

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

217595
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 31/16

(22) Přihlášeno 04 08 81
(21) (PV 5899-81)

(40) Zveřejněno 28 03 82

(45) Vydáno 15 09 84

(75)
Autor vynálezu JANČIK FEDIR RNDr. CSc., KÖRBL JIŘÍ ing., HAVEL KAREL, PRAHA

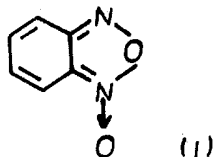
(54) Způsob analytického hodnocení benzofurazan-N-oxidu

1

2

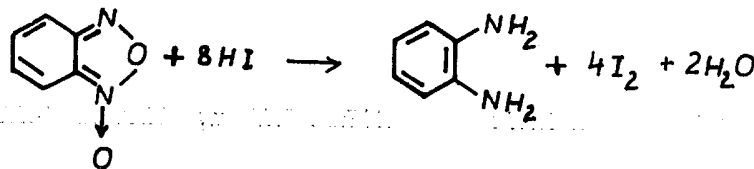
Způsob analytického stanovení benzofurazan-N-oxidu na základě reakce s jodovodíkem, kdy uvolněný jód se analyticky změří, například titrací thiosulfátem.

Vynález se týká způsobu analytického hodnocení benzofurazan-N-oxidu. Výchozí surovinou pro přípravu substituovaných chinoxalin-1,4-dioxidů, z nichž mnohé vykazují významnou biologickou aktivitu, např. jako stimulatory růstu hospodářských zvířat, bývá benzofurazan-N-oxid (I)



který se získává oxidací o-nitroanilinu. Analytické hodnocení benzofurazan-N-oxidu je tudíž významné z hlediska průběhu syntézy. Tento vynález se týká stanovení benzofurazan-N-oxidu s ohledem na možnou přítomnost nezreagovaného o-nitroanilinu. Velmi důležité je též stanovení i o-nitroanilinu v benzofurazan-N-oxidu. Podle tohoto vynálezu byl nalezen způsob, o němž bylo prokázáno, že nevede k interferenci a vzájemné kolizi obou stanovení.

Pro stanovení benzofurazan-N-oxidu podle vynálezu bylo využito reakce s jodovodíkem, resp. s činidly jodovodík poskytujícími, při níž proběhne redukce až na o-fenylendiamin



a uvolněný jod se analyticky změří s výhodou titrací thiosulfátem. o-Nitroanilin se stanoví reakcí s bromem, při které vzniká dibromderivát. Přebytečný brom se analyticky změří, s výhodou titrací po reakci s jodidem draselným thiosulfátem sodným. Následující příklad provedení podle vynálezu dokládá, ale nikterak neomezuje.

2 g vzorku se naváží do suché 50 ml odměrné baňky, rozpustí v bezvodém methanolu a doplní týmž rozpouštědlem (zásobn. roztok). 0,5 ml zásobního roztoku se v jodometrické 250 ml baňce smísí s 2 ml octové kyseliny, 1 g jodidu draselného a 10 ml 20% chlorovodíkové kyseliny. Baňka se zazátku-

je a ponechá v temnu 60 min. Poté se roztok zředí 100 ml vody a vyloučený jod se titruje odměrným roztokem thiosulfátu sodného $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ($c = 0,1 \text{ mol/l}$) na škrob jako indikátor. Současně se za stejných podmínek provede slepý pokus s 0,5 ml methanolu a případná spotřeba se odečte.

1 ml odměrného roztoku $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ($c = 0,1 \text{ mol/l}$) odpovídá 1,70138 mg benzofurazan-N-oxidu. Výsledek se přepočte na bezvodou látku, přičemž vodu je možno stanovit metodou K. Fischera ze zásobního roztoku (2 ml) po odečtení slepého pokusu na stejné množství použitého rozpouštědla.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob analytického hodnocení benzofurazan-N-oxidu, vyznačující se tím, že se jeho obsah stanoví na základě reakce benzofurazan-N-oxidu s jodovodíkem popřípadě s činidly jodovodík poskytujícími, a množství uvolněného jodu se analyticky změří.

2. Způsob analytického hodnocení benzofurazan-N-oxidu podle bodu 1, vyznačený tím, že se množství uvolněného jodu analyticky změří titrací odměrným roztokem thiosulfátu.