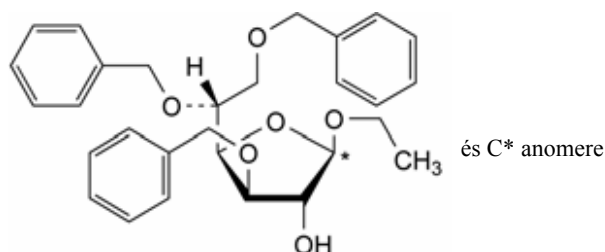


01/2008:1740
javított 7.0

TRIBENOSIDUM

Tribenozid

C₂₉H₃₄O₆
[10310-32-4]M_r 478,6

DEFINÍCIÓ

Etil-(3,5,6-tri-*O*-benzil-D-glükofuranozid) α- és β-anomerének keveréke.

Tartalom: 96,0–102,0%.

SAJÁTSÁGOK

Küllem: sárgás vagy halványsárga, tiszta, sűrűfolyó folyadék.

Oldékonyság: vízben gyakorlatilag nem oldódik; acetonban, metanolban és diklórmetánban nagyon bőségesen oldódik.

AZONOSÍTÁS

Infravörös abszorpciós spektrofotometria (2.2.24).

Mintakészítés: pasztilla.

Összehasonlítás: CRS tribenoziddal.

VIZSGÁLATOK

S oldat. 4,00 g anyagot *R metanollal* 20 ml-re oldunk.

Az oldat külleme. Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). 420 nm-en az S oldat abszorbanciája (2.2.25) legfeljebb 0,10 lehet.

Fajlagos optikai forgatóképesség (2.2.7): –31,0 és –40,0 között.

Az S oldat 2,0 ml-ét *R metanollal* 20,0 ml-re hígítjuk.

Rokon vegyületek. Folyadékkromatográfia (2.2.29).

Vizsgálati oldat (a). 1,000 g vizsgálandó anyagot 5 térfogatrész *R víz* és 95 térfogatrész *R acetonitril* elegyével 25,0 ml-re oldunk.

Vizsgálati oldat (b). 50,0 mg vizsgálandó anyagot 5 térfogatrész *R víz* és 95 térfogatrész *R acetonitril* elegyével 50,0 ml-re oldunk.

Összehasonlító oldat (a). 25,0 mg *R* benzaldehidet és 30,0 mg *CRS* tribenozid-*A*-szennyezőt *R* acetonitrillel 100,0 ml-re oldunk. Az oldat 20,0 ml-ét 50 ml-es mérőlombikba mérjük, 2,5 ml *R* vizet elegyítünk hozzá, majd *R* acetonitrillel 50,0 ml-re hígítjuk.

Összehasonlító oldat (b). 50,0 mg *CRS* tribenozidot 5 térfogatrész *R* víz és 95 térfogatrész *R* acetonitril elegyével 50,0 ml-re oldunk.

Összehasonlító oldat (c). 12,0 mg *R* benzil-étert 5 térfogatrész *R* víz és 95 térfogatrész *R* acetonitril elegyével 100,0 ml-re oldunk.

Oszlop:

- *méretei:* $l = 0,15$ m, $\varnothing = 4,6$ mm,
- *állófázis:* *R* kromatográfiás célra szánt, oktadecilszililezett szilikagél (3 μ m).

Mozgófázis:

- *A-mozgófázis:* *R* tömény foszforsav 0,1 %*V/V* töménységű oldata,
- *B-mozgófázis:* *R* acetonitril,

Idő (perc)	A-mozgófázis (% <i>V/V</i>)	B-mozgófázis (% <i>V/V</i>)
0–40	55 → 10	45 → 90
40–55	10	90

Áramlási sebesség: 1,3 ml/perc.

Detektálás: spektrofotométerrel, 254 nm-en.

Injektálás: 20 μ l; a) vizsgálati oldat, valamint a), b) és c) összehasonlító oldat.

Relatív retenciók a tribenozid β -anomerére (retenciósideje kb. 18 perc) vonatkoztatva: α -anomer kb. 1,1; C-szennyező kb. 0,2; B-szennyező kb. 0,6; D-szennyező kb. 0,8; A-szennyező kb. 1,4.

Rendszeralkalmasság: b) összehasonlító oldat:

- *csúcsfelbontás:* legalább 3,0, a tribenozid α - és β -anomere között.

Követelmények:

- *A-szennyező:* csúcsterülete nem lehet nagyobb, mint az a) összehasonlító oldat kromatogramján látható, megfelelő csúcs területének 1,7-szerese (0,5%),
- *C-szennyező:* csúcsterülete nem lehet nagyobb, mint az a) összehasonlító oldat kromatogramján látható, megfelelő csúcs területének kétszerese (0,5%); amennyiben a vizsgálati oldat kromatogramján a C-szennyező csúcsterülete nagyobb, mint az a) összehasonlító oldat kromatogramján a megfelelő csúcs területe (0,25%), a vizsgálati oldatot úgy hígítjuk, hogy a hígított oldattal kapott csúcsterület az a) összehasonlító oldat kromatogramján megjelenő, megfelelő csúcs területével egyenlő vagy annál kisebb legyen; a C-szennyező mennyiségét a hígítási faktor figyelembevételével számítjuk ki;
- *D-szennyező:* csúcsterülete nem lehet nagyobb, mint a c) összehasonlító oldat kromatogramján a főcsúcs területe (0,3%),
- *szennyezők egyenként:* csúcsterületük nem lehet nagyobb, mint az a) összehasonlító oldat kromatogramján az A-szennyező csúcsterülete (0,3%),
- *szennyezők összesen:* csúcsterületük összege nem lehet nagyobb, mint az a) összehasonlító oldat kromatogramján látható A-szennyezőnek megfelelő csúcs területének 6,7-szerese (2,0%),
- *elhanyagolási határ:* az a) összehasonlító oldat kromatogramján látható A-szennyező csúcsterületének 0,17-szorosa (0,05%).

Nehézfémek (2.4.8/B): legfeljebb 20 ppm.

Az S oldat 5,0 ml-ét *R metanollal* 20,0 ml-re hígítjuk. A hígított oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot olyan ólom-mértékoldattal (1 ppm Pb) készítjük, melyet *R ólom-mértékoldat* (100 ppm Pb) *R metanollal* történő hígításával nyertünk.

TARTALMI MEGHATÁROZÁS

Folyadékkromatográfia (2.2.29) a „Rokon vegyületek” vizsgálatban leírtak szerint, az alábbi módosítással.

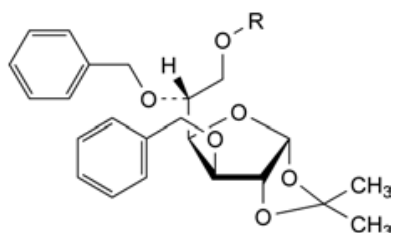
Injektálás: b) vizsgálati oldat és b) összehasonlító oldat.

Kiszámítjuk a tribenosid α - és β -anomere százalékos mennyiségének összegét.

ELTARTÁS

Nitrogén gáztérben, légmentesen záró tartályban.

SZENNYEZŐK



- A. $R = \text{CH}_2\text{-C}_6\text{H}_5$: 3,5,6-tri-*O*-benzil-1,2-*O*-(1-metiletilidén)- α -D-glükofuranóz,
- B. $R = \text{H}$: 3,5-di-*O*-benzil-1,2-*O*-(1-metiletilidén)- α -D-glükofuranóz,
- C. $\text{C}_6\text{H}_5\text{-CHO}$: benzaldehid,
- D. $\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-C}_6\text{H}_5$: dibenzil-éter.