

**RU**

(11)

**2 163 371**

(13)

**C2**

(51) МПК

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

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: [99107994/28](#), 14.04.1999(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
14.04.1999

(45) Опубликовано: 20.02.2001 Бюл. № 5

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2106616 C1, 10.03.1998. BARTOS J. Colorimetric determination of organic compounds by formation of hydroxamic acids. - Talanta, 1980, v.27, p.583 - 590. SU 1506336 A1, 07.09.1989. US 5132226 A, 27.07.1992. US 4680272 A, 14.07.1987.

Адрес для переписки:

656099, Алтайский край, г.Барнаул, ул.  
Димитрова 66, Алтайский госуниверситет,  
к.307-А, научно-организационный отдел

(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 N-ЗАМЕЩЕННЫХ МАЛЕИНИМИДОВ

(57) Реферат:

Использование: в аналитической химии, в частности для количественного определения N-замещенных малеинимидов: N-фенилмалеинимида (ФМИ), N-о-толилмалеинимида (ОТМИ), N-п-толилмалеинимида (ПТМИ), N-п-нитрофенилмалеинимида (НФМИ) и N-1-нафтилмалеинимида (НМИ). Способ заключается в том, что гидролиз анализируемой пробы вещества осуществляют в концентрированной уксусной кислоте при 20-25°C в течение 1-3 мин, после чего измеряют оптическую плотность полученного раствора при характеристической

длине волны. Техническим результатом является уменьшение времени определения, устранение стадии нагревания анализируемых растворов, приводящее к упрощению определений и устранению возможных потерь анализируемой пробы. 4 табл.

Изобретение относится к аналитической химии, а именно к способам количественного определения N-замещенных малеинимидов: N-фенилмалеинимида (ФМИ), N-о-толилмалеинимида (ОТМИ), N-п-толилмалеинимида (ПТМИ), N-п-нитрофенилмалеинимида (НФМИ) и N-1-нафтилмалеинимида (НМИ).

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 низкий предел обнаружения и низкая селективность, обусловленные используемой реакцией диазотирования.

Из известных способов наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к заявляемому способу (прототипом) является способ количественного определения малеинимидов путем гидролиза анализируемой пробы вещества с последующим измерением оптической плотности полученного раствора, пропорциональной содержанию малеинимида в пробе, при характеристической длине волны, при этом в качестве гидролизующего реагента используют 0,1 М хлороводородную кислоту и раствор нагревают в течение 50 мин при 80-90°C [Патент РФ N 2106616 "Количественное определение малеинимидов", МПК<sup>6</sup> G 01 N 21/78, 1998].

Недостатками способа являются длительность определений и необходимость нагревания анализируемых растворов.

Сущность изобретения заключается в том, что в предлагаемом способе количественного определения малеинимида путем гидролиза анализируемой пробы вещества с последующим измерением оптической плотности полученного раствора, пропорциональной содержанию малеинимида в анализируемой пробе при характеристической длине волны, гидролиз анализируемой пробы осуществляют в концентрированной уксусной кислоте при 20-25°C в течение 1-3 мин, после чего измеряют оптическую плотность полученного раствора при характеристической длине волны.

Техническими результатами являются сокращение времени определения, так как при проведении гидролиза в концентрированной уксусной кислоте процесс протекает за короткий (1-3 мин) промежуток времени; устранение стадии нагревания анализируемых растворов, что приводит к упрощению определений и устранению возможных потерь анализируемой пробы.

Изобретение иллюстрируется на следующих примерах определения малеинимидов.

Пример 1. Построение градуировочной характеристики для фотометрического определения малеинимидов. Точную навеску малеинимида (50,0 мг) помещают в мерную колбу на 50 мл и осуществляют гидролиз в концентрированной ( $\rho = 1,04 \text{ г/см}^3$ ) уксусной кислоте при 20-25°C в течение 1-3 мин. Стандартный раствор содержит 1,0 мг/мл вещества. Для построения градуировочной характеристики в десять градуированных пробирок емкостью более 20 мл помещают последовательно 0,01 мл, 0,02 мл, 0,05 мл, 0,07 мл, 0,1 мл, 0,2 мл, 0,5 мл, 0,7 мл, 0,9 мл, 1,0 мл стандартного раствора малеинимида и доводят до объема 20,0 мл концентрированной уксусной кислотой. После чего измеряют оптическую плотность полученных растворов при характеристической длине волны (таблица 1) на спектрофотометре СФ-26 в кварцевых кюветах с толщиной поглощающего слоя 1 см относительно

концентрированной уксусной кислоты. Зависимость оптической плотности полученных растворов от концентрации малеинимидов приведена в таблице 2.

Пример 2. Определение ФМИ в контрольной пробе. Точную навеску сухого вещества (25,0 мг) помещают в мерную колбу на 25 мл и осуществляют гидролиз в концентрированной уксусной кислоте с образованием гидролизата - малеинамидокислоты. Получается раствор с концентрацией 1,0 мг/мл ФМИ. Далее из полученного раствора в десять градуированных пробирок емкостью более 20 мл отбирают две серии по 5 аликвот и доводят до объема 20,0 мл концентрированной уксусной кислотой. После чего измеряют оптическую плотность полученных растворов при 270 нм относительно концентрированной уксусной кислоты. Искомую концентрацию вещества находят с помощью градуировочной характеристики. Результаты определения ФМИ приведены в таблице 4.

Пример 3. Определение ПТМИ в контрольной пробе. Точную навеску сухого вещества (25,0 мг) помещают в мерную колбу на 25 мл и осуществляют гидролиз в концентрированной уксусной кислоте. Получается раствор с концентрацией 1,0 мг/мл ПТМИ. Далее из полученного раствора в десять градуированных пробирок емкостью более 20 мл отбирают две серии по 5 аликвот и обрабатывают так же, как в примере 2. Оптическую плотность полученных растворов измеряют при 275 нм. Искомую концентрацию вещества находят с помощью градуировочной характеристики. Результаты определения ПТМИ приведены в таблице 4.

Пример 4. Определение НМИ в контрольной пробе. Точную навеску сухого вещества (25,0 мг) помещают в мерную колбу на 25 мл и осуществляют гидролиз в концентрированной уксусной кислоте. Получается раствор с концентрацией 1,0 мг/мл НМИ. Далее поступают так же, как в примере 3. Оптическую плотность полученных растворов измеряют при 288 нм. Искомую концентрацию вещества находят с помощью градуировочной характеристики. Результаты определения НМИ приведены в таблице 4.

В результате осуществления гидролиза малеинимидов в концентрированной уксусной кислоте образуются соответствующие малеинамидокислоты. При этом в отличие от прототипа процесс происходит за короткий промежуток времени (1-3 мин), что подтверждается данными таблицы 3, где приведена зависимость оптической плотности гидролизатов малеинимидов при длине волны максимума поглощения соответствующих малеинамидокислот от времени.

Общий характер кислотного гидролиза малеинимидов подтверждается соответствием спектральных характеристик гидролизатов, полученных в среде 0,1 М хлороводородной кислоты и в среде концентрированной уксусной кислоты (таблица 1).

Для гидролиза малеинимидов в концентрированной уксусной кислоте не требуется нагревание растворов: процесс происходит при 20-25°C, что приводит к упрощению определений.

Предел обнаружения малеинимидов предлагаемым способом составляет в зависимости от конкретного малеинимида 0,08-0,4 мкг/мл, закон Бугера-Ламберта-Бера соблюдается при концентрациях малеинимидов от 0,5 до 50,0 мкг/мл. Относительная ошибка определения не превышает 8%. Время определения составляет 3 - 5 мин.

#### Формула изобретения

Способ количественного определения N-замещенных малеинимидов путем гидролиза анализируемой пробы вещества реагентом с последующим измерением оптической плотности полученного раствора, пропорциональной содержанию малеинимида в пробе при характеристической длине волны, отличающийся тем, что в качестве реагента используют концентрированную уксусную кислоту, а гидролиз проводят при 20 - 25°C в течение 1 - 3 мин.

Таблица 1. Спектральные характеристики гидролизатов малеинимидов в уксусной кислоте и 0,1 М HCl

Имид	$\lambda_{\text{max}}$ , нм (CH <sub>3</sub> COOH)	$\epsilon_{\text{max}}$ , М <sup>-1</sup> см <sup>-1</sup> (CH <sub>3</sub> COOH)	$\lambda_{\text{max}}$ , нм (HCl)	$\epsilon_{\text{max}}$ , М <sup>-1</sup> см <sup>-1</sup> (HCl)
ФМИ	270	1650±80	272	1780±100
ОТМИ	290	1350±100	291	1240±80
ПТМИ	275	3100±100	277	2800±50
НФМИ	328	15200±150	329	15250±200
НМИ	288	4400±100	288	4420±50

Таблица 2. Зависимость оптической плотности растворов от концентрации малеинимидов

Концентрация, мкг/мл	Оптическая плотность				
	ФМИ	ОТМИ	ПТМИ	НФМИ	НМИ
0,5	0,005	0,003	0,005	0,035	0,010
1,0	0,007	0,015	0,015	0,065	0,025
2,5	0,027	0,020	0,035	0,165	0,050
3,5	0,035	0,030	0,050	0,225	0,075
5,0	0,050	0,037	0,070	0,323	0,100
10,0	0,105	0,065	0,135	0,650	0,205
25,0	0,235	0,155	0,330	1,610	0,505
35,0	0,330	0,217	0,460	-	0,700
45,0	0,425	0,275	0,585	-	0,900
50,0	0,475	0,300	0,655	-	1,015

Таблица 3. Зависимость оптической плотности растворов от времени

Время, мин	ФМИ $\lambda=270$ нм	ОТМИ $\lambda=290$ нм	ПТМИ $\lambda=275$ нм	НФМИ $\lambda=328$ нм	НМИ $\lambda=288$ нм
1	0,175	0,150	0,220	1,200	0,245
3	0,175	0,150	0,220	1,200	0,245
10	0,175	0,145	0,220	1,205	0,245
60	0,175	0,150	0,200	1,205	0,240
100	0,175	0,150	0,220	1,200	0,240

Таблица 4. Результаты определения малеинимидов (n=5; P=0,95)

Имид	Взято, МКГ/МЛ	Найдено, МКГ/МЛ	S <sub>r</sub>
ФМИ	5,0	5,3±0,4	0,060
	50,0	51,0±1,5	0,023
ОТМИ	5,0	4,9±0,2	0,033
	50,0	49,1±1,2	0,020
ПТМИ	5,0	5,0±0,2	0,032
	50,0	48,9±1,7	0,028
НФМИ	1,0	1,0±0,1	0,080
	5,0	4,9±0,2	0,033
НМИ	5,0	5,0±0,2	0,032
	50,0	48,8±1,5	0,025

#### 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: 14.04.2002

Извещение опубликовано: 20.12.2003БИ: 35/2003