



ŘÁD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

217596
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 04 08 81
(21) (PV 5900-81)

(40) Zveřejněno 26 03 82

(45) Vydáno 15 09 84

(51) Int. Cl.⁵
G 01 N 31/16

[75]
Autor vynálezu JANČIK FEDIR RNDr. CSc., KÖRBL JIŘÍ ing., HAVEL KAREL, PRAHA

[54] Způsob stanovení 2-formylchinoxalin-1,4-dioxidu a/nebo jeho acetalů

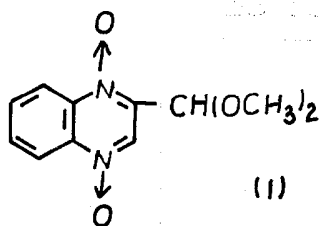
1

2

Vynález se týká způsobu stanovení 2-formylchinoxalin-1,4-dioxidu a/nebo jeho acetalů, například dimethylacetalů, výchozích sloučenin pro syntézu 2-substituovaných derivátů chinoxalin-1,4-dioxidů, používaných stimulatorů růstu hospodářských zvířat.

Podstata způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že se k roztoku zkoumaného vzorku v minerální kyselině přidá přebytek hydrochloridu semikarbazidu, reakční směs se ponechá reagovat při teplotě místnosti nebo se zahřeje a po ochlazení vyloučený semikarbazon se oddělí, vysuší a zváží; nebo se v kapalném podílu po oddělení semikarbazonu stanoví přebytečný semikarbazid oxidimetrickou, s výhodou bromometrickou titrací.

Vynález se týká způsobu stanovení 2-formylchinoxalin-1,4-dioxidu a/nebo jeho acetalů, např. dimethylacetalu, vzorce (I)



Uvedené látky jsou výchozí surovinou pro přípravu 2-substituovaných derivátů chinoxalin-1,4-dioxidů, z nichž mnohé vykazují biologickou aktivitu, např. jako stimulatory růstu hospodářských zvířat. Přesné analytické hodnocení těchto látek je tudíž významné z hlediska kontroly průběhu syntézy. Při hledání vhodné metody bylo nutno vzít v úvahu, že technické produkty mohou obsahovat významné množství benzofurazan-N-oxidu, který je předchozím stupněm syntézy. V úvahu přicházelo využití aldehydicke skupiny buď přímo, nebo po hydrolýze acetalu. Pro vypracování způsobu podle vynálezu bylo využito tvorby velmi málo rozpustného a dobře filtrovatelného semikarbazonu, jehož vzniku nebrání silně kyselé prostředí nutné k hydrolýze acetalu.

Vynález se tedy týká způsobu stanovení 2-formylchinoxalin-1,4-dioxidu a/nebo jeho acetalů; jeho podstata spočívá v tom, že se ke vzorku zkoumané substance v roztoku minerální kyseliny, např. chlorovodíkové, přidá přebytek hydrochloridu semikarbazidu, reakční směs se ponechá reagovat při teplotě místnosti nebo se zahřeje až k počínajícímu bodu varu, načež se po ochlazení vyloučená sraženina semikarbazonu oddělí, vysuší a zváží.

Lze postupovat též tak, že se oddělí vyloučená sraženina semikarbazonu a přebytečný

$$x = \frac{100 \cdot \frac{M_I}{M_{II}} \cdot \left(\frac{m_2 \cdot y}{100} - 2 \cdot \frac{M_{II}}{40} \cdot a \right)}{m_1} = \frac{211,808 \cdot \left(\frac{m_2 \cdot y}{100} - 5,5765 \cdot a \right)}{m_1}$$

Poznámka: Výsledek se přepočte na bezvodou látku; voda se stanoví K. Fischerovou

semikarbazid, obsažený v kapalném podílu se stanoví oxidimetrickou, s výhodou bromometrickou titrací.

Poněvadž semikarbazon 2-formylchinoxalin-1,4-dioxidu je v daném prostředí jen nepatrně rozpustný, jsou výsledky získané způsobem podle vynálezu vyhovující. Přebytek benzofurazan-N-oxidu stanovení neruší.

Bližší podrobnosti způsobu podle vynálezu, včetně výpočtu výsledků jsou zřejmé z následujícího příkladu provedení.

Stanovení dimethylacetalu 2-formylchinoxalin-1,4-dioxidu (M_r 236,23)

70 mg (m_1) zkoumaného vzorku látky se v 50 ml odměrné baňce smísí s 5 ml 20% chlorovodíkové kyseliny a 50 mg (m_2) hydrochloridu semikarbazidu (M_r 111,53) a re-

akční směs se zahřeje k počínajícímu varu, přičemž dochází k vylučování semikarbazonu. Reakční směs se ochladí tekoucí vodou a doplní vodou po značku. Po chvíli se filtruje přes suchý filtr do suché kádinky. Z čirého filtrátu se odpipetuje 25,00 ml do titrační nádoby, přidá se 7,5 ml 20% chlorovodíkové kyseliny a přebytečný semikarbazid se titruje ampérometricky na dvojitou platinovou elektrodu odměrným roztokem bromičnanu draselného $KBrO_3$ ($c = 0,0166$ mol/l) při vloženém napětí 80 mV: spotřeba a.

Za stejných podmínek se stanoví obsah v % (y) použitého hydrochloridu semikarbazidu. Navážka 20 mg se rozpustí ve 20 ml vody a k roztoku se přidá 10 ml 20% chlorovodíkové kyseliny: spotřeba b.

$$y = \frac{b \cdot \frac{M_{II}}{40} \cdot 100}{m_2} = \frac{b \cdot 278,82}{m_2}$$

Výpočet obsahu dimethylacetalu 2-formylchinoxalin-1,4-dioxidu v % (x) se provede podle vztahu:

$$x = \frac{211,808 \cdot \left(\frac{m_2 \cdot y}{100} - 5,5765 \cdot a \right)}{m_1}$$

metodou nebo popřípadě sušením při laboratorní teplotě po dobu 24 hod.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob stanovení 2-formylchinoxalin-1,4-dioxidu a/nebo jeho acetalů, vyznačující se tím, že se ke vzorku zkoumané substance v roztoku minerální kyseliny, například chlorovodíkové kyseliny, přidá přebytek hydrochloridu semikarbazidu, reakční směs se ponechá reagovat při teplotě místnosti nebo se zahřeje až k počínajícímu varu, načež

se po ochlazení vyloučená sraženina semikarbazonu oddělí, vysuší a zváží.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se oddělí vyloučená sraženina semikarbazonu a přebytečný semikarbazid, obsažený v kapalném podílu, se stanoví oxidimetrickou, například bromometrickou titrací.