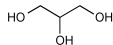


## Glicerina

DCI: Glicerol



$C_3H_8O_3$  92,10  
1,2,3-Propanetriol.  
Glicerol [56-81-5].

### Cambio en la redacción:

» La Glicerina contiene no menos de 99,0 por ciento y no más de 101,0 por ciento de  $C_3H_8O_3$ , calculado con respecto a la sustancia anhidra. • (BR 01-may-2009)

**Invasado y almacenamiento**—Conservar en envases impermeables.

**Estándares de referencia USP** <11>—ER Dietilenglicol USP. ER Etilenglicol USP. ER Glicerina USP.

**Color**—Cuando se observa hacia abajo contra una superficie blanca en un tubo para comparación de color de 50 mL, el color no es más oscuro que el correspondiente a una preparación estándar preparada diluyendo 0,40 mL de cloruro férrico SC con agua a 50 mL y observada de modo similar en un tubo para comparación de color de aproximadamente el mismo diámetro y color que el que contiene la Glicerina.

### Cambio en la redacción:

**Identificación**—[NOTA—Se determina la conformidad mediante el cumplimiento de los requisitos de las pruebas de *Identificación A, B y C*. • (BR 01-may-2009)]

**A:** Absorción en el Infrarrojo <197F>.

**B:** Límite de dietilenglicol y etilenglicol—

*Solución estándar:* 2,0 mg por mL de ER Glicerina USP; 0,050 mg por mL de ER Etilenglicol USP; 0,050 mg por mL de ER Dietilenglicol USP y 0,10 mg por mL de 2,2,2-tricloroetanol (estándar interno) en metanol.

*Solución muestra:* 50 mg por mL de Glicerina, pesados con exactitud, y 0,10 mg por mL de 2,2,2-tricloroetanol (estándar interno), pesados con exactitud, en metanol.

**Sistema Cromatográfico** (ver *Cromatografía* <621>)—Equipar un cromatógrafo de gases con un detector de ionización a la llama, una columna analítica de sílice fundida de 0,53 mm × 30 m recubierta con fase estacionaria G43 de 3,0 μm y un *split liner* desactivado, con lana de vidrio. Mantener la temperatura del inyector a 220° y la temperatura del detector a 250°. El gas transportador es helio que fluye a una velocidad de aproximadamente 4,5 mL por minuto. La relación de partición del flujo es aproximadamente 10 : 1. Programar el cromatógrafo del siguiente modo. Equilibrar la temperatura de la columna inicialmente a 100° durante 4 minutos, luego aumentarla a una velocidad de 50° por minuto hasta 120° y mantener a 120° durante 10 minutos, luego aumentarla a una velocidad de 50° por minuto hasta 220° y mantener a 220° durante 6 minutos. Inyectar en el cromatógrafo la *Solución estándar*; registrar el cromatograma según se indica en el *Procedimiento*: la resolución, *R*, entre dietilenglicol y glicerina no es menor de 1,5. [NOTA—los tiempos de retención relativos son aproximadamente 0,3 para etilenglicol; 0,6 para 2,2,2-tricloroetanol; 0,8 para dietilenglicol y 1,0 para glicerina.]

**Procedimiento**—Inyectar en el cromatógrafo aproximadamente 1 μL de la *Solución muestra*, registrar el cromatograma y medir las respuestas de los picos. Si estuviera presente un pico a los tiempos

de retención de dietilenglicol o etilenglicol en la *Solución muestra*, el cociente de respuesta relativa del pico con respecto a 2,2,2-tricloroetanol no es mayor que el cociente de respuesta relativa entre el pico de dietilenglicol o etilenglicol y el pico de 2,2,2-tricloroetanol en la *Solución estándar*; no se encuentra más de 0,10% de dietilenglicol y no se encuentra más de 0,10% de etilenglicol.

**C:** Examinar los cromatogramas obtenidos en la prueba de *Identificación B*. El tiempo de retención del pico de glicerina en el cromatograma de la *Solución muestra* se corresponde con el de la *Solución estándar*. • (BR 01-may-2009)

**Peso específico** <841>: no menos de 1,249.

**Residuo de incineración** <281>—Calentar 50 g en una cápsula de porcelana poco profunda y abierta de 100 mL hasta que se incinere y dejar que se quemé sin aplicar más calor, en un lugar sin corrientes de aire. Enfriar, humedecer el residuo con 0,5 mL de ácido sulfúrico e incinerar hasta peso constante: el peso del residuo no excede de 5 mg (0,01%).

**Agua, Método I** <921>: no más de 5,0%.

**Cloruros** <221>—Una porción de 7,0 g no presenta más cloruro que el correspondiente a 0,10 mL de ácido clorhídrico 0,020 N (0,001%).

**Sulfatos** <221>—Una porción de 10 g no presenta más sulfato que el correspondiente a 0,20 mL de ácido sulfúrico 0,020 N (aproximadamente 0,002%).

**Metales pesados** <231>—Mezclar 4,0 g con 2 mL de ácido clorhídrico 0,1 N y diluir con agua a 25 mL: el límite es de 5 μg por g.

**Límite de compuestos clorados**—Pesar con exactitud 5 g de Glicerina y colocar en un matraz de fondo redondo de 100 mL, seco, agregar 15 mL de morfolina y acoplar el matraz a un condensador de reflujo mediante una junta esmerilada. Someter a reflujo suave durante 3 horas. Enjuagar el condensador con 10 mL de agua, recoger el lavado en el matraz y con cuidado acidificar con ácido nítrico. Transferir la solución a un tubo para comparación adecuado, agregar 0,50 mL de nitrato de plata SR, diluir con agua hasta 50,0 mL y mezclar: la turbidez no es mayor que la de un blanco al que se le han agregado 0,20 mL de ácido clorhídrico 0,020 N y en el que se omite el reflujo (0,003% de Cl).

**Ácidos grasos y ésteres**—Mezclar 50 g de Glicerina con 50 mL de agua recién hervida y 5 mL de hidróxido de sodio 0,5 N SV, calentar la mezcla a ebullición durante 5 minutos, enfriar, agregar fenoltaleína SR y valorar el exceso de álcali con ácido clorhídrico 0,5 N SV. Realizar una determinación con un blanco (ver *Valoraciones Volumétricas Residuales en Volumetría* <541>): no se consume más de 1 mL de hidróxido de sodio 0,5 N.

### Eliminar lo siguiente:

• **Impurezas de dietilenglicol y etilenglicol**—

*Solución de estándar interno*—Transferir 100 mg de 2,2,2-tricloroetanol (estándar interno), pesados con exactitud, a un matraz volumétrico de 100 mL, diluir a volumen con metanol y mezclar.

*Solución madre del estándar 1*—Transferir 50 mg de ER Dietilenglicol USP, pesados con exactitud, a un matraz volumétrico de 100 mL, diluir a volumen con metanol y mezclar.

*Solución madre del estándar 2*—Transferir 50 mg de ER Etilenglicol USP, pesados con exactitud, a un matraz volumétrico de 100 mL, diluir a volumen con metanol y mezclar.

*Solución madre del estándar 3*—Transferir 50 mg de ER Glicerina USP, pesados con exactitud, a un matraz volumétrico de 100 mL, diluir a volumen con metanol y mezclar.

*Solución estándar*—Transferir 5,0 mL de la *Solución madre del estándar 1*, de la *Solución madre del estándar 2* y de la *Solución de estándar interno* a un matraz volumétrico de 100 mL, diluir a volumen con metanol y mezclar.

*Solución de resolución*—Transferir 500 mg de ER Glicerina USP a un matraz volumétrico de 10 mL, agregar 0,5 mL de la *Solución*

## 2 Glicerina

madre del estándar 1 y de la Solución madre del estándar 2, diluir a volumen con metanol y mezclar.

**Solución de prueba**—Transferir aproximadamente 5 g de Glicerina a un matraz volumétrico de 100 mL, agregar 5,0 mL de la Solución de estándar interno, diluir a volumen con metanol y mezclar.

**Sistema cromatográfico** (ver *Cromatografía* (621))—Equipar un cromatógrafo de gases con un detector de ionización a la llama y una columna analítica de sílice fundida de 0,53 mm × 30 m recubierta con fase estacionaria G43 de 3,0 μm. Mantener la temperatura del inyector a 220° y la temperatura del detector a 250°. El gas transportador es helio que fluye a una velocidad de aproximadamente 4,5 mL por minuto. La relación de partición del flujo es de aproximadamente 10 : 1. Programar el cromatógrafo del siguiente modo. Equilibrar la temperatura de la columna inicialmente a 100° durante 4 minutos, luego aumentar la temperatura a una velocidad de 50° por minuto a 120° y mantener a 120° durante 10 minutos, luego aumentarla a una velocidad de 50° por minuto a 220°, y mantener a 220° durante 6 minutos. Inyectar en el cromatógrafo la Solución estándar y registrar el cociente de la respuesta del pico y los tiempos de retención según se indica en el *Procedimiento*: los tiempos de retención relativos son aproximadamente 0,3 para etilenglicol, 0,8 para dietilenglicol y 1,0 para glicerina; la desviación estándar relativa para inyecciones repetidas de dietilenglicol no es más de 10%; y el límite de cuantificación de dietilenglicol y etilenglicol no es más de 0,025%.

**Procedimiento**—Inyectar por separado en el cromatógrafo volúmenes iguales (aproximadamente 1 μL) de la Solución estándar y de la Solución de prueba, registrar los cromatogramas y medir las respuestas de los picos de etilenglicol y dietilenglicol. Calcular el porcentaje de dietilenglicol y etilenglicol en la porción de Glicerina tomada, por la fórmula:

$$100(C_S / C_U)(R_U / R_S)$$

en donde  $C_S$  es la concentración, en mg por mL, de dietilenglicol (o etilenglicol) en la Solución estándar;  $C_U$  es la concentración, en mg por mL, de Glicerina en la Solución de prueba; y  $R_U$  y  $R_S$  son los cocientes de respuesta entre los picos de dietilenglicol (o etilenglicol) y del estándar interno obtenidos a partir de la Solución de prueba y la Solución estándar; no se encuentra más del límite de cuantificación de cada uno (0,025%). • (BR 01-may-2009)

### Agregar lo siguiente:

#### • Compuestos relacionados—

**Solución de aptitud del sistema:** 0,5 mg por mL de ER Dietilenglicol USP y de ER Glicerina USP en agua.

**Solución muestra:** 50 mg por mL de Glicerina en agua.

**Sistema cromatográfico** (ver *Cromatografía* (621))—Equipar un cromatógrafo de gases con un detector de ionización a la llama, una columna analítica de sílice fundida de 0,53 mm × 30 m recubierta con fase estacionaria G43 de 3,0 μm y un *inlet liner* con estructura de copa invertida o en espiral. Programar el cromatógrafo del siguiente modo. Equilibrar la temperatura de la columna inicialmente a 100° hasta el momento de la inyección; aumentar la temperatura a una velocidad de 7,5° por minuto hasta 220° y mantener a 220° durante 4 minutos. Mantener la temperatura del inyector a 220° y la temperatura del detector a 250°. El gas transportador es helio. La

relación de partición del flujo es aproximadamente 10 : 1 y el flujo lineal se mantiene aproximadamente a 38 cm por segundo. Inyectar en el cromatógrafo la Solución de aptitud del sistema y registrar los cromatogramas según se indica en el *Procedimiento*: la resolución,  $R$ , entre dietilenglicol y glicerina no es menor de 7,0.

**Procedimiento**—Inyectar en el cromatógrafo aproximadamente 0,5 μL de la Solución muestra, registrar el cromatograma y medir las respuestas de todos los picos. Calcular el porcentaje de cada impureza, excluyendo cualquier pico de disolvente, y de dietilenglicol en la porción de Glicerina tomada, por la fórmula:

$$100 (r_i / r_s)$$

en donde  $r_i$  es la respuesta del pico de cada impureza individual obtenida a partir de la Solución muestra; y  $r_s$  es la suma de las respuestas de todos los picos obtenidos a partir de la Solución estándar; no se encuentra más de 0,1% de cualquier impureza individual; y no se encuentra más de 1,0% de impurezas totales. • (BR 01-may-2009)

#### Valoración—

**Solución de peryodato de sodio**—Disolver 60 g de metaperyodato de sodio en suficiente cantidad de agua con 120 mL de ácido sulfúrico 0,1 N para obtener 1000 mL. No calentar para disolver el peryodato. Si la solución no es transparente, pasar por un filtro de vidrio sinterizado. Almacenar la solución en un recipiente resistente a la luz con tapón de vidrio. Determinar la aptitud de esta solución de la siguiente manera. Pipetear 10 mL y transferir a un matraz volumétrico de 250 mL, diluir a volumen con agua y mezclar. Agregar con una pipeta 50 mL de la solución de peryodato diluido sobre 550 mg de Glicerina disueltos en 50 mL de agua. Preparar un blanco agregando 50 mL de la solución de peryodato en un matraz que contenga 50 mL de agua. Dejar que las soluciones reposen durante 30 minutos, luego agregar 5 mL de ácido clorhídrico y 10 mL de yoduro de potasio SR a cada una y mezclar por rotación. Dejar en reposo durante 5 minutos, agregar 100 mL de agua y valorar con tiosulfato de sodio 0,1 N, agitando continuamente y agregando 3 mL de almidón SR cerca del punto final. El cociente entre el volumen de tiosulfato de sodio 0,1 N requerido por la mezcla de glicerina-peryodato y el requerido por el blanco debe estar comprendido entre 0,750 y 0,765.

**Procedimiento**—Transferir aproximadamente 400 mg de Glicerina, pesados con exactitud, a un vaso de precipitados de 600 mL, diluir con 50 mL de agua, agregar azul de bromotimol SR y acidificar con ácido sulfúrico 0,2 N hasta lograr un color verde definido o amarillo verdoso. Neutralizar con hidróxido de sodio 0,05 N hasta un punto final azul definido, exento de tonalidad verdosa. Preparar un blanco que contenga 50 mL de agua y neutralizar de la misma manera. Con una pipeta, colocar 50 mL de la Solución de peryodato de sodio en cada vaso de precipitados, mezclar agitando por rotación suave, cubrir con un vidrio de reloj y dejar en reposo durante 30 minutos a temperatura ambiente (que no exceda de 35°) en la oscuridad o con luz tenue. Agregar 10 mL de una mezcla de volúmenes iguales de etilenglicol y agua y dejar en reposo durante 20 minutos. Diluir cada solución con agua hasta aproximadamente 300 mL y valorar con hidróxido de sodio 0,1 N SV hasta un pH de  $8,1 \pm 0,1$  para la muestra en análisis y  $6,5 \pm 0,1$  para el blanco, usando un medidor de pH. Cada mL de hidróxido de sodio 0,1 N, después de la corrección por el blanco, equivale a 9,210 mg de  $C_3H_8O_3$ .