

Solución de Cloroformiato de (+)-1-(9-Fluorenil)etilo

Tipo de Publicación	Boletín de Revisión
Fecha de Publicación	28-may-2021
Fecha Oficial	1-jun-2021
Comité de Expertos	Oficina Central

De conformidad con las Reglas y Procedimientos del Consejo de Expertos, el Comité de Expertos de la Oficina Central ha revisado el reactivo de Solución de Cloroformiato de (+)-1-(9-Fluorenil)etilo. El propósito de esta revisión es actualizar la especificación de este reactivo de acuerdo con las especificaciones de productos disponibles comercialmente.

El Boletín de Revisión del reactivo de Solución de Cloroformiato de (+)-1-(9-Fluorenil)etilo reemplaza el reactivo oficial vigente y será incorporado en una próxima publicación.

Para cualquier pregunta, por favor contactar a Margareth R. C. Marques, Científico Principal (301-816-8106 o mrm@usp.org), o Fatkhulla K. Tadjimukhamedov, Científico Sénior II (301-230-3216 o fkt@usp.org).

Solución de Cloroformiato de (+)-1-(9-Fluorenil)etilo

Para ver el Aviso del Comité de Expertos que fue publicado junto con esta revisión acelerada, hacer clic en <https://www.uspnf.com/rb-plus-1-9-fluorenyl-ethyl-chlorformate-sol-20210528-esp>.
(Solución (+)-FLEC), C₁₆H₁₃ClO₂—272,73 [107474-79-3]—
Usar un grado adecuado con una concentración de no menos de 18 mM en acetona.

Cambio en la redacción:

• PUREZA ENANTIOMÉRICA

Fase móvil: Acetonitrilo y agua (1:1)

Solución estándar: 30 µg/mL de (±)-1-(9-fluorenil)etanol en alcohol

Solución muestra: Solución de cloroformiato de (+)-1-(9-fluorenil)etilo 18 mM en acetona

Solución amortiguadora de carbonato: Transferir 338 mg de carbonato de sodio y 152 mg de bicarbonato de sodio a un matraz volumétrico de 100 mL. Disolver y diluir con agua a volumen.

Solución de hidróxido de sodio: Transferir 30 g de hidróxido de sodio a un matraz volumétrico de 100 mL, agregar 50 mL de agua hasta disolver, y enfriar y diluir con agua a volumen.

Solución amortiguadora de acetato: Transferir 0,3 mL de ácido acético glacial a un matraz volumétrico de 100 mL, agregar 90 mL de agua, ajustar con Solución de hidróxido de sodio a un pH de 4,2 y diluir con agua a volumen.

Blanco: Agua

Procedimiento: Transferir 20,0 µL de Solución muestra y de Blanco a sendos tubos de ensayo de 10 mL. Agregar 80 µL de Solución amortiguadora de carbonato a cada tubo de ensayo y tapar los tubos herméticamente. Dejar que cada solución reaccione durante 24 horas a 45° en un baño de agua. Enfriar a temperatura ambiente, agregar 5,0 mL de Solución amortiguadora de acetato a cada tubo, mezclar en un mezclador de vórtice y transferir a sendos viales.

Sistema Cromatográfico

(Ver Cromatografía (621), Aptitud del Sistema.)

Modo: HPLC

Detector: Fluorescencia

Longitud de onda de excitación: 260 nm

Longitud de onda de emisión: 315 nm

Columna: 4,6 mm × 15 cm; relleno L40 de 3,0 µm

Temperatura de la columna: 25°

Velocidad de flujo: 0,5 mL/min

Volumen de inyección: 5 µL

Tiempo de corrida: 2 veces el tiempo de retención de (±)-1-(9-fluorenil)etanol

Aptitud del Sistema

Muestras: Solución estándar, Solución muestra hidrolizada y Blanco hidrolizado

Requisitos de aptitud

Tiempos de retención relativos: Aproximadamente 0,95 para hidrolizado de cloroformiato de (–)-1-(9-fluorenil)etilo y 1,0 para hidrolizado de cloroformiato de (+)-1-(9-fluorenil)etilo

Resolución: No menos de 1,5 entre hidrolizado de cloroformiato de (–)-1-(9-fluorenil)etilo e hidrolizado de cloroformiato de (+)-1-(9-fluorenil)etilo. Ausencia de picos en los tiempos de retención para hidrolizado de cloroformiato de (–)-1-(9-fluorenil)etilo e hidrolizado de cloroformiato de (+)-1-(9-fluorenil)etilo en el Blanco hidrolizado.

Análisis

Muestras: Solución estándar y Solución muestra hidrolizada

Integrar únicamente picos en los tiempos de retención de (–)-1-(9-fluorenil)etanol y (+)-1-(9-fluorenil)etanol. No tomar en cuenta los picos extraños en el cromatograma de Solución muestra hidrolizada.

Calcular el porcentaje de cloroformiato de (+)-1-(9-fluorenil)etilo (P_A) en la porción de Cloroformiato de (+)-1-(9-Fluorenil)etilo tomada:

$$\text{Resultado} = r_A / (r_A + r_B) \times 100$$

r_A = respuesta del pico de hidrolizado de cloroformiato de (+)-1-(9-fluorenil)etilo de la Solución muestra
 r_B = respuesta del pico de hidrolizado de cloroformiato de (–)-1-(9-fluorenil)etilo de la Solución muestra

Calcular el porcentaje de cloroformiato de (–)-1-(9-fluorenil)etilo (P_B) en la porción de Cloroformiato de (+)-1-(9-Fluorenil)etilo tomada:

$$\text{Resultado} = 100 - P_A$$

Criterios de aceptación: No menos de ▲99%▲ (BR 1-jun-2021) de cloroformiato de (+)-1-(9-fluorenil)etilo y no más de ▲1%▲ (BR 1-jun-2021) de cloroformiato de (–)-1-(9-fluorenil)etilo