



УКРАЇНА

(19) UA (11) 77879 (13) C2  
(51) МПК (2006)  
G01N 31/20  
C07C 69/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) ХІМІЧНИЙ РЕАКТИВ І СПОСІБ ЯКІСНОГО ВИЗНАЧЕННЯ РЕЧОВИН, ЩО МІСТЯТЬ У СВОЇЙ СТРУКТУРІ ЕСТЕРНУ ГРУПУ

1

2

(21) а200505766

(22) 13.06.2005

(24) 15.01.2007

(46) 15.01.2007, Бюл. № 1, 2007 р.

(72) Болотов Валерій Васильович, Клименко Ліна Юріївна, Блажесівський Микола Євстахійович

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ ФАРМАЦЕВТИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

(56) SU 1554765 А3, 30.03.1990

(57) 1. Хімічний реактив для якісного визначення речовин, які містять у своїй структурі естерну групу, до складу якого входять розчин компонента, здатного реагувати з естерною групою, у водно-спиртовому розчині натрію гідроксиду та компонент, що створює забарвлення, який **відрізняється** тим, що як останній містить о-фенілендіамін, а

як компонент, здатний реагувати з естерною групою - гідроген пероксид при наступному співвідношенні компонентів (мас. %):

гідроген пероксид	2,00-3,00
натрію гідроксид	2,00-4,00
о-фенілендіамін	1,00-3,00
спирт етиловий 96%	45,00-50,00
вода очищена	решта.

2. Спосіб якісного визначення речовин, які містять у своїй структурі естерну групу, шляхом нанесення проби, що аналізують, на хроматографічну пластинку з подальшою її обробкою хімічним реактивом з утворенням забарвлених плям, який **відрізняється** тим, що використовують хімічний реактив за п. 1.

Винахід відноситься до аналітичної хімії, а саме до аналізу органічних речовин, що містять у своїй структурі естерну групу, та може знайти застосування для якісного виявлення зазначених речовин у хімічному, фармацевтичному і хімотоксикологічному аналізі. Останнім часом широко використовується для аналізу хімічних речовин проведення якісних реакцій на хроматографічних пластинках. Такий підхід дозволяє підвищити чутливість якісних реакцій та не потребує використання великих кількостей хімічних реактивів та речовин, що аналізуються. Відомий спосіб якісного визначення речовин, що містять у своїй структурі естерну групу, шляхом послідовної обробки проби речовини, що аналізується, на хроматографічній пластинці лужним розчином компонента, що реагує з естерною групою, і кислим розчином компонента, що створює забарвлення, з утворенням забарвлених у пурпурний колір плям на жовтому фоні. В якості хімічних реактивів при здійсненні відомого способу використовують розчин гідроксидної натрію гідроксиду у водно-спиртовому розчині натрію гідроксиду та кислий розчин заліза (III) хлориду [Справочник биохимика: Пер. с англ. / Досон Р., Эллит Д., Эллит У., Джонс К.-М. - М.: Мир,

1991. - С. 384, 403, 406.]. Недоліками відомого способу є його невисока чутливість (межа виявлення 0,5-10 мкг), відносно великий час розвитку забарвлення (до 20 хвилин) та недостатньо високі технічні характеристики. Використання послідовно двох хімічних реактивів для обробки проби, що аналізується, не дозволяє отримати чіткі плями, необхідні для подальшої кількісної оцінки результатів аналізу. Завдання винаходу полягає у створенні хімічного реактиву та способу якісного визначення речовин, що містять у своїй структурі естерну групу, та використанні нового хімічного реактиву у заявленому способі, що дає можливість підвищити чутливість способу, скоротити час аналізу та отримати чіткі забарвлені плями. Поставлене завдання вирішується таким чином, що хімічний реактив для якісного визначення речовин, що містять у своїй структурі естерну групу, до складу якого входять розчин компонента, здатного реагувати з естерною групою, у водно-спиртовому розчині натрію гідроксиду та компонент, що створює забарвлення, згідно з винаходом, в якості останнього містить о-фенілендіамін, а як компонент, здатний реагувати з естерною групою, - пероксид водню

(13) C2

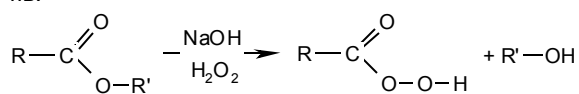
(11) 77879

(19) UA

при наступному співвідношенні компонентів (мас.%):

гідроген пероксид	2,00-3,00
натрію гідроксид	2,00-4,00
о-фенілендіамін	1,00-3,00
спирт етиловий 96%	45,00-50,00
вода очищена	решта.

У відповідності з винаходом у способі якісного визначення речовин, що містять у своїй структурі естерну групу, шляхом нанесення проби, що аналізується, на хроматографічну пластинку з подальшою її обробкою хімічним реактивом з утворенням забарвлених плям, передбачено використання заявленого хімічного реактиву, описаного вище. Гідроген пероксид в складі заявленого хімічного реактиву вступає з естерами в лужному середовищі в реакцію пергідролізу з утворенням відповідних пероксикислот та спиртів:



При вмісті гідроген пероксиду нижче, ніж 2,0%, зазначена реакція відбувається тривалий час, тобто подовжується час аналізу. При збільшенні вмісту гідроген пероксиду більше, ніж 3,0%, реактив є нестійким. Натрію гідроксид у складі заявленого хімічного реактиву створює лужне середовище. При вмісті натрію гідроксиду нижче, ніж 2,0%, зазначена реакція відбувається тривалий час, тобто подовжується час аналізу. При збільшенні вмісту натрію гідроксиду понад 4,0%, перебігає реакція лужного гідролізу естерів без утворення пероксикислот. До складу заявленого хімічного реактиву введено о-фенілендіамін - органічний амін, що не окиснюється гідроген пероксидом у лужному середовищі, але під дією пероксикислот здатний окиснюватися з утворенням забарвлених продуктів. У залежності від природи естеру та кількості естерних груп у речовині забарвлення може бути рожевим, жовтогарячим або коричневим. При вмісті о-фенілендіаміну нижче, ніж 1,0%, зазначена реакція відбувається тривалий час, тобто подовжується час аналізу. При збільшенні вмісту о-фенілендіаміну більше, ніж 3,0%, утворюється забарвлений фон, що не дозволяє чітко встанови-

ти результат реакції. Спирт етиловий 96% та вода очищена у складі хімічного реактиву виконують роль розчинників. При зменшенні вмісту спирту етилового 96% менше, ніж 45,0%, погіршується розчинність о-фенілендіаміну, при збільшенні вмісту спирту етилового 96% понад 50%, утворюються не чіткі плями. Склад заявленого хімічного реактиву встановлений експериментальним шляхом та не відомий з джерел інформації. Як вихідні компоненти для приготування хімічного реактиву використовуються о-фенілендіамін, натрію гідроксид та 35% розчин гідроген пероксиду кваліфікації "ч.д.а." або "х.ч.". Процес отримання заявленого хімічного реактиву передбачає роздільне приготування розчину о-фенілендіаміну (розчин А) та розчину гідроген пероксиду та гідроксиду натрію (розчин В). Приготування розчину А: відважують 2,00 г о-фенілендіаміну, переносять у мірну колбу на 50,00мл, розчиняють у невеликій кількості спирту етилового 96% і доводять цим же розчинником до позначки. Розчин зберігають в темному місці не більше 3 діб. Приготування розчину В: відважують 14,28г 35% розчину гідроген пероксиду і доводять до 50,00г водою очищеною. Відважують 5,00г натрію гідроксиду, переносять в мірну колбу на 50,00мл, розчиняють в невеликій кількості води очищеної і доводять цим же розчинником до позначки. Змішують приготовлені розчини гідроген пероксиду і натрію гідроксиду в співвідношенні 1:1. Розчин зберігають в прохолодному темному місці не більше 15 діб. Перед проведенням виявлення речовин, що досліджуються, розчини А і В змішують в співвідношенні 1:1. Реактив придатний до застосування протягом 1 доби. Заявлений спосіб здійснюють наступним чином: готують стандартну пробу речовини, що аналізують на наявність у структурі естерної групи. Пробу наносять за допомогою капілярної трубки на хроматографічну пластинку та обробляють заявленим хімічним реактивом. При утворенні забарвлених плям роблять висновок про наявність естерної групи у структурі речовини, що аналізується. Винахід ілюструється прикладами. Приклад 1. Експериментальним шляхом було визначено оптимальний склад заявленого хімічного реактиву, наведений в таблиці 1.

Таблиця 1

Оптимальний склад заявленого хімічного реактиву

№ п/п	Компонент хімічного реактиву	Вміст	
		мас. %	г (мл)
1	гідроген пероксид	2,3	4,5±0,2г
2	натрію гідроксид	2,6	5±0,2г
3	о-фенілендіамін	2,0	4±0,2г
4	спирт етиловий 96%	49,0	96±2мл
5	вода очищена	44,1	85,5±2мл

Приклад 2. Експериментальним шляхом вивчалось відношення різних органічних речовин, що містять в своїй структурі естерну групу, до заявленого реактиву.

У досліді готували розчини триацетину, зопіклону, декаметоксину, лоратадину, спазмолітину,

ацетилхоліну, вінпоцетину та ацетилсаліцилової кислоти у хлороформі з концентрацією 1мг/мл.

На хроматографічні пластинки Sorbfil розміром 2 x 2см (сілікагель СТХ-1ВЕ, тип підложки - ПЕТФ, зв'язуюча речовина - сіліказоль, фракція - 8 - 12мкм, товщина шару - 100мкм) наносили проби

вищезазначених речовин. Після висушування проб при кімнатній температурі пластинки обробляли заявленим хімічним реактивом.

В інтервалі часу від декількох секунд до 2 хвилин спостерігалось утворення забарвлення всіх проб, що аналізуються. Для триацетину, зопіклону і декаметоксину забарвлення є жовтогарячим, для лоратадину, спазмолітину і вінпоцетину - яскраво-рожевим, а для ацетилхоліну та ацетилсаліцилової кислоти - темно-коричневим.

Мінімальна кількість речовин у пробі, що може бути визначена за допомогою заявленого способу з використанням нового хімічного реактиву, складає для триацетину, зопіклону, ацетилхоліну і ацетилсаліцилової кислоти 0,1мкг, а для декаметоксину, лоратадину, спазмолітину і вінпоцетину - 1,0мкг.

Приклад 3. Експериментальним шляхом вивчалось відношення різних органічних речовин, що не містять в своїй структурі естерну групу, до заявленого реактиву.

У досліді готували розчини донормілу, димед-ролу, феназепаму та діазепаму у хлороформі з концентрацією 1мг/мл.

На хроматографічні пластинки Sorbfil розміром 2 x 2см (сілікагель СТХ-1ВЕ, тип підложки - ПЕТФ, зв'язуюча речовина - сіліказоль, фракція - 8 - 12мкм, товщина шару - 100мкм) наносили розчини зазначених речовин. Після висушування проб при кімнатній температурі пластинки обробляли заявленим хімічним реактивом.

Впродовж 30 хвилин забарвлення плям не спостерігалось.

Таким чином, заявлений хімічний реактив та спосіб якісного визначення речовин, що містять в своїй структурі естерну групу, є специфічним для виявлення зазначеного класу речовин, має високу чутливість та є експресним. Заявлений спосіб з використанням нового хімічного реактиву перевищує чутливість способу за прототипом у 5 - 10 разів, швидкість аналізу зростає у 10 разів. Реактив може бути одержаний за доступною технологією в промислових умовах, а спосіб може бути застосований для якісного визначення зазначених речовин у хімічному, фармацевтичному та хіміко-токсикологічному аналізі, зокрема у роботі контрольно-аналітичних та хіміко-токсикологічних лабораторій.