



Application Note AN-C-183

# Potassio nelle compresse effervescenti di bicarbonato di potassio per sospensione orale secondo la USP

## Validazione del metodo secondo la U.S. Pharmacopoeia

Le compresse effervescenti di bicarbonato di potassio sono utilizzate per prevenire bassi livelli di potassio nel sangue [1]. I produttori e i laboratori farmaceutici sono obbligati a utilizzare le monografie della United States Pharmacopeia (USP) e del National Formulary (NF) per testare farmaci e formulazioni.

L'USP ha intrapreso un'iniziativa globale per

modernizzare molte delle loro monografie esistenti. In alternativa alla spettroscopia di assorbimento atomico (AAS), la cromatografia ionica (IC) con rilevamento della conducibilità non soppressa è stata approvata dall'USP come metodo validato per quantificare il contenuto di potassio nelle compresse effervescenti di bicarbonato di potassio per soluzione orale [2].

La colonna Metrosep C 6 - 150/4.0 (L76) fornisce la necessaria separazione del potassio. Tutti i criteri di accettazione della monografia USP «Potassium Bicarbonate Effervescent Tablets for Oral Solution»

In questo studio applicativo sono state valutate compresse effervescenti di bicarbonato di potassio per soluzione orale (Effer-K 25 mEq, potassio 978 mg, non aromatizzate) provenienti da due diversi lotti. Le soluzioni madre del campione con nominalmente 4890 mg/L di potassio sono state preparate da almeno 20 compresse finemente polverizzate. Una piccola quantità (47,2 mg) della polvere risultante è stata trasferita in un matraccio tarato da 2000 ml.

sono soddisfatti. Il presente metodo IC è stato convalidato secondo USP General Chapter <621> della cromatografia [3].

Sono stati aggiunti 200 mL di acqua ultrapura e il pallone è stato agitato fino a quando l'effervescenza è cessata. Quindi la soluzione è stata diluita a volume con acqua ultrapura e miscelata bene.

Le soluzioni campione con nominalmente 15,0 mg/L di potassio sono state preparate trasferendo 1,533 mL della soluzione madre campione in un matraccio tarato da 500 mL, quindi diluite a volume con acqua ultrapura e miscelate bene.



**Figure 1.** Configurazione strumentale che include un 930 Compact IC Flex Oven/Deg e un 858 Professional Sample Processor.

## ANALISI

La soluzione standard di lavoro di 15 µg/mL di potassio è stata preparata da uno standard di riferimento USP certificato da 1000 µg/mL di potassio. I campioni e le soluzioni standard sono stati iniettati direttamente nell'IC utilizzando un 858 Professional Sample Processor (**Figura 1**). Il potassio è stato

separato da tutti gli altri cationi usando una colonna Metrosep C 6 - 150/4.0 (L76) e il segnale è stato registrato con un rivelatore di conducibilità.

La calibrazione è stata eseguita utilizzando un singolo standard a 15 µg/mL che è stato iniettato sei volte. I campioni sono stati analizzati in duplice.

**Tabella 1.** Parametri del metodo IC secondo la monografia USP «Potassium Bicarbonate Effervescent Tablets for Oral Solution» [2].

Colonna con impaccamento L76	Metrosep C 6 - 150/4.0
Eluent	4 mmol/L nitric acid
Flow rate	0.9 mL/min
Temperature	30 °C
Injection volume	20 µL
Detection	Direct conductivity

## RISULTATI

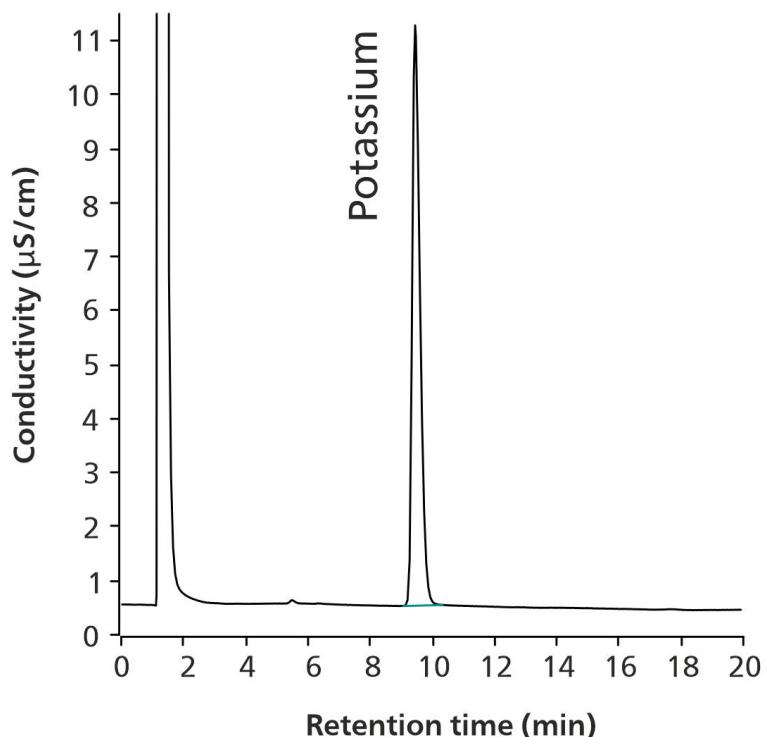
L'analisi IC del contenuto di potassio è stato convalidato secondo la monografia USP «Potassium Bicarbonate Effervescent Tablets for Oral Solution» [2]. L'accuratezza della determinazione del potassio è stata calcolata come 100% (**Figure 2**).

Tutti i criteri di accettazione sono stati soddisfatti, ad es. l'asimmetria (fattori di scodamento) per il picco di potassio era <2 o la deviazione standard relativa (%RSD) delle soluzioni standard era <0,5% (n=6) (**Tabella 2**).

**Tabella 2.** Criteri di accettazione richiesti secondo la monografia USP «Potassium Bicarbonate Effervescent Tablets for Oral Solution» [2].

Parametro	Actual	USP requirement	Stato
% RSD standard solution (n=6)	0.05	NMT 0.5	Pass
Tailing factor	1.5	NMT 2.0	Pass
Resolution	3.89	NLT 3.0	Pass
Solution stability	0.08%	NMT 1.0%	Pass
Assay recovery	100.0%	90–110%	Pass
% RSD assay (n=6)	0.15%	NMT 1.0%	Pass

## RISULTATI



**Figura 2.** Cromatogramma di 15,0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  di potassio nella soluzione del campione (recupero del 100,0% della concentrazione nominale).

## CONCLUSIONE

Il metodo IC presentato per il potassio in compresse effervescenti di bicarbonato di potassio per soluzione orale con la colonna Metrosep C 6 (materiale di imballaggio L76) è ufficialmente incluso nell'USP. La robustezza e l'affidabilità del metodo è stata

dimostrata seguendo le linee guida del USP General Chapter <621> [3]. La configurazione presentata è adatta per quantificare il potassio in base ai requisiti USP.

## RIFERIMENTI

1. Kardalas, E.; Paschou, S.S.; Anagnostis, P.; et al. Hypokalemia: a clinical update. *Endocrine Connections* 2018, 7(4), R135–R146.  
<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC5881435/>
2. U.S. Pharmacopeia. USP-NF Potassium Bicarbonate Effervescent Tablets for Oral Solution. *Monograph*.  
[https://doi.usp.org/USPNF/USPNF\\_M67194\\_02\\_01.html](https://doi.usp.org/USPNF/USPNF_M67194_02_01.html)
3. <621> Chromatography.  
[https://doi.org/10.31003/USPNF\\_M99380\\_01\\_01](https://doi.org/10.31003/USPNF_M99380_01_01)

## RIFERIMENTI

Internal references: AW IC IN6-1888-062018

## CONTACT

Metrohm Italiana Srl  
Via G. Di Vittorio, 5  
21040 Origgio (VA)

[info@metrohm.it](mailto:info@metrohm.it)

## CONFIGURAZIONE



### 930 Compact IC Flex Oven/Deg

Il 930 Compact IC Flex Oven/Deg è l'intelligente strumento Compact-IC con **forno della colonna**, **senza soppressione** e con **Degasser** incorporato. Lo strumento può essere impiegato con qualsiasi metodo di separazione e di rilevamento.

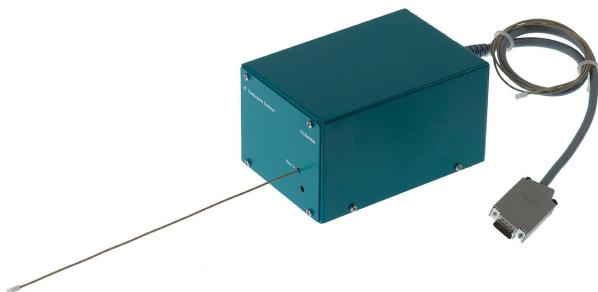
Campi d'impiego tipici:

- Determinazione di anioni e cationi senza soppressione con rilevamento della conduttività
- Applicazioni semplici con rilevamento UV/VIS o amperometrico



### 858 Professional Sample Processor – Pump

L'858 Professional Sample Processor – Pump per il trattamento di campioni con volumi compresi tra 500 µL e 500 mL. Il trasferimento del campione avviene o attraverso la pompa peristaltica bidirezionale a doppio canale integrata o tramite un 800 Dosino.



### IC Conductivity Detector

Rilevatore della conducibilità ad alte prestazioni compatto e intelligente per gli strumenti IC intelligenti. Eccellente stabilità di temperatura, la completa elaborazione del segnale all'interno del blocco del rivelatore protetto e DSP – Digital Signal Processing – di ultima generazione garantiscono la massima precisione della misura. Grazie al range dinamico di lavoro non sono necessari cambiamenti (anche non automatici) del range di misura.