

**RU**

(11)

**2 215 283**

(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: [2001127592/28](#), 10.10.2001(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
10.10.2001

(45) Опубликовано: 27.10.2003 Бюл. № 30

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: RU 2164678 C1, 27.03.2001. 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, пр. Ленина, 61А, АлтГУ,  
комн.801, Н.А.Богатыревой

(71) Заявитель(и):

Алтайский государственный университет

(72) Автор(ы):

Исаев Р.Н.,  
Гончарова С.В.

(73) Патентообладатель(и):

Алтайский государственный университет

(54) СПОСОБ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГЕКСАМЕТИЛЕНДИМАЛЕИНИМИДА

(57) Реферат:

Изобретение относится к аналитической химии, а именно к способам количественного определения гексаметилендималеинимида (ГМДМИ). Способ заключается в том, что раствор пробы ГМДМИ в конц.  $\text{HNO}_3$  последовательно обрабатывают реагентами: смесью концентрированных азотной и уксусной кислот 1:1 при комнатной температуре в течение 30 мин, а затем  $(20 \pm 2)\%$ -ным водным раствором гидроксида натрия. После чего фотометрируют при 400 нм. Техническим результатом является повышение чувствительности и селективности определения. Чувствительность определений 5 мкг/мл, линейность градуировочного графика соблюдается в интервале 5-80 мкг/мл. Определению не мешают вещества, неспособные образовывать соли ациформы и не поглощающие при 400 нм. 2 табл.

Изобретение относится к аналитической химии, а именно к способам количественного определения гексаметилендималеинида (ГМДМИ).

Известен способ количественного определения дималеинимидов, заключающийся в их кислотном гидролизе и последующем титровании полученных растворов щелочью [1]. О содержании дималеинида судят по количеству не вступившего в реакцию гидролизующего реагента. К недостаткам способа относится низкая чувствительность, необходимость нагрева анализируемых растворов и длительность определений.

Наиболее близким по технологической сущности к заявленному способу (прототипом) является способ определения дималеинимидов, заключающийся в том, что раствор имида в диметидформамиде обрабатывается 0,1 М раствором гидроксида калия и полученный раствор фотометрируют [2]. При этом сокращается время определений и исключается нагревание анализируемых растворов, однако чувствительность определений остается недостаточной.

Сущность изобретения - повышение чувствительности и селективности определений.

Поставленная цель достигается тем, что пробу ГМДМИ растворяют в концентрированной азотной кислоте и затем последовательно обрабатывают реагентами (растворами I и II), после чего полученный раствор фотометрируют при 400 нм. Раствор I представляет собой смесь равных объемов концентрированных азотной и уксусной кислот и обработку им раствора пробы ведут при 20-25°C в течение 30 мин. Далее ведут обработку раствором II, представляющим 18-22% водный раствор гидроксида натрия при 20-25°C. Изобретение иллюстрируется на следующих примерах.

Пример 1. Построение градуировочной зависимости для фотометрического определения ГМДМИ. Точную навеску ГМДМИ (50,00 мг) помещают в мерную колбу на 50 мл и растворяют в концентрированной азотной кислоте (плотностью 1,38 г/см<sup>3</sup>). Полученный стандартный раствор имеет концентрацию 1 мг/мл. Из полученного раствора отбирают аликвотные части объемом не более 1,0 мл, помещают в градуированные пробирки емкостью 25 мл и прибавляют в каждую по 2 мл нитрующей смеси (смесь равных объемов концентрированной азотной и уксусной кислот). Через 30 мин содержимое пробирок нейтрализуют и доводят до объема 20 мл 18-22% водным раствором NaOH. Полученные растворы фотометрируют при 400 нм на фотоэлектроколориметре КФК-2 в 2 см стеклянных кюветах относительно раствора холостого опыта. По полученным данным рассчитывают уравнение градуировочного графика, которое приведено в таблице 1. Там же приведены некоторые метрологические характеристики определения ГМДМИ.

Пример 2. Определение ГМДМИ в контрольной пробе. Навеску пробы ГМДМИ порядка 50,00 мг растворяют в мерной колбе вместимостью 50,0 мл в концентрированной азотной кислоте. Из полученного раствора отбирают три серии по пять 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 содержание ГМДМИ в пробе. Результаты анализа контрольных проб ГМДМИ приведены в таблице 2.

При растворении проб ГМДМИ в концентрированной азотной кислоте происходит его гидролиз с образованием амида малеиновой кислоты. Продукт гидролиза подвергается интрованию и становится способным образовать в щелочной среде окрашенную в ярко-желтый цвет соль ациформы, имеющей максимум спектра

поглощения при 400 нм. Молярный коэффициент поглощения полученного окрашенного продукта равен  $3230 \pm 60$ , что обеспечивает более высокую чувствительность определения ГМДМИ по сравнению с прототипом (на порядок). Интервал определяемых концентраций ГМДМИ располагается в пределах от 5,0 до 80,0 мкг/мл. Относительное стандартное отклонение порядка 0,012-0,023.

Определение ГМДМИ можно вести в присутствии веществ, которые не образуют соли ациформы. Тем самым повышается селективность определений.

Источники информации

1. Диденко Р. О. , 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. БИ 33. С. 206.

Формула изобретения

Способ количественного определения гексаметилендималеинимида путем обработки раствора пробы в концентрированных кислотах с последующим измерением оптической плотности полученного раствора при 400 нм, отличающийся тем, что в качестве реагентов используют раствор смеси концентрированных азотной и уксусной кислот 1: 1 (раствор I) и 18-22%-ный водный раствор гидроксида натрия (раствор II), и обработку раствора пробы ведут при температуре 20-25°C сначала раствором I в течение 30 мин, а затем раствором II.

Таблица 1

Некоторые характеристики определения ГМДМИ.

Уравнение градуировочного графика	Диапазон определяемых концентраций, мкг/мл	Расчетная систематическая ошибка, %
$A=0,0117c + 0,008$ $r = 0,996$	5,0 - 80,0	4,7

Таблица 2

Анализ контрольных проб ГМДМИ

(n=5, P=0,95)

Взято, мкг/мл	Найдено, мкг/мл	S <sub>r</sub>
15,0	14,7 ± 0,4	0,023
35,0	34,6 ± 0,5	0,012
55,0	54,6 ± 0,6	0,012

## ИЗВЕЩЕНИЯ

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

(21) Регистрационный номер заявки: [2001127592](#)

Дата прекращения действия патента: **11.10.2003**

Извещение опубликовано: [27.04.2006](#)БИ: 12/2006