



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2005113411/28, 03.05.2005

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
03.05.2005

(45) Опубликовано: 27.11.2006 Бюл. № 33

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2164678 C2, 27.03.2001. RU 2215283
C2, 27.10.2003. RU 2156454 C2, 20.09.2000. EP
0374620 A2, 27.06.1990.

Адрес для переписки:

656049, г.Барнаул, пр. Ленина, 61, комн.801,
Алтайский государственный университет, отдел
информации, Н.А. Богатыревой

(72) Автор(ы):

Исаев Рауль Нигматович (RU),
Бедарева Анна Викторовна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
Алтайский государственный университет (RU)

(54) СПОСОБ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАЛЕИНИМИДА

(57) Реферат:

Изобретение относится к аналитической химии.
В способе раствор пробы малеинимида в
концентрированной уксусной кислоте подвергают
нитрованию смесью 1:1 концентрированных
азотной и серной кислот в течение 10 мин при
комнатной температуре, после чего обрабатывают
20-22% водным раствором гидроксида натрия.

Образуется соль аци-формы желтого цвета,
раствор подкисляют 0,7-1,0 мл 1,0М
хлороводородной кислотой и приливают 0,3-0,4 мл
0,6М водного раствора хлорного железа (III).
Образуется раствор ярко-красного цвета, который
фотометрируется при 315 нм относительно воды в
1 см кювете. Техническим результатом является
повышение чувствительности определения. 2 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 288 463** ⁽¹³⁾ **C1**

(51) Int. Cl.
G01N 21/78 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: **2005113411/28, 03.05.2005**

(24) Effective date for property rights: **03.05.2005**

(45) Date of publication: **27.11.2006 Bull. 33**

Mail address:

**656049, g.Barnaul, pr. Lenina, 61, komn.801,
Altajskij gosudarstvennyj universitet, otdel
informatsii, N.A. Bogatyrevoj**

(72) Inventor(s):

**Isaev Raul' Nigmatovich (RU),
Bedareva Anna Viktorovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie
vysshego professional'nogo obrazovanija
Altajskij gosudarstvennyj universitet (RU)**

(54) **METHOD FOR QUANTITATIVE DETECTION OF MALEINIMIDE**

(57) Abstract:

FIELD: analytical chemistry.

SUBSTANCE: in accordance to method, solution of maleinimide sample in concentrated acetic acid is subjected to nitration by mixture 1:1 of concentrated nitric acid and sulfuric acid during 10 minutes at room temperature, after that it is processed with 20-22% water solution of sodium hydroxide. Yellow-colored aciform salt is formed,

solution is acidified with 0,7-1,0 ml 1,0 M of hydrochloric acid and 0,3-0,4 ml 0,6 M of water solution of chlorine iron (III) is added. Brightly red-colored solution is formed, which photo-metered at 315 nm relatively to water in 1 centimeter bath.

EFFECT: increased detection sensitivity.
2 tbl

RU 2 2 8 8 4 6 3 C 1

RU 2 2 8 8 4 6 3 C 1

Изобретение относится к аналитической химии, а именно к способам количественного определения малеинимида. Область применения - анализ малеинимидов.

Известен способ количественного определения имидов путем гидролиза анализируемой пробы вещества с последующим титрованием раствором нитрита натрия [Сиггия С., Ханна Дж.Г. Количественный органический анализ по функциональным группам. М.: Химия, 1983. С.180]. Недостатком данного способа является недостаточный предел определения и низкая селективность, обусловленная используемой реакцией diazotирования.

Из известных способов наиболее близким по технологической сущности к заявленному способу (прототипом) является способ количественного определения гексаметилендималеинимида (ГМДМИ), заключающийся в том, что пробу ГМДМИ, растворенную в концентрированной азотной кислоте, последовательно обрабатывают реагентами (растворами I и II), после чего полученный раствор фотометрируют при 400 нм. Раствор I представляет собой нитрующую смесь равных объемов концентрированных азотной и уксусной кислот и обработку ведут при комнатной температуре в течение 30 мин. Затем ведут обработку раствором II, представляющим 18-22% водный раствор гидроксида натрия [Исаев Р.Н., Гончарова С.В. Способ количественного определения гексаметилендималеинимида. Патент РФ №2215283, 27.10.2003, Бюл. №30]. Способ имеет недостаточную чувствительность определений.

Сущность изобретения заключается в том, что для повышения чувствительности определений пробу малеинимида растворяют в концентрированной уксусной кислоте, затем последовательно обрабатывают реагентами (растворами I, II и III), после чего раствор фотометрируют при 315 нм. Раствор I представляет собой смесь равных объемов концентрированных азотной и серной кислот, и обработку ведут при 20-25°C в течение 10 мин. Далее ведут обработку раствором II, представляющим 20-22% водный раствор гидроксида натрия при 20-25°C. Затем аликвотную часть раствора 1 мл подкисляют 0,7-1,0 мл 1М хлороводородной кислотой и приливают 0,3-0,4 мл 0,6М водного раствора хлорного железа (III), разбавляют до 20 мл в градуированной пробирке и фотометрируют при 315 нм в 1 см кювете относительно воды.

Изобретение иллюстрируется на следующих примерах.

Пример 1. Построение градуировочной зависимости. Точную навеску 0,094 г малеинимида помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 мл и растворяют в концентрированной уксусной кислоте. Полученный стандартный раствор имеет концентрацию 0,94 мг/мл. Из полученного раствора берут различные аликвоты (от 0,1 до 5,0 мл), помещают в градуированные пробирки емкостью 25,0 мл, приливают 2,0 мл нитрующей смеси (смесь равных объемов концентрированных азотной и серной кислот) и выдерживают 10 мин. Затем нейтрализуют полученный раствор 20-22% раствором гидроксида натрия до объема 20 мл. Из полученного раствора аликвотную часть 1,0 мл помещают в другую пробирку, подкисляют 0,7-1,0 мл 1М хлороводородной кислоты, приливают 0,3-0,4 мл 0,6М водного раствора хлорного железа (III), при этом раствор приобретает красный цвет. Полученный раствор разбавляют до 20 мл водой и фотометрируют на фотоэлектроколориметре при 315 нм. Результаты приведены в таблице 1.

Пример 2. Определение малеинимида в контрольной пробе. Навеску пробы порядка 25,00 мг растворяют в мерной колбе вместимостью 25,0 мл в концентрированной уксусной кислоте. Из полученного раствора отбирают три серии по 5 аликвот в каждой в градуированные пробирки. Затем в каждую пробирку приливают 2,0 мл нитрующей смеси и после операций, аналогичных построению градуировочного графика (пример 1), фотометрируют полученные растворы при 315 нм. По измеренной оптической плотности, пользуясь уравнением градуировочного графика ($y=0,162+0,02x$) и учитывая разбавление, находят содержание малеинимида в пробе. Результаты анализа контрольных проб малеинимида приведены в таблице 2.

Техническим результатом является повышение чувствительности определения. Чувствительность определений малеинимида 0,24 мкг/мл. Определению не мешают

вещества, не способные образовывать соли аци-формы и не поглощающие свет при 315 нм.

Чувствительность определения повышается по сравнению с прототипом более чем в двадцать раз (0,24 - мкг/мл против 5,0 мкг/мл для гексаметилендималеинида).

5

Концентрация, мкг/мл	Оптическая плотность
0,24	0,170
0,47	0,174
0,71	0,179
0,94	0,185
1,18	0,187
1,41	0,193
1,64	0,197
1,88	0,201
2,12	0,205
2,35	0,209
3,53	0,230
4,70	0,258
5,87	0,284
7,05	0,308
8,20	0,333
9,40	0,361
10,58	0,381
11,75	0,414

10

15

20

25

Введено, мкг/мл	Найдено, мкг/мл	S _r
2,35	2,18±0,17	0,026
7,05	6,94±0,12	0,021
10,58	10,36±0,18	0,018

30

Формула изобретения

Способ количественного определения малеинида путем обработки раствора пробы в концентрированных кислотах и водном растворе гидроксида натрия с последующим измерением оптической плотности, отличающийся тем, что пробу растворяют в концентрированной уксусной кислоте, затем последовательно обрабатывают смесью равных объемов концентрированных азотной и серной кислот (раствор I) при температуре 20-25°C в течение 10 мин, нейтрализуют 20-22% водным раствором гидроксида натрия (раствором II), подкисляют 0,7-1,0 мл 1 М хлороводородной кислотой и приливают 0,3-0,4 мл 0,6 М водного раствора хлорного железа (раствор III) и фотометрируют при 315 нм.

35

40

45

50