

01/2008:20410

04/2010:20414

2.4.10. PLOMB DANS LES SUCRES

Déterminez la quantité de plomb par spectrométrie d'absorption atomique (2.2.23, *Procédé II*).

Solution à examiner. Dissolvez 20,0 g de substance à examiner dans un mélange à volumes égaux d'*acide acétique dilué R* et d'*eau R*, puis complétez à 100,0 mL avec le même mélange de solvants. Ajoutez 2,0 mL d'une solution limpide de *pyrrolidinedithiocarbamate d'ammonium R* à 10 g/L et 10,0 mL de *méthylisobutylcétone R*, puis agitez à l'abri d'une lumière vive pendant 30 s. Laissez séparer les 2 phases et utilisez la phase méthylisobutylcétonique.

Solutions de référence. Préparez 3 solutions de référence dans les mêmes conditions que la solution à examiner, mais en leur ajoutant respectivement 0,5 mL, 1,0 mL et 1,5 mL de *solution à 10 ppm de plomb (Pb) R* en plus des 20,0 g de substance à examiner.

Régalez l'appareil au zéro en utilisant la *méthylisobutylcétone R* traitée dans les mêmes conditions que la solution à examiner, mais sans la substance à examiner. Mesurez l'absorbance à 283,3 nm en utilisant une lampe à cathode creuse au plomb comme source de radiation et une flamme air-acétylène.

La substance à examiner ne contient pas plus de 0,5 ppm de plomb, sauf indication contraire dans la monographie.

01/2008:20411

2.4.11. PHOSPHATES

A 100 mL de la solution préparée et éventuellement neutralisée comme prescrit, ajoutez 4 mL de *réactif sulfomolybdique R3*. Agitez, puis ajoutez 0,1 mL de *solution de chlorure stanneux R1*. Préparez le témoin dans les mêmes conditions en utilisant 2 mL de *solution à 5 ppm de phosphate (PO₄) R* et 98 mL d'*eau R*. Après 10 min, comparez les colorations en utilisant 20 mL de chaque solution.

La coloration éventuelle de la solution à examiner n'est pas plus intense que celle du témoin.

01/2008:20412

2.4.12. POTASSIUM

A 10 mL de la solution prescrite, ajoutez 2 mL d'une solution récemment préparée de *tétraphénylborate de sodium R* à 10 g/L. Préparez le témoin dans les mêmes conditions en utilisant un mélange de 5 mL de *solution à 20 ppm de potassium (K) R* et de 5 mL d'*eau R*.

Après 5 min, si la solution à examiner présente une opalescence, celle-ci n'est pas plus prononcée que celle du témoin.

01/2008:20413

2.4.13. SULFATES

Toutes les solutions utilisées dans cet essai doivent être préparées à partir d'eau distillée R.

A 4,5 mL de *solution à 10 ppm de sulfate (SO₄) R1*, ajoutez 3 mL d'une solution de *chlorure de baryum R* à 250 g/L. Agitez et laissez reposer pendant 1 min. A 2,5 mL de cette solution, ajoutez 15 mL de solution à examiner et 0,5 mL d'*acide acétique R*. Préparez le témoin dans les mêmes conditions en utilisant 15 mL de *solution à 10 ppm de sulfate (SO₄) R* au lieu de la solution à examiner.

Après 5 min, si la solution à examiner présente une opalescence, celle-ci n'est pas plus prononcée que celle du témoin.

2.4.14. CENDRES SULFURIQUES⁽¹⁾

Chauffez un creuset approprié (de silice, de platine, de porcelaine ou de quartz, par exemple) à 600 ± 50 °C pendant 30 min. Laissez refroidir dans un dessiccateur sur du gel de silice ou autre desséchant approprié puis pesez. Dans le creuset, introduisez la prise d'essai puis pesez. Humectez la substance à examiner avec un peu d'*acide sulfurique R* (généralement 1 mL) et chauffez doucement, à une température aussi faible que possible, jusqu'à carbonisation complète de l'échantillon. Après refroidissement, humectez le résidu avec un peu d'*acide sulfurique R* (généralement 1 mL). Chauffez doucement jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dégagement de fumées blanches, puis calcinez à 600 ± 50 °C jusqu'à incinération complète du résidu. Veillez à ce qu'il n'y ait aucune émission de flammes lors du procédé. Laissez refroidir le creuset dans un dessiccateur sur du gel de silice ou autre desséchant approprié, puis pesez à nouveau et calculez le pourcentage de résidu.

Si la quantité du résidu ainsi obtenue dépasse la limite indiquée, répétez l'addition d'*acide sulfurique R*, puis la calcination comme précédemment pendant des périodes de 30 min jusqu'à ce que 2 pesées ne diffèrent pas de plus de 0,5 mg ou que le pourcentage de résidu soit conforme à la limite prescrite.

La quantité de substance utilisée pour l'essai (habituellement 1-2 g) est choisie de façon à obtenir, à la limite prescrite, un résidu (habituellement de l'ordre de 1 mg) qui peut être pesé avec une exactitude suffisante.

01/2008:20415
corrigé 7.0

2.4.15. NICKEL DANS LES POLYOLS

Déterminez la quantité de nickel par spectrométrie d'absorption atomique (2.2.23, *Procédé II*).

Solution à examiner. Dissolvez 20,0 g de la substance à examiner dans un mélange à volumes égaux d'*acide acétique dilué R* et d'*eau R*, puis complétez à 100,0 mL avec le même mélange de solvants. Ajoutez 2,0 mL d'une solution saturée de *pyrrolidinedithiocarbamate d'ammonium R* (à 10 g/L environ) et 10,0 mL de *méthylisobutylcétone R*, puis agitez à l'abri d'une lumière vive pendant 30 s. Laissez séparer les 2 couches et utilisez la couche méthylisobutylcétonique.

Solutions de référence. Préparez 3 solutions de référence dans les mêmes conditions que la solution à examiner, mais en leur ajoutant respectivement 0,5 mL, 1,0 mL et 1,5 mL de *solution à 10 ppm de nickel (Ni) R* en plus des 20,0 g de la substance à examiner.

Régalez l'appareil au zéro, en utilisant la *méthylisobutylcétone R* traitée comme indiqué dans la préparation de la solution à examiner sans ajouter la substance à examiner. Mesurez l'absorbance à 232,0 nm en utilisant une lampe à cathode creuse au nickel comme source de radiation et une flamme air-acétylène.

La substance à examiner ne contient pas plus de 1 ppm de nickel, sauf indication contraire dans la monographie.

01/2008:20416

2.4.16. CENDRES TOTALES

Chauffez au rouge un creuset de silice ou de platine pendant 30 min. Laissez refroidir dans un dessiccateur, puis pesez. Sauf indication contraire, introduisez dans le creuset 1,00 g de substance ou de drogue pulvérisée. Distribuez uniformément la prise d'essai à l'intérieur du creuset. Desséchez pendant 1 h à 100-105 °C, puis incinérez dans un four à moufle, à une température de 600 ± 25 °C. L'échantillon ne doit s'enflammer

(1) Ce chapitre a fait l'objet du processus d'harmonisation des pharmacopées. Voir chapitre 5.8. *Harmonisation des pharmacopées*.