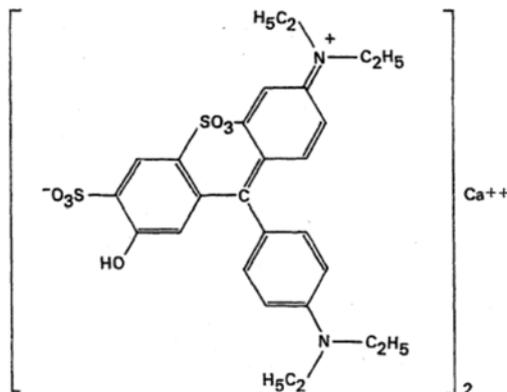


BLEU PATENTÉ V

Caeruleum protectum V



C₅₄H₆₂CaN₄O₁₄S₄

M_r 1159

DÉFINITION

Bis[[[(diéthylamino)-4-phényl][(diéthyliminio)-4-cyclohexadiène-2,5-ylidène]méthyl]-4-hydroxy-6-benzènesulfonate-1,3] de calcium.

Teneur : au minimum 85,0 pour cent (substance desséchée).

CARACTÈRES

Aspect : poudre bleu foncé.

Solubilité : assez soluble dans l'eau, peu soluble dans l'éthanol anhydre, très peu soluble à pratiquement insoluble dans l'acétone et pratiquement insoluble dans le chlorure de méthylène.

La solution à 1 g/L est verte à pH 2,5 et bleu-vert à pH 7.

IDENTIFICATION

A. Spectrophotométrie d'absorption dans l'ultraviolet et le visible (2.2.25).

Solution à examiner (a) : Prélevez 1 mL de la solution S (voir Essai) et complétez à 100 mL avec de l'acide chlorhydrique 0,1 M.

Solution à examiner (b) : Prélevez 1 mL de la solution S et complétez à 200 mL avec de l'hydroxyde de sodium 0,1 M.

Région spectrale : 230-650 nm pour la solution à examiner (a) ; 230-650 nm pour la solution à examiner (b).

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.

Maximums d'absorption : à 265 ± 5 nm, à 415 ± 5 nm et à 635 ± 5 nm pour la solution à examiner (a) ; à 263 ± 5 nm, à 310 ± 5 nm, à 405 ± 5 nm et à 628 ± 5 nm pour la solution à examiner (b).

- B. Examinez les chromatogrammes obtenus dans l'essai des colorants apparentés. La tache principale du chromatogramme obtenu avec la solution à examiner (b) est semblable quant à sa position, sa coloration et ses dimensions, à la tache principale du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (a).
- C. Dissolvez 0,1 g de bleu patenté V dans de l'eau R et complétez à 100 mL avec le même solvant. A 0,5 mL de cette solution, ajoutez 0,2 mL de solution de chlorure stanneux R. Il apparaît une coloration jaune.

ESSAI

Solution S. Dissolvez 50 mg de bleu patenté V dans de l'eau R et complétez à 50 mL avec le même solvant.

Aspect de la solution. La solution S à 10 pour cent V/V est limpide (2.2.1).

Colorants apparentés. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

Mélange de solvants : eau R, méthanol R (50:50 V/V).

Solution à examiner (a). Dissolvez 40 mg de bleu patenté V dans le mélange de solvants et complétez à 10 mL avec le même mélange de solvants.

Solution à examiner (b). Prélevez 2 mL de la solution à examiner (a) et complétez à 10 mL avec le mélange de solvants.

Solution témoin (a). Dissolvez 40 mg de bleu patenté V SCR fr dans le mélange de solvants et complétez à 50 mL avec le même mélange de solvants.

Solution témoin (b). Prélevez 5 mL de la solution témoin (a) et complétez à 20 mL avec le mélange de solvants.

Solution témoin (c). Prélevez 5 mL de la solution témoin (a) et complétez à 100 mL avec le mélange de solvants.

Plaque : plaque recouverte de gel de silice G R.

Phase mobile : ammoniacque concentrée R, eau R, éthanol anhydre R, butanol R (10:25:25:50 V/V/V/V).

Dépôt : 5 µL de la solution à examiner (a) et des solutions témoins (b) et (c).

Développement : sur les 3/4 de la plaque.

Limites :

– *impuretés non spécifiées* : s'il apparaît d'autres taches, aucune d'entre elles n'est plus intense que la tache principale du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (b) (5 pour cent) et une seule d'entre elles peut être plus intense que la tache principale du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (c) (1 pour cent).

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.

Produits extractibles par l'éther. *Utilisez de l'éther anhydre R.* Dans une fiole jaugée de 200 mL, introduisez 2,0 g de bleu patenté V préalablement desséché sous vide à 60 °C (2.2.32) et complétez à 200 mL avec de l'éther anhydre R. Agitez mécaniquement pendant 30 min. Filtrez. Prélevez 100 mL de filtrat et évaporez à siccité sous vide à 20°C au maximum. Desséchez le résidu dans un dessiccateur jusqu'à masse constante. La masse du résidu n'est pas supérieure à 5 mg (0,5 pour cent).

Produits insolubles dans l'eau : au maximum 40 ppm.

Dissolvez 2,0 g de bleu patenté V dans 200 mL d'eau R, en chauffant vers 90 °C. Laissez refroidir, puis filtrez sur un filtre de verre fritté (16) préalablement desséché à 100-105 °C et taré. Lavez le résidu avec de l'eau R jusqu'à obtention d'un filtrat incolore, puis desséchez-le à 100-105 °C jusqu'à masse constante. La masse du résidu n'est pas supérieure à 4 mg (0,2 pour cent).

Amines primaires aromatiques. Dissolvez le résidu obtenu dans l'essai des produits extractibles par l'éther dans 10 mL de toluène R. Prélevez 2,5 mL de la solution, ajoutez 6 mL d'eau R et 4 mL d'acide chlorhydrique 0,1 M. Agitez énergiquement, laissez reposer et éliminez la phase organique. A la phase aqueuse, ajoutez 0,4 mL d'une solution extemporanée de nitrite de sodium R à 2,5 g/L. Mélangez et laissez reposer pendant 1 min. Ajoutez 0,8 mL d'une solution de sulfamate d'ammonium R à 5 g/L et laissez reposer pendant 1 min. Ajoutez 2 mL d'une solution de dichlorhydrate de naphtyléthylènediamine R à 5 g/L. Laissez reposer pendant 1 h. Si la solution à examiner présente une coloration, celle-ci n'est pas plus intense que celle d'une solution témoin préparée en remplaçant la phase aqueuse par un mélange de 1 mL d'une solution de naphtylamine R à 0,01 g/L, de 5 mL d'eau R et de 4 mL d'acide chlorhydrique 0,1 M.

Chrome soluble : au maximum 50 ppm.

Spectrophotométrie d'absorption atomique (2.2.23, Procédé I).

Solution à examiner. Dissolvez 0,500 g de bleu patenté V dans 25 mL d'eau R en chauffant vers 90 °C. Laissez refroidir, réajustez le volume à 25,0 mL puis filtrez sur verre fritté (16).

Solutions de référence. Préparez les solutions de référence (0,5 ppm, 1 ppm et 2 ppm) à partir de la solution à 100 ppm de chrome (Cr) R.

Source : lampe à cathode creuse au chrome.

Longueur d'onde : 357,9 nm.

Dispositif d'atomisation : flamme air-acétylène.

DOSAGE

Dissolvez 50,0 mg de bleu patenté V préalablement desséché sous vide à 60 °C jusqu'à masse constante (2.2.32) dans une solution d'acétate d'ammonium R à 1,542 g/L récemment préparée et complétez à 100,0 mL avec la même solution. Prélevez 2,0 mL de la solution obtenue et complétez à 200,0 mL avec la solution d'acétate d'ammonium R à 1,542 g/L. Préparez dans les mêmes conditions une solution témoin avec 50,0 mg de bleu patenté V SCR fr préalablement desséché sous vide à 60 °C jusqu'à masse constante (2.2.32). Mesurez l'absorbance (2.2.25) des 2 solutions au maximum d'absorption à 640 nm environ.

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.

Calculez la teneur en $C_{54}H_{62}CaN_4O_{14}S_4$ en tenant compte des absorbances mesurées et de la concentration des solutions.

CONSERVATION

En récipient étanche.

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.

Pharmacopée française janvier 2017