

**RU**

(11)

2 175 124

(13)

C1

(51) МПК

[G01N 21/78 \(2000.01\)](#)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**(21)(22) Заявка: [2000103717/28](#), 14.02.2000(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
14.02.2000

(45) Опубликовано: 20.10.2001 Бюл. № 29

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: SU 1506336 A1, 07.09.1989. RU
2106616 C1, 10.03.1998. US 5132226 A,
27.07.1992. US 4680272 A, 14.07.1987.

Адрес для переписки:

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

(71) Заявитель(и):

Алтайский государственный университет

(72) Автор(ы):

Исаев Р.Н.,
Ишков А.В.

(73) Патентообладатель(и):

Алтайский государственный университет

(54) СПОСОБ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИМАЛЕИНИМИДОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к аналитической химии, а именно к способам количественного определения дималеинимидов. Способ заключается в том, что пробу дималеинимида в концентрированной азотной кислоте обрабатывают реагентами с последующим измерением оптической плотности полученного раствора при 400 нм, при этом в качестве реагентов используют 10% раствор нитрата калия в концентрированной серной кислоте (раствор I) и 15-20% водный раствор гидроксида натрия (раствор II), а обработку пробы анализируемого вещества ведут сначала раствором I при 20-25°C в течение 30 мин, а затем раствором II. Техническим результатом является повышение чувствительности. 3 табл.

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

Известен способ количественного определения дималеинимидов, заключающийся в их гидролизе и последующем титровании полученных растворов щелочью [1]. О содержании имида в пробе судят по количеству не вступившего в реакцию гидролизующего реагента. Недостатками способа являются низкая чувствительность, длительность определений и необходимость нагревания анализируемых растворов.

Из известных способов определения дималеинимидов наиболее близким по технологической сущности к заявленному способу (прототипом) является способ определения дималеинимидов, заключающийся в том, что их раствор в апротонном органическом растворителе обрабатывают 0,1 М этанольным раствором гидроксида калия и полученный раствор фотометрируют [2]. При этом сокращается время определений и исключается нагревание анализируемых растворов, однако чувствительность определений все же остается низкой.

Сущность изобретения заключается в повышении чувствительности определений.

Осуществление изобретения достигается тем, что пробу дималеинимида в концентрированной азотной кислоте обрабатывают реагентами с последующим измерением оптической плотности полученного раствора при 400 нм, при этом в качестве реагентов используют 10% раствор нитрата калия в концентрированной серной кислоте (раствор I) и 15-20% водный раствор гидроксида натрия (раствор II), а обработку пробы анализируемого вещества ведут сначала раствором I при температуре 20-25°C в течение 30 мин, а затем раствором II при тех же условиях.

Изобретение иллюстрируется на примерах определения следующих дималеинимидов: м-фенилендималеинимид (ФДМИ) и 4,4'-дималеинимиддифенилметан (ДМИДФМ).

Пример 1. Построение градуировочной характеристики для спектрофотометрического дималеинимида. Точную навеску определяемого дималеинимида (100,0 мг) помещают в мерную колбу на 100 мл и растворяют в концентрированной азотной кислоте ($\rho = 1,38 \text{ г/см}^3$). Стандартный раствор содержит 1,0 мг/мл вещества. Из полученного раствора отбирают аликвотные части, объемом не более 1,0 мл, помещают в градуированные пробирки емкостью более 20,0 мл и доливают в каждую по 2,0 мл нитрующей смеси (10% раствор KNO_3 в концентрированной серной кислоте). Через 30 мин содержимое пробирок нейтрализуют и доводят до объема 20,0 мл 15-20% водным раствором NaOH . Полученные растворы фотометрируют при 400 нм на спектрофотометре СФ-26 в 1 см стеклянных кюветах относительно раствора холостого опыта. По полученным данным строят градуировочный график. Уравнения градуировочных графиков и некоторые характеристики определения дималеинимидов приведены в таблице 1.

Пример 2. Определение ФДМИ в контрольной пробе. Навеску пробы ФДМИ (до 50,0 мг) растворяют в мерной колбе на 50 мл в концентрированной азотной кислоте. Из полученного раствора отбирают три серии по 5 аликвот в градуированные пробирки. Затем в каждую пробирку приливают по 2 мл нитрующей смеси и после операций, аналогичных построению градуировочного графика (пример 1), измеряют оптическую плотность полученных растворов при 400 нм. По величине измеренной оптической плотности, пользуясь уравнением градуировочного графика и учитывая разбавление, находят концентрацию имида в пробе. Результаты анализа контрольных проб ФДМИ приведены в таблице 2.

Пример 3. Определение ДМИДФМ в контрольной пробе. Навеску пробы ДМИДФМ (до 50,0 мг) растворяют в мерной колбе на 50 мл в концентрированной азотной кислоте. Далее поступают так же, как и в примере 2. Оптическую плотность

полученных растворов измеряют при 400 нм. Результаты анализа контрольных проб ДМИДФМ приведены в таблице 3.

При растворении проб дималеинимидов в концентрированной азотной кислоте происходит их гидролиз с образованием соответствующих амидов малеиновой кислоты. В дальнейшем полученные продукты подвергаются нитрованию, после которого они способны в щелочной среде образовывать аци-формы нитросоединений. Растворы аци-форм полученных нитросоединений ФДМИ и ДМИДФМ окрашены в ярко-желтый цвет и имеют максимум в спектрах поглощения при 400 нм. Молярный коэффициент поглощения получаемых продуктов составляет 2140 ± 100 (ФДМИ) и 4150 ± 150 (ДМИДФМ) $M^{-1} \cdot cm^{-1}$, что обеспечивает более высокую чувствительность определений дималеинимидов предлагаемым способом по сравнению с прототипом.

При определении дималеинимидов предлагаемым способом возможно использование других нитрующих смесей. Уменьшение концентрации раствора гидроксида натрия ниже 15% нецелесообразно, так как увеличивает количество раствора, идущего на нейтрализацию, что приводит к разбавлению анализируемых растворов и снижению чувствительности.

Чувствительность предлагаемого способа для исследованных имидов находится в пределах 0,9-1,5 мкг/мл, что в 50 раз выше прототипа, линейность градуировочного графика соблюдается при концентрациях дималеинимидов от 1,5 до 100,0 мкг/мл. Воспроизводимость определений составляет 0,024-0,061.

Источники информации

1. Диденко Р. С. , Нешель Е.П. Определение основного вещества в производстве малеинимидов. - Методы анализа химических реактивов и препаратов, вып. 15. -М.: ИРЕА, 1968, с. 160.
2. Авторское свидетельство СССР N 1506336, МКИ G 01 N 21/78, опубл. 07.09.89, Бюл. N 33, с. 206.

Формула изобретения

Способ количественного определения дималеинимидов путем обработки пробы анализируемого вещества в концентрированной азотной кислоте реагентами с последующим измерением оптической плотности полученного раствора при 400 нм, отличающийся тем, что в качестве реагентов используют 10%-ный раствор нитрата калия в концентрированной серной кислоте (раствор I) и 15-20%-ный водный раствор гидроксида натрия (раствор II), а обработку пробы анализируемого вещества ведут сначала раствором I при 20-25°C в течение 30 мин, а затем раствором II при тех же условиях.

Таблица 1. Некоторые характеристики определения дималеинимидов

Имид	Уравнение градуировочного графика	Диапазон определяемых концентраций, мкг/мл	Предел обнаружения, мкг/мл	Систематическая ошибка, %
ФДМИ	$A = 0,0080c - 0,010$ $r = 0,996$	2,5 - 100,0	1,5	2,8
ДМИДФМ	$A = 0,0116c + 0,015$ $r = 0,992$	1,5 - 90,0	0,9	1,7

Таблица 2. Результаты анализа контрольных проб ($n=5$; $P=0,95$)

Имид	Взято, мкг/мл	Найдено, мкг/мл	s_r
ФДМИ	5,0	$4,8 \pm 0,3$	0,047
	10,0	$10,5 \pm 0,6$	0,050
	50,0	$48,7 \pm 1,9$	0,031
ДМИДФМ	5,0	$4,9 \pm 0,1$	0,025
	10,0	$10,1 \pm 0,7$	0,061
	50,0	$49,6 \pm 1,5$	0,024

Таблица 3. Зависимость оптической плотности растворов дималеинимидов от концентрации раствора NaOH ($C_{\text{имид}} = 0,25$ мкг/мл, $t = 20-25$ °C)

Концентрация раствора NaOH, %	ФДМИ	ДМИДФМ
10	0,550	0,670
15	0,800	0,950
20	0,800	0,950
25	0,300	0,700

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: 15.02.2002

Извещение опубликовано: 20.04.2003БИ: 11/2003