

- *résolution* : au minimum 10 entre les pics dus à l'acide pidolique et à l'impureté B.

Limites :

- *impureté B* : au maximum la surface du pic principal du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (b) (1,0 pour cent),
- *impuretés non spécifiées* : pour chaque impureté, au maximum la surface du pic principal du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (c) (0,10 pour cent),
- *total des autres impuretés* : au maximum 0,5 fois la surface du pic principal du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (b) (0,5 pour cent),
- *limite d'exclusion* : 0,5 fois la surface du pic principal du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (c) (0,05 pour cent) ; ne tenez pas compte du pic correspondant à l'ion nitrate (NO_3^-).

Impureté A. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

Solution à examiner. Dissolvez 0,250 g de pidolate de magnésium dans 4 mL d'eau R et complétez à 50,0 mL avec du méthanol R.

Solution témoin (a). Dissolvez 60,0 mg d'acide glutamique R dans 50 mL d'eau R, puis complétez à 100,0 mL avec du méthanol R. Prélevez 1,0 mL de cette solution et complétez à 20,0 mL avec du méthanol R.

Solution témoin (b). Dissolvez 10 mg d'acide aspartique R et 10 mg d'acide glutamique R dans de l'eau R et complétez à 25 mL avec le même solvant. Prélevez 1 mL de solution et complétez à 10 mL avec de l'eau R.

Plaque : plaque au gel de silice pour CCM R.

Phase mobile : acide acétique glacial R, eau R, butanol R (20:20:60 V/V/V).

Dépôt : 5 μL .

Développement : sur les 2/3 de la plaque.

Séchage : à l'air.

Détection : pulvérisez de la solution de ninhydrine R et chauffez à 100-105 °C pendant 15 min.

Conformité du système : solution témoin (b) :

- le chromatogramme présente 2 taches nettement séparées.

Limite :

- *impureté A* : s'il apparaît une tache due à l'impureté A, elle n'est pas plus intense que la tache du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (a) (0,6 pour cent).

Chlorures (2.4.4) : au maximum 500 ppm.

Prélevez 1,0 mL de solution S et complétez à 15,0 mL avec de l'eau R.

Nitrates. Examinez le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner dans l'essai des substances apparentées.

Limite :

- *nitrates* : au maximum la surface du pic principal du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (d) (200 ppm).

Sulfates (2.4.13) : au maximum 0,1 pour cent.

Prélevez 1,5 mL de solution S et complétez à 15,0 mL avec de l'eau distillée R.

Arsenic (2.4.2, Procédé A) : au maximum 2 ppm, déterminé sur 5,0 mL de solution S.

Fer (2.4.9) : au maximum 200 ppm.

Prélevez 0,5 mL de solution S et complétez à 10 mL avec de l'eau R.

Métaux lourds (2.4.8) : au maximum 20 ppm.

12 mL de solution S satisfont à l'essai A. Préparez la solution témoin avec la solution à 2 ppm de plomb (Pb) R.

Eau (2.5.12) : au maximum 8,0 pour cent, déterminé sur 0,200 g de pidolate de magnésium.

DOSAGE

Dissolvez 0,300 g de pidolate de magnésium dans 50 mL d'eau R et effectuez le dosage du magnésium par complexométrie (2.5.11).

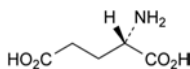
1 mL d'édétate de sodium 0,1 M correspond à 2,431 mg de Mg.

CONSERVATION

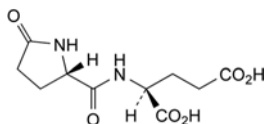
En récipient étanche.

IMPURETÉS

Impuretés spécifiées : A, B.



A. acide (2S)-2-aminopentanedioïque (acide glutamique),



B. acide (2S)-2-[[[(2S)-5-oxopyrrolidin-2-yl]carbonyl]amino]pentanedioïque.

07/2010:0229

MAGNÉSIUM (STÉARATE DE)**Magnesii stearas****DÉFINITION**

Composé du magnésium et d'un mélange d'acides organiques solides, principalement constitué de stéarate de magnésium et de palmitate de magnésium en proportions variables, d'origine animale ou végétale.

Teneur :

- *magnésium* (Mg ; A_r 24,305) : 4,0 pour cent à 5,0 pour cent (substance desséchée),
- *acide stéarique dans la fraction des acides gras* : au minimum 40,0 pour cent,
- *somme des acides stéarique et palmitique dans la fraction des acides gras* : au minimum 90,0 pour cent.

CARACTÈRES

Aspect : poudre blanche, très fine, légère, onctueuse au toucher.

Solubilité : pratiquement insoluble dans l'eau et dans l'éthanol anhydre.

IDENTIFICATION

Première identification : C, D.

Seconde identification : A, B, D.

A. Point de solidification (2.2.18) : au minimum 53 °C, déterminé avec le résidu obtenu dans la préparation de la solution S (voir Essai).

B. Indice d'acide (2.5.1) : 195 à 210.

Dissolvez 0,200 g du résidu obtenu dans la préparation de la solution S dans 25 mL du mélange de solvants prescrit.

C. Examinez les chromatogrammes obtenus dans le dosage de l'acide stéarique et de l'acide palmitique.

Résultats : les 2 pics principaux du chromatogramme obtenu avec la solution à examiner sont semblables quant à leur temps de rétention aux 2 pics principaux du chromatogramme obtenu avec la solution témoin.

D. A 1 mL de solution S, ajoutez 1 mL d'ammoniaque dilué R1. Il se forme un précipité blanc qui se dissout après addition de 1 mL de solution de chlorure d'ammonium R. Ajoutez 1 mL d'une solution de phosphate disodique R à 120 g/L. Il se forme un précipité cristallin blanc.

ESSAI

Solution S. A 5,0 g de stéarate de magnésium, ajoutez 50 mL d'*éther exempt de peroxydes R*, 20 mL d'*acide nitrique dilué R* et 20 mL d'*eau R*. Chauffez à reflux jusqu'à dissolution complète, puis laissez refroidir. Dans une ampoule à decanter, séparez la phase aqueuse et agitez la phase étherée avec 2 fois 4 mL d'*eau R*. Réunissez les phases aqueuses, lavez avec 15 mL d'*éther exempt de peroxydes R* et complétez à 50,0 mL avec de l'*eau R* (solution S). Evaporez la phase étherée à siccité et desséchez le résidu à 100-105 °C. Le résidu sert aux identifications A et B.

Acidité ou alcalinité. A 1,0 g de stéarate de magnésium, ajoutez 20 mL d'*eau exempte de dioxyde de carbone R*, puis chauffez à ébullition pendant 1 min en agitant constamment. Refroidissez et filtrez. A 10 mL de filtrat, ajoutez 0,05 mL de *solution de bleu de bromothymol R4*. Le virage de l'indicateur ne nécessite pas plus de 0,05 mL d'*acide chlorhydrique 0,1 M* ou d'*hydroxyde de sodium 0,1 M*.

Chlorures : au maximum 0,1 pour cent.

Prélevez 10,0 mL de solution S et complétez à 40 mL avec de l'*eau R*. Neutralisez si nécessaire avec de l'*acide nitrique R* en utilisant du *tournesol R* comme indicateur. Ajoutez 1 mL d'*acide nitrique R*, 1 mL de *nitrate d'argent 0,1 M* et complétez à 50 mL avec de l'*eau R*. Mélangez et laissez reposer pendant 5 min à l'abri de la lumière. Si la solution présente une opalescence, celle-ci n'est pas plus prononcée que celle d'une solution contenant 1,4 mL d'*acide chlorhydrique 0,02 M*.

Sulfates : au maximum 1,0 pour cent.

Prélevez 6,0 mL de solution S et complétez à 40 mL avec de l'*eau R*. Neutralisez si nécessaire avec de l'*acide chlorhydrique R* en utilisant du *tournesol R* comme indicateur. Ajoutez 1 mL d'*acide chlorhydrique 3 M*, 3 mL d'une solution de *chlorure de baryum R* à 120 g/L et complétez à 50 mL avec de l'*eau R*. Mélangez et laissez reposer pendant 10 min. Si la solution présente une opalescence, celle-ci n'est pas plus prononcée que celle d'une solution contenant 3,0 mL d'*acide sulfurique 0,02 M*.

Cadmium : au maximum 3 ppm.

Spectrométrie d'absorption atomique (2.2.23, *Procédé II*).

Utilisez, pour préparer toutes les solutions aqueuses et pour rincer la verrerie avant emploi, de l'eau préalablement désionisée sur une résine échangeuse d'ions à lit mixte (fortement acide, fortement basique). Employez exclusivement des réactifs ayant une teneur en cadmium, en plomb et en nickel aussi faible que possible, et conservez toutes les solutions de réactifs dans des récipients de verre borosilicaté. Nettoyez la verrerie avant emploi en la faisant tremper dans de l'acide nitrique 8 M chaud pendant 30 min, puis en rinçant avec de l'eau désionisée.

Solution à blanc. Prélevez 25 mL d'*acide nitrique exempt de cadmium et de plomb R* et complétez à 100,0 mL avec de l'*eau R*.

Solution de modificateur. Dissolvez 20 g de *dihydrogénophosphate d'ammonium R* et 1 g de *nitrate de magnésium R* dans de l'*eau R*, puis complétez à 100 mL avec le même solvant. On peut également utiliser un modificateur de matrice approprié, recommandé par le fabricant du spectromètre.

Solution à examiner. Dans une bombe à minéralisation en polytétrafluoroéthylène, introduisez 0,100 g de stéarate de magnésium et ajoutez 2,5 mL d'*acide nitrique exempt de cadmium et de plomb R*. Fermez et scellez la bombe selon les instructions du fabricant. Avant d'utiliser une bombe à minéralisation, il est impératif de bien se familiariser avec les consignes de sécurité et d'utilisation, et de se conformer strictement aux instructions du fabricant concernant l'entretien et la maintenance des bombes. Il faut éviter d'utiliser des bombes ou enceintes à revêtement métallique ayant déjà été utilisées avec de l'acide chlorhydrique, en

raison des risques de contamination résultant de la corrosion du métal par l'acide. Procédez à la minéralisation à 170 °C pendant 3 h. Laissez refroidir lentement à l'air jusqu'à température ambiante, suivant les instructions du fabricant. Placez la bombe sous une hotte et ouvrez-la avec précaution en raison des risques de dégagement de gaz corrosifs. Dissolvez le résidu dans de l'*eau R* et complétez à 10,0 mL avec le même solvant.

Solution de référence. Préparez une solution contenant 0,0030 µg/mL de cadmium à partir d'une solution à 0,00825 µg/mL de *nitrate de cadmium tétrahydraté R* diluée avec la solution à blanc.

Prélevez 1,0 mL de solution à examiner et complétez à 10,0 mL avec la solution à blanc. Préparez des mélanges de cette solution, de la solution de référence et de la solution à blanc dans les proportions suivantes : (1,0:0:1,0 V/V/V), (1,0:0,5:0,5 V/V/V), (1,0:1,0:0 V/V/V). A chaque mélange, ajoutez 50 µL de solution de modificateur, puis homogénéisez. Ces solutions contiennent respectivement 0 µg, 0,00075 µg et 0,0015 µg de cadmium par millilitre, provenant de la solution de référence. Le reste de la solution à examiner est utilisé pour les essais du plomb et du nickel.

Source : lampe à cathode creuse au cadmium.

Longueur d'onde : 228,8 nm.

Dispositif d'atomisation : four.

Tube : à revêtement pyrolytique, avec plate-forme intégrée.

Conditions opératoires : opérez selon le programme de température recommandé par le fabricant pour le cadmium ; le programme suivant, donné à titre d'exemple, est approprié :

Etape	Température finale (°C)	Rampe (s)	Palier (s)
Dessiccation	110	10	20
Calcination	600	10	30
Atomisation	1800	0	5

Plomb : au maximum 10 ppm.

Spectrométrie d'absorption atomique (2.2.23, *Procédé II*).

Utilisez, pour préparer toutes les solutions aqueuses et pour rincer la verrerie avant emploi, de l'eau préalablement désionisée sur une résine échangeuse d'ions à lit mixte (fortement acide, fortement basique). Employez exclusivement des réactifs ayant une teneur en cadmium, en plomb et en nickel aussi faible que possible, et conservez toutes les solutions de réactifs dans des récipients de verre borosilicaté. Nettoyez la verrerie avant emploi en la faisant tremper dans de l'acide nitrique 8 M chaud pendant 30 min, puis en rinçant avec de l'eau désionisée.

Solution à blanc. Utilisez la solution décrite dans l'essai du cadmium.

Solution de modificateur. Utilisez la solution décrite dans l'essai du cadmium.

Solution à examiner. Utilisez la solution décrite dans l'essai du cadmium.

Solution de référence. Préparez une solution à 0,100 µg/mL de plomb à partir de la *solution à 100 ppm de plomb (Pb) R* diluée avec la solution à blanc.

Préparez des mélanges de la solution à examiner, de la solution de référence et de la solution à blanc dans les proportions suivantes : (1,0:0:1,0 V/V/V), (1,0:0,5:0,5 V/V/V), (1,0:1,0:0 V/V/V). A chaque mélange, ajoutez 50 µL de solution de modificateur, puis homogénéisez. Ces solutions contiennent respectivement 0 µg, 0,025 µg et 0,05 µg de plomb par millilitre, provenant de la solution de référence.

Source : lampe à cathode creuse au plomb.

Longueur d'onde : 283,3 nm.

Dispositif d'atomisation : four.

Tube : à revêtement pyrolytique, avec plate-forme intégrée.

Conditions opératoires : opérez selon le programme de température recommandé par le fabricant pour le plomb ; le programme suivant, donné à titre d'exemple, est approprié :

Etape	Température finale (°C)	Rampe (s)	Palier (s)
Dessiccation	110	10	20
Calcination	450	10	30
Atomisation	2000	0	5

Nickel : au maximum 5 ppm.

Spectrométrie d'absorption atomique (2.2.23, Procédé II).

Utilisez, pour préparer toutes les solutions aqueuses et pour rincer la verrerie avant emploi, de l'eau préalablement désionisée sur une résine échangeuse d'ions à lit mixte (fortement acide, fortement basique). Employez exclusivement des réactifs ayant une teneur en cadmium, en plomb et en nickel aussi faible que possible, et conservez toutes les solutions de réactifs dans des récipients de verre borosilicaté. Nettoyez la verrerie avant emploi en la faisant tremper dans de l'acide nitrique 8 M chaud pendant 30 min, puis en rinçant avec de l'eau désionisée.

Solution à blanc. Utilisez la solution décrite dans l'essai du cadmium.

Solution de modificateur. Dissolvez 20 g de dihydrogénophosphate d'ammonium R dans de l'eau R, puis complétez à 100 mL avec le même solvant. On peut également utiliser un modificateur de matrice approprié recommandé par le fabricant du spectromètre.

Solution à examiner. Utilisez la solution décrite dans l'essai du cadmium.

Solution de référence. Préparez une solution à 0,050 µg/mL de nickel à partir d'une solution à 0,2477 µg/mL de nitrate de nickel hexahydraté R diluée avec la solution à blanc.

Préparez des mélanges de la solution à examiner, de la solution de référence et de la solution à blanc dans les proportions suivantes : (1,0:0:1,0 V/V/V), (1,0:0,5:0,5 V/V/V), (1,0:1,0:0 V/V/V). A chaque mélange, ajoutez 50 µL de solution de modificateur, puis homogénéisez. Ces solutions contiennent respectivement 0 µg, 0,0125 µg et 0,025 µg de nickel par millilitre, provenant de la solution de référence.

Source : lampe à cathode creuse au nickel.

Longueur d'onde : 232,0 nm.

Dispositif d'atomisation : four.

Tube : à revêtement pyrolytique, avec plate-forme intégrée.

Conditions opératoires : opérez selon le programme de température recommandé par le fabricant pour le nickel ; le programme suivant, donné à titre d'exemple, est approprié :

Etape	Température finale (°C)	Rampe (s)	Palier (s)
Dessiccation	110	10	20
Calcination	1000	20	30
Atomisation	2300	0	5

Perte à la dessiccation (2.2.32) : au maximum 6,0 pour cent, déterminé à l'étuve à 105 °C sur 1,000 g de stéarate de magnésium.

Contamination microbienne.

DGAT : critère d'acceptation 10³ UFC/g (2.6.12).

DMLT : critère d'acceptation 10² UFC/g (2.6.12).

Absence d'*Escherichia coli* (2.6.13).

Absence de salmonelles (2.6.13).

DOSAGE

Magnésium. Dans une fiole conique de 250 mL, introduisez 0,500 g de stéarate de magnésium. Ajoutez 50 mL d'un mélange à volumes égaux de butanol R et d'éthanol anhydre R, 5 mL

d'ammoniaque concentrée R, 3 mL de solution tampon chlorure d'ammonium pH 10,0 R, 30,0 mL d'édétate de sodium 0,1 M et 15 mg de mélange composé au mordant noir 11 R. Chauffez à 45-50 °C jusqu'à dissolution complète et titrez par le sulfate de zinc 0,1 M jusqu'à virage du bleu au violet. Effectuez un titrage à blanc.

1 mL d'édétate de sodium 0,1 M correspond à 2,431 mg de Mg.

Acide stéarique et acide palmitique. Chromatographie en phase gazeuse (2.2.28) : utilisez le procédé de normalisation.

Solution à examiner. Dans une fiole conique munie d'un réfrigérant à reflux, dissolvez 0,10 g de stéarate de magnésium dans 5 mL de solution méthanolique de trifluorure de bore R. Chauffez à reflux pendant 10 min. Ajoutez 4 mL d'heptane R à travers le réfrigérant et chauffez à nouveau à reflux pendant 10 min. Laissez refroidir. Ajoutez 20 mL de solution saturée de chlorure de sodium R. Agitez et laissez séparer les phases. Desséchez la phase organique sur 0,1 g de sulfate de sodium anhydre R (préalablement lavé avec de l'heptane R). Prélevez 1,0 mL de solution et complétez à 10,0 mL avec de l'heptane R.

Solution témoin. Préparez la solution témoin selon les indications données pour la solution à examiner, en utilisant 50,0 mg d'acide palmitique SCR et 50,0 mg d'acide stéarique SCR au lieu du stéarate de magnésium.

Colonne :

- matériau : silice fondue,
- dimensions : l = 30 m, Ø = 0,32 mm,
- phase stationnaire : macrogol 20 000 R (épaisseur du film 0,5 µm).

Gaz vecteur : hélium pour chromatographie R.

Débit : 2,4 mL/min.

Température :

	Intervalle (min)	Température (°C)
Colonne	0 - 2	70
	2 - 36	70 → 240
	36 - 41	240
Chambre à injection		220
Détecteur		260

Détection : ionisation de flamme.

Injection : 1 µL.

Rétention relative par rapport au stéarate de méthyle : palmitate de méthyle = environ 0,9.

Conformité du système : solution témoin :

- résolution : au minimum 5,0 entre les pics dus au palmitate de méthyle et au stéarate de méthyle ;
- écart-type relatif : au maximum 3,0 pour cent de la surface des pics dus au palmitate de méthyle et au stéarate de méthyle, déterminé sur 6 injections ; au maximum 1,0 pour cent pour le rapport des surfaces des pics dus au palmitate de méthyle à celle des pics dus au stéarate de méthyle, déterminé sur 6 injections.

CARACTÉRISTIQUES LIÉES À LA FONCTIONNALITÉ

Cette section fournit des informations sur les caractéristiques qui sont reconnues comme étant des paramètres de contrôle pertinents de la (ou des) fonction(s) de la substance, lorsqu'elle est utilisée comme excipient (voir chapitre 5.15). Cette section représente une partie non obligatoire de la monographie et il n'est pas nécessaire de vérifier ces caractéristiques pour démontrer que la substance satisfait à la monographie. Le contrôle de ces caractéristiques peut néanmoins contribuer à la qualité du médicament en améliorant la constance du procédé de fabrication et la performance du médicament au cours de son utilisation. Lorsque des méthodes de contrôle sont citées, elles sont reconnues appropriées mais d'autres

méthodes peuvent également être utilisées. Lorsque des résultats sont présentés pour une caractéristique donnée, la méthode de contrôle doit être mentionnée.

Les caractéristiques suivantes peuvent être pertinentes pour le stéarate de magnésium utilisé comme lubrifiant dans les comprimés et les capsules.

Distribution de la taille des particules (2.9.31).

Surface spécifique (2.9.26, *Procédé I*). Déterminez la surface spécifique dans l'intervalle P/P_0 allant de 0,05 à 0,15.

Dégazage de l'échantillon : 2 h à 40 °C.

Thermogravimétrie (2.2.34).

01/2008:0044
corrigé 6.0

MAGNÉSIUM (SULFATE DE) HEPTAHYDRATÉ

Magnesii sulfas heptahydricus

$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
[10034-99-8]

M_r 246,5

DÉFINITION

Teneur : 99,0 pour cent à 100,5 pour cent (substance desséchée).

CARACTÈRES

Aspect : poudre cristalline blanche ou sensiblement blanche, ou cristaux brillants incolores.

Solubilité : facilement soluble dans l'eau, très soluble dans l'eau bouillante, pratiquement insoluble dans l'éthanol à 96 pour cent.

IDENTIFICATION

- La substance à examiner donne les réactions des sulfates (2.3.1).
- La substance à examiner donne la réaction du magnésium (2.3.1).

ESSAI

Solution S. Dissolvez 5,0 g de substance à examiner dans de l'eau R et complétez à 50 mL avec le même solvant.

Aspect de la solution. La solution S est limpide (2.2.1) et incolore (2.2.2, *Procédé II*).

Acidité ou alcalinité. A 10 mL de solution S, ajoutez 0,05 mL de solution de rouge de phénol R. Le virage de l'indicateur ne nécessite pas plus de 0,2 mL d'acide chlorhydrique 0,01 M ou d'hydroxyde de sodium 0,01 M.

Chlorures (2.4.4) : au maximum 300 ppm.

Prélevez 1,7 mL de solution S et complétez à 15 mL avec de l'eau R.

Arsenic (2.4.2, *Procédé A*) : au maximum 2 ppm, déterminé sur 0,5 g de substance à examiner.

Fer (2.4.9) : au maximum 20 ppm.

Prélevez 5 mL de solution S et complétez à 10 mL avec de l'eau R.

Métaux lourds (2.4.8) : au maximum 10 ppm.

12 mL de solution S satisfont à l'essai A. Préparez la solution témoin avec la solution à 1 ppm de plomb (Pb) R.

Perte à la dessiccation (2.2.32) : 48,0 pour cent à 52,0 pour cent, déterminé à l'étuve à 110-120 °C pendant 1 h, puis à 400 °C jusqu'à masse constante sur 0,500 g de substance à examiner.

DOSAGE

Dissolvez 0,450 g de substance à examiner dans 100 mL d'eau R. Effectuez le dosage du magnésium par complexométrie (2.5.11).

1 mL d'édétate de sodium 0,1 M correspond à 12,04 mg de MgSO_4 .

07/2010:0403

MAGNÉSIUM (TRISILICATE DE)

Magnesii trisilicas

DÉFINITION

Le trisilicate de magnésium a une composition variable correspondant approximativement à $\text{Mg}_2\text{Si}_3\text{O}_8 \cdot x\text{H}_2\text{O}$.

Teneur :

- oxyde de magnésium (MgO ; M_r 40,30) : au minimum 29,0 pour cent (substance calcinée),
- dioxyde de silicium (SiO_2 ; M_r 60,1) : au minimum 65,0 pour cent (substance calcinée).

CARACTÈRES

Aspect : poudre blanche ou sensiblement blanche.

Solubilité : pratiquement insoluble dans l'eau et dans l'éthanol à 96 pour cent.

IDENTIFICATION

- 0,25 g de trisilicate de magnésium donne la réaction des silicates (2.3.1).
- 1 mL de solution S (voir Essai) neutralisé par la solution diluée d'hydroxyde de sodium R donne la réaction du magnésium (2.3.1).

ESSAI

Solution S. Chauffez à ébullition, en agitant fréquemment, 2,0 g de trisilicate de magnésium et un mélange de 4 mL d'acide nitrique R et de 4 mL d'eau distillée R. Ajoutez 12 mL d'eau distillée R et laissez refroidir. Filtrez ou centrifugez jusqu'à obtention d'une solution limpide et complétez à 20 mL avec de l'eau distillée R.

Alcalinité. Dans une fiole conique de 200 mL, introduisez 10,0 g de trisilicate de magnésium et 100,0 g d'eau R. Chauffez au bain-marie pendant 30 min. Refroidissez et rétablissez la masse initiale en ajoutant de l'eau R. Laissez reposer, filtrez ou centrifugez jusqu'à obtention d'un liquide limpide. Prélevez 10 mL de ce liquide et ajoutez 0,1 mL de solution de phénolphthaléine R. Le virage de l'indicateur ne nécessite pas plus de 1,0 mL d'acide chlorhydrique 0,1 M.

Sels hydrosolubles : au maximum 1,5 pour cent.

Dans une capsule de platine, évaporez au bain-marie à siccité 20,0 mL du liquide obtenu au cours de l'essai d'alcalinité, puis calcinez à 900 ± 50 °C jusqu'à masse constante. La masse du résidu est au maximum de 30 mg.

Chlorures (2.4.4) : au maximum 500 ppm.

Prélevez 0,5 mL de solution S et complétez à 15 mL avec de l'eau R. Préparez le témoin avec un mélange de 5 mL de solution à 5 ppm de chlorure (Cl) R et de 10 mL d'eau R.

Sulfates (2.4.13) : au maximum 0,5 pour cent.

Prélevez 0,3 mL de solution S et complétez à 15 mL avec de l'eau distillée R.

Arsenic (2.4.2, *procédé A*) : au maximum 4 ppm, déterminé sur 2,5 mL de solution S.

Métaux lourds (2.4.8) : au maximum 40 ppm.

Neutralisez 10 mL de solution S avec de l'ammoniaque diluée R1 en utilisant comme indicateur externe la solution de jaune de méthanile R, puis complétez à 20 mL avec de l'eau R. Filtrez si nécessaire. 12 mL de cette solution satisfont à l'essai A. Préparez la solution témoin avec la solution à 2 ppm de plomb (Pb) R.

Perte à la calcination : 17 pour cent à 34 pour cent, déterminé dans un creuset de platine sur 0,5 g de trisilicate de magnésium par calcination à 900 ± 50 °C jusqu'à masse constante.