

# Recherche des oxalates dans les solutions injectables de gluconate de calcium par chromatographie liquide haute performance d'échange d'ions

Dr MECHERNENE Lina Samira

Pharmacienne assistante en chimie analytique – Faculté de Médecine – Département de pharmacie – Université Aboubakr Belkaid Tlemcen

## I. Introduction :

Le Gluconate de Calcium PROAMP 10% , est un médicament mis a disposition dans le milieu hospitalier sous forme de solution injectable IV ( 50 ) à base de Calcium gluconate ( 10% ).

Il est indiqué pour le traitement des hypocalcémies (taux de calcium dans le sang anormalement bas) symptomatiques aigus.

Les principaux composants actifs sont : le Gluconate de calcium et le Glucoheptonate de calcium.

La solution contient aussi d'autres composants tel que : phosphates, chlorures, sulfates , fer , ainsi que les oxalates mais a des proportions minimales de l'ordre du **ppm** .

D'où l'intérêt de recherche des oxalates dans les solutions injectables de gluconate de calcium.

## II. Matériel et Méthode :

### 1. Principe de la méthode de dosage : HPLC d'échange d'ions

Cette technique de chromatographie est orientée vers la séparation des **ions** et des **composés polaires**.

On utilise comme phase stationnaire des **échangeurs d'ions** constitués par des matériaux portants des charges excédentaires **positives** ou **négatives**.

Ces charges sont compensées par une quantité stoechiométriquement équivalente d'ions de **polarité opposée** par la phase mobile ..

Ces ions compensateurs peuvent être remplacés par des molécules d'échantillon, de charge **de même polarité**, introduite dans la phase mobile.

### 2. Réactifs :

- Solution à examiner : Dissolvez 1,00 g de substance à examiner dans de l'eau pour chromatographie R et complétez à 100,0 mL avec le même solvant.
- Solution témoin : Dissolvez 1,00 g de substance à examiner dans de l'eau pour chromatographie R, ajoutez 0,5 mL d'une solution d'oxalate de sodium R à 0,152 g/L dans de l'eau pour chromatographie R et complétez à 100,0 mL avec le même solvant.
- Phase mobile : dissolvez 0,212 g de carbonate de sodium anhydre R et 63 mg de bicarbonate de sodium R dans de l'eau pour chromatographie R et complétez à 1000,0 mL avec le même solvant.
- Solution de régénération de suppression : solution d'acide sulfurique R à 1,23 g/L dans de l'eau pour chromatographie R

### 3. Matériel :

- Balance analytique - Verre de montre - Erlenmeyers - Fioles jaugées- Bêchers -Pipette jaugé -Spatule -Burette – Entonnoirs
- **Précolonne** :
  - ✦ dimensions :  $l = 30$  mm,  $\varnothing = 4$  mm,
  - ✦ phase stationnaire : résine échangeuse d'anions forte appropriée (30-50  $\mu$ m).
- **Colonnes 1 et 2** :
  - ✦ dimensions :  $l = 0,25$  m,  $\varnothing = 4$  mm,
  - ✦ phase stationnaire : résine échangeuse d'anions forte appropriée (30-50  $\mu$ m).
- **Colonne de suppression d'anions** : raccordée en série à la pré colonne et aux colonnes analytiques, et équipée d'une micromembrane qui sépare la phase mobile de la solution de régénération de suppression s'écoulant à contre-courant par rapport à la phase mobile.

### 4. Dosage :

- Débit de la phase mobile : 2mL/min.
- Débit de la solution de régénération de suppression : 4 mL/min.
- Détection : conductivité.
- Injection : 50  $\mu$ L.
- Conformité du système : solution témoin : *répétabilité* : écart type relatif au maximum de 2,0 pour cent pour la surface du pic dû à l'oxalate après 5 injections.
- Injectez 3 fois 50  $\mu$ L de solution à examiner et de solution témoin.
- Calculez la teneur d'oxalates en parties par million.

### 5. Calculs :

Le calcul de la teneur d'oxalates en parties par million se fait à l'aide de l'expression suivante :

$$(S_T \times 50) / (S_R - S_T)$$

$S_T$  = surface du pic dû à l'oxalate dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner,  
 $S_R$  = surface du pic dû à l'oxalate dans le chromatogramme obtenu avec la solution témoin.

## III. Résultats :

*Limite* : [oxalates] : au maximum **100 ppm**.

## IV. Discussion :

Si Teneur en oxalates  $\leq$  **100 ppm** ; le dosage des oxalates dans une solution de gluconate de calcium est **conforme**

## Bibliographie :

- Pharmacopée européenne 7<sup>ème</sup> édition .
- **Francis Rouessac**, Analyse chimique. 6<sup>e</sup> édition ISBN 2 10 048425 7 © Dunod, Paris, 2004.