250 мл очищенного диоксана. Стандартный раствор содержит 178 мкг/мл ( $1 \cdot 10^{-3}$  М) вещества. Рабочие растворы для построения градуировочной характеристики готовят разбавлением стандартных растворов ФМИ и антрацена до концентрации  $1 \cdot 10^{-7}$  М в мерных колбах на 50 или 100 мл. Для построения градуировочной характеристики в десять градуированных пробирок емкостью 25 мл помещают по 1,0 мл рабочего раствора реагента ( $1 \cdot 10^{-7}$  М раствор антрацена) и последовательно по 0,1 мл, 0,2 мл, 0,3 мл, 0,4 мл, 0,5 мл, 0,6 мл, 0,7 мл, 0,8 мл, 0,9 мл, 1,0 мл рабочего раствора малеинида ( $1 \cdot 10^{-7}$  М раствор ФМИ) и доводят до объема 5,0 мл очищенным диоксаном. Каждую пробирку закрывают корковой или фторопластовой пробкой со вставленной в нее стеклянной трубкой длиной 20 - 25 см, служащей воздушным холодильником, и кипятят в течение 1,5 часа. После чего содержимое пробирок доводят до объема 10 мл и измеряют интенсивность флуоресценции полученных растворов при длине волны возбуждения 366 нм и длине волны флуоресценции 400 нм на флуориметре Квант - 9, предварительно настроив прибор на 100% по  $1 \cdot 10^{-8}$  М диоксановому раствору антрацена и на 0% по чистому растворителю, в кварцевой кювете с толщиной слоя 1 см. Зависимость интенсивности флуоресценции полученных растворов от концентрации ФМИ приведена в табл. 1.

Пример 2. Определение ФМИ в контрольной пробе. Точную навеску сухого вещества (0,04325 г) помещают в мерную колбу на 250 мл и растворяют в очищенном диоксане. Получается раствор с концентрацией 173 мкг/мл ФМИ. Далее готовят две серии из 5 растворов с концентрациями ФМИ 0,346 и 1,04 нг/мл и после предварительных операций (как и в случае построения градуировочной зависимости) измеряют интенсивность флуоресценции полученных растворов при длине волны возбуждения 366 нм и длине волны флуоресценции 400 нм и находят искомую

концентрацию вещества по градуировочному графику. Результаты определения контрольных проб ФМИ в диоксане приведены в табл. 2.

При нагревании смеси растворов ФМИ и антрацена происходит реакция циклоприсоединения с образованием аддукта N-фенил-малеинимида и антрацена. При циклоприсоединении ФМИ выступает в роли соединения с активированной кратной связью - диенофила, а антрацен реагирует как 1,3 - диен. Циклоприсоединение происходит в положения 9 и 10 в молекуле антрацена, при этом молекула антрацена теряет плоское строение и у нее уменьшается протяженность сопряженной системы. Оба эти фактора приводят к тому, что образовавшееся соединение - аддукт ФМИ и антрацена не способно флуоресцировать при условиях флуоресценции антрацена. Поэтому при кипячении растворов ФМИ и антрацена происходит тушение флуоресценции антрацена N - фенилмалеинимидом. Диоксан выбран в качестве растворителя не только потому, что растворяет все вещества, участвующие и образующиеся в реакции, но и потому, что при кипячении диоксановых растворов удается поддерживать высокую температуру, необходимую для эффективного протекания реакции циклоприсоединения.

В случае взаимодействия ФМИ и антрацена основной механизм тушения - это химическая реакция, спектры поглощения аддукта и возбуждения антрацена не перекрываются, а возбуждение флуоресценции антрацена при 366 нм позволяет избежать мешающего влияния поглощения ФМИ, максимум поглощения в спектре которого находится при 320 нм. Описанное определение является косвенным и его чувствительность определяется чувствительностью определения антрацена флуориметрическим методом.

После кипячения при 101 - 101,6°C (температура кипения 1,4 - диоксана) в течение 1,5 часа флуоресценция полученных растворов на длине волны 400 нм выходит на постоянное значение (табл. 3), что говорит о наиболее полном образовании продукта и наиболее эффективном тушении флуоресценции антрацена.

Чувствительность метода находится на уровне 0,173 нг/мл, линейность градуировочного графика соблюдается в интервале концентраций ФМИ 0,173-1,73 нг/мл.

Поскольку определение ФМИ производится по остаточной флуоресценции антрацена удается значительно повысить чувствительность определения по сравнению с прототипом (на 3 порядка). По-видимому способ может быть применен и для определения других малеинимидов.

Источники информации

1. Bartos J. Colorimetric determination of organic compounds by formation hydroxamic acids. *Talanta*, 1980, V 27, N 7, P. 583-590.

2. Исаев Р.Н., Ватин В.В., Полякова С.А. А.с. N 1448275, 1988 г. Способ количественного определения м-фениленбиомалеинимида.

Формула изобретения

Способ количественного определения N-фенилмалеинимида (ФМИ) путем обработки анализируемого диоксанового раствора реагентом, отличающийся тем, что в качестве реагента используют  $1 \times 10^{-7}$  М диоксановый раствор антрацена, а о содержании ФМИ судят по интенсивности флуоресценции полученных растворов при длине волны возбуждения 366 нм и длине волны флуоресценции 400 нм после кипячения в течение 1,5 ч.

Таблица 1

Зависимость интенсивности  
флуоресценции растворов  
растворов от концентрации

ФМИ. -

(n = 5, P = 0,95)

Концентрация, нг/мл	Интенсивность флуоресцен - ции, %
0,17	54,5
0,34	48,2
0,52	47,5
0,69	43,3
0,86	41,4
1,04	34,6
1,21	35,7
1,38	32,1
1,55	28,9
1,73	27,3

Таблица 2

Анализ контрольных проб фенилмалеинимида.

(n=5; P=0,95)

Взято, нг/мл	Найдено, нг/мл	Sr
0,34	0,31 ± 0,07	0,09
1,04	1.02 ± 0,02	0,06

Таблица 3  
Зависимость интенсивности  
флуоресценции раствора от  
времени кипячения

(  $C_{\text{DMI}}$  = 1.73 мкг/мл, )

Время, мин.	Интенсивность флуоресценции, %
10	53,7
20	47,2
30	35,5
40	19,8
50	10,0
60	8,4
70	5,2
80	4,3
90	3,9
100	2,1
110	2,1
120	2,1

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: 27.01.2003БИ: 03/2003