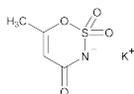


Monografías Oficiales Generales

Acesulfamo Potásico



$C_4H_4NO_4SK$ 201,24
6-Methyl-1,2,3-oxathiazine-4(3H)-one-2,2-dioxide potassium salt;

Sal potásica de 3,4-dihidro-6-metil-1,2,3-oxatiazin-4-ona-2,2-dióxido [55589-62-3].

DEFINICIÓN

El Acesulfamo Potásico contiene no menos de 99,0% y no más de 101,0% de $C_4H_4NO_4SK$, calculado con respecto a la sustancia seca.

IDENTIFICACIÓN

- **A. ABSORCIÓN EN EL INFRARROJO** <197K>
- **B. IDENTIFICACIÓN—PRUEBAS GENERALES**, *Potasio* <191>
Solución muestra: 100 mg/mL
Criterios de aceptación: Cumple con los requisitos.

VALORACIÓN

• PROCEDIMIENTO

Muestra: 150 mg

Sistema volumétrico

(Ver *Volumetría* <541>.)

Modo: Valoración directa

Solución volumétrica: Ácido perclórico 0,1 N SV

Blanco: 50 mL de ácido acético glacial

Detección del punto final: Potenciométrica

Análisis: Disolver la *Muestra* en 50 mL de ácido acético glacial. Valorar con ácido perclórico 0,1 N SV. Realizar una determinación con un blanco.

Calcular el porcentaje de acesulfamo potásico ($C_4H_4NO_4SK$) en la *Muestra*:

$$\text{Resultado} = [(V - B) \times N \times F \times 100] / W$$

V = volumen de solución volumétrica consumido por la *Muestra* (mL)

B = volumen de solución volumétrica consumido por el *Blanco* (mL)

N = normalidad real de la solución volumétrica (mEq/mL)

F = factor de equivalencia, 201,2 mg/mEq

W = peso de la *Muestra* (mg)

Criterios de aceptación: 99,0%–101,0% con respecto a la sustancia seca

IMPUREZAS

• LIMITE DE FLUORUROS

[NOTA—Usar material de plástico durante esta prueba.]

Solución A: Disolver 210 g de ácido cítrico monohidrato en 400 mL de agua. Ajustar con amoníaco concentrado a un pH de 7,0 y diluir con agua hasta 1000 mL.

Solución B: 132 mg/mL de fosfato dibásico de amonio
Solución C: Agregar 200 mL de hidróxido de amonio a una suspensión de 292 g de ácido edético en 500 mL de agua, ajustar con hidróxido de amonio a un pH entre 6 y 7, y diluir con agua hasta obtener 1000 mL.

Solución amortiguadora: Mezclar volúmenes iguales de *Solución A*, *Solución B* y *Solución C*, y ajustar con hidróxido de amonio a un pH de 7,5.

Solución madre del estándar: Pesar 0,442 g de fluoruro de sodio, previamente secado a 300° durante 12 horas, en un matraz volumétrico de 1 L, y diluir con agua a volumen. Almacenar la solución en un envase de plástico cerrado. Inmediatamente antes de usar, pipetear 5 mL de esta solución y transferir a un matraz volumétrico de 100 mL, y diluir con agua a volumen. Cada mL de esta solución contiene 10 µg de ión fluoruro.

Solución estándar A: Mezclar 0,5 mL de *Solución madre del estándar* y 15,0 mL de *Solución amortiguadora*, y diluir con agua hasta 50 mL.

Solución estándar B: Mezclar 1,0 mL de *Solución madre del estándar* y 15,0 mL de *Solución amortiguadora*, y diluir con agua hasta 50 mL.

Solución estándar C: Mezclar 1,5 mL de *Solución madre del estándar* y 15,0 mL de *Solución amortiguadora*, y diluir con agua hasta 50 mL.

Solución estándar D: Mezclar 3,0 mL de *Solución madre del estándar* y 15,0 mL de *Solución amortiguadora*, y diluir con agua hasta 50 mL.

Solución muestra: Agregar 3 g de Acesulfamo Potásico a un matraz volumétrico de 50 mL. Disolver en agua, agregar 15,0 mL de *Solución amortiguadora*, y diluir con agua a volumen.

Análisis

Muestras: *Solución estándar A*, *Solución estándar B*, *Solución estándar C*, *Solución estándar D* y *Solución muestra*

Medir concomitantemente el potencial (ver *Volumetría* <541>), en mV, de las *Soluciones estándar* y la *Solución muestra*, con un medidor de pH adecuado equipado con un electrodo específico para iones fluoruro y un electrodo de referencia de plata-cloruro de plata. Cuando se realicen las mediciones, transferir la solución a un vaso de precipitados de 25 mL y sumergir los electrodos. Insertar una barra mezcladora revestida de teflón en el vaso de precipitados, colocar el vaso de precipitados en un agitador magnético con su parte superior aislada y mezclar hasta que se alcance el equilibrio (1–2 minutos). Enjuagar y secar los electrodos entre mediciones, procurando no dañar

el cristal del electrodo específico para iones fluoruro. Medir el potencial de cada *Solución estándar* y graficar la concentración de fluoruro, en $\mu\text{g/mL}$, en función del potencial, en mV, en papel semilogarítmico. Medir el potencial de la *Solución muestra* y determinar la concentración del fluoruro a partir de la curva estándar, en $\mu\text{g/mL}$.

Calcular el contenido, en ppm, de fluoruro en la porción de Acesulfamo Potásico tomada:

$$\text{Resultado} = (V \times C/W)$$

V = volumen de la *Solución muestra* (mL)
C = concentración de fluoruro en la *Solución muestra*, a partir de la curva estándar (mg/mL)
W = peso de Acesulfamo Potásico tomado para preparar la *Solución muestra* (g)

Criterios de aceptación: No más de 3 ppm

• **METALES PESADOS, Método I (231):** No más de 10 ppm

• **PUREZA CROMATOGRÁFICA**

Solución A: 3,3 mg/mL de sulfato ácido de tetrabutilamonio

Fase móvil: Acetonitrilo y *Solución A* (2:3)

Solución de aptitud del sistema: 2 $\mu\text{g/mL}$ de ER Acesulfamo Potásico USP y de etilparabeno

Solución estándar: 0,2 $\mu\text{g/mL}$ de ER Acesulfamo Potásico USP

Solución muestra: 10 mg/mL

Sistema cromatográfico

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

Modo: HPLC

Detector: UV 227 nm

Columna: 4,6 mm \times 25 cm; relleno L1 de 5 μm

Velocidad de flujo: 1 mL/min

Volumen de inyección: 20 μL

Aptitud del sistema

Muestra: *Solución de aptitud del sistema*

Requisitos de aptitud

Resolución: No menos de 2 entre acesulfamo potásico y etilparabeno

Análisis

Muestras: *Solución estándar* y *Solución muestra*

Registrar los cromatogramas durante un tiempo de corrida de no menos de 3 veces el tiempo de retención del pico de acesulfamo potásico y medir las áreas de los picos.

Criterios de aceptación: La respuesta de cualquier pico con un tiempo de retención diferente del de acesulfamo potásico de la *Solución muestra* no excede la respuesta del pico de acesulfamo potásico de la *Solución estándar* (0,002%).

PRUEBAS ESPECÍFICAS

• **ACIDEZ o ALCALINIDAD**

Solución muestra: 4,0 g en 20 mL de agua exenta de dióxido de carbono

Análisis: Agregar 0,1 mL de azul de bromotimol SR. Si la solución es amarilla, valorar con hidróxido de sodio 0,01 N hasta producir un color azul. Si la solución es azul, valorar con ácido clorhídrico 0,01 N hasta producir un color amarillo.

Criterios de aceptación: Se requiere no más de 0,2 mL de hidróxido de sodio 0,01 N o no más de 0,2 mL de ácido clorhídrico 0,01 N.

• **PERDIDA POR SECADO (731):** Secar una muestra a 105° durante 3 horas: pierde no más de 1,0% de su peso.

REQUISITOS ADICIONALES

• **ENVASADO Y ALMACENAMIENTO:** Conservar en envases bien cerrados. Proteger de la luz. Almacenar a temperatura ambiente.

• **ESTÁNDARES DE REFERENCIA USP (11)**
ER Acesulfamo Potásico USP

Ácido Acético

Acetic acid;
Ácido acético [64-19-7].

DEFINICIÓN

El Ácido Acético es una solución que contiene no menos de 36,0% y no más de 37,0%, en peso, de $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$.

IDENTIFICACIÓN

• **A. IDENTIFICACIÓN—PRUEBAS GENERALES, Acetatos (191):**
Cumple con los requisitos.

VALORACIÓN

• **PROCEDIMIENTO**

Análisis: Colocar 6 mL en un matraz tarado con tapón de vidrio y pesar. Agregar 40 mL de agua, luego agregar fenoltaleína SR. Valorar con hidróxido de sodio 1 N SV. Cada mL de hidróxido de sodio 1 N equivale a 60,05 mg de $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$.

Criterios de aceptación: 36,0%–37,0%

IMPUREZAS

• **RESIDUOS NO VOLÁTILES**

Análisis: Evaporar 20 mL en una cápsula de porcelana tarada en un baño de vapor y secar a 105° durante 1 hora.

Criterios de aceptación: El peso del residuo no excede de 1,0 mg (0,005%).

• **CLORUROS**

Solución muestra: Ácido acético (1 en 10) en agua

Análisis: Agregar 5 gotas de nitrato de plata SR a 10 mL de la *Solución muestra*.

Criterios de aceptación: No se produce opalescencia.

• **SULFATOS**

Solución muestra: Ácido acético (1 en 10) en agua

Análisis: Agregar 5 gotas de cloruro de bario SR a 10 mL de la *Solución muestra*.

Criterios de aceptación: No se produce turbidez.

• **METALES PESADOS (231)**

Solución muestra: Al residuo obtenido en la prueba de *Residuos No Volátiles* agregar 8 mL de ácido clorhídrico 0,1 N, entibiar suavemente hasta disolver completamente y diluir con agua hasta 100 mL. Usar 10 mL de esta solución.

Criterios de aceptación: No más de 10 ppm

• **SUSTANCIAS FÁCILMENTE OXIDABLES**

Análisis: Diluir 4,0 mL en un vaso con tapón de vidrio con 20 mL de agua y agregar 0,30 mL de permanganato de potasio 0,10 N.

Criterios de aceptación: El color rosado no cambia a marrón inmediatamente y el líquido no se torna completamente marrón ni desaparece su tono rosa en menos de 30 segundos.

REQUISITOS ADICIONALES

• **ENVASADO Y ALMACENAMIENTO:** Conservar en envases impermeables.

Ácido Acético Diluido

DEFINICIÓN

El Ácido Acético Diluido es una solución que contiene, cada 100 mL, no menos de 5,7 g y no más de 6,3 g de ácido acético ($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$).