

1 **NOTE TECHNIQUE PRO PHARMACOPOEA N° 1268 (rév. 11^{ème})**

2
3
4 NOTE RELATIVE A LA MONOGRAPHIE

5
6 *La description des bandes dans la CCM de l'identification B de la teinture mère est modifiée.*

7
8
9
10 **ARALIA**
11 **POUR PRÉPARATIONS HOMÉOPATHIQUES**

12
13 **ARALIA RACEMOSA**
14 **POUR PRÉPARATIONS HOMÉOPATHIQUES**

15
16 **Aralia racemosa ad praeparationes homoeopathicas**

17
18
19 DÉFINITION

20
21 Organe souterrain, séché, de *Aralia racemosa* L.

22
23 *Teneur* : au minimum 0,10 pour cent d'acide chlorogénique (C₁₆H₁₈O₉ ; M_r 354,3) (drogue
24 desséchée).

25
26
27 IDENTIFICATION

28
29 A. Rhizome charnu, fibreux, blanchâtre à brun pâle à l'extérieur, irrégulièrement cylindrique,
30 tubéreux par endroits, ramifié, pouvant mesurer jusqu'à 40 cm de longueur et en général de 10 à
31 50 mm de diamètre. Racines plus ou moins ramifiées, de 5 à 25 mm de diamètre et pouvant
32 atteindre 25 cm de longueur, insérées au niveau des nœuds annulaires. Cicatrices plus ou moins
33 concaves dans la partie supérieure du rhizome, consécutives à la chute des feuilles.

34
35 B. Examen microscopique (2.8.23). ~~Réduisez l'organe souterrain en poudre (355)~~. La poudre est
36 brun-jaune. Examinez au microscope en utilisant de la *solution d'hydrate de chloral R*. La poudre
37 présente de rares fragments de suber formé de cellules polyédriques superposées ; des fragments
38 de parenchyme constitué de cellules ovoïdes dont certaines contiennent des macles d'oxalate de
39 calcium ; des canaux sécréteurs le plus souvent fragmentés ; des fragments de vaisseaux de bois
40 ponctués ou réticulés ; des macles d'oxalate de calcium. Examinez au microscope en utilisant une
41 solution de *glycérol R* à 50 pour cent V/V. La poudre présente des grains d'amidon, sphériques et
42 isolés, d'un diamètre d'environ 10 µm.

43
44 C. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

45
46 *Solution à examiner*. A 3 g de drogue pulvérisée (355), ajoutez 30 mL d'*éthanol à 65 pour*
47 *cent V/V R*. Chauffez à reflux à 60 °C pendant 15 min. Laissez refroidir. Filtrez.

48
49 *Solution témoin*. Dissolvez 5 mg d'*acide chlorogénique R* et 5 mg d'*acide caféique R* dans 20 mL
50 d'*éthanol à 96 pour cent R*.

51
52 *Plaque* : *plaque au gel de silice pour CCM R* (5-40 µm) [ou *plaque au gel de silice pour CCM R* (2-
53 10 µm)].

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

54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65
66
67
68
69

Phase mobile : acide formique anhydre R, eau R, acétate d'éthyle R (10:10:80 V/V/V).

Dépôt : 20 µL [ou 10 µL], en bandes.

Développement : sur un parcours de 10 cm [ou 6 cm].

Séchage : à l'air.

Détection : examinez en lumière ultraviolette à 365 nm.

Résultats : voir ci-dessous la séquence des bandes fluorescentes présentes dans les chromatogrammes obtenus avec la solution témoin et la solution à examiner. Par ailleurs, d'autres bandes fluorescentes de faible intensité peuvent être présentes dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner.

Haut de la plaque	
Acide caféique : une bande bleue	Une bande bleue
----- Acide chlorogénique : une bande bleu-vert -----	----- Une bande bleu-vert (acide chlorogénique) -----
Solution témoin	Solution à examiner

70
71
72
73
74
75
76
77
78
79
80
81
82
83
84
85
86
87
88
89
90
91
92
93
94
95
96
97
98

D. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

Solution à examiner. A 3 g de drogue pulvérisée (355), ajoutez 30 mL d'éthanol à 65 pour cent V/V R. Chauffez à reflux à 60 °C pendant 15 min. Laissez refroidir. Filtrez.

Solution témoin. Dissolvez 10 mg d'acide oléanolique R et 10 mg de cholestérol R dans 30 mL d'éthanol à 96 pour cent R.

Plaque : plaque au gel de silice pour CCM R (5-40 µm) [ou plaque au gel de silice pour CCM R (2-10 µm)].

Phase mobile : acétone R, chlorure de méthylène R (10:90 V/V).

Dépôt : 30 µL [ou 20 µL], en bandes

Développement : sur un parcours de 10 cm [ou 7 cm].

Séchage : à l'air.

Détection : pulvérisez de la solution d'aldéhyde anisique R et chauffez à 100-105 °C pendant 10 min. Examinez à la lumière du jour.

Résultats : voir ci-dessous la séquence des bandes présentes dans les chromatogrammes obtenus avec la solution témoin et la solution à examiner. Par ailleurs, d'autres bandes de faible intensité peuvent être présentes dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner.

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

Pharmacopée française

99

Haut de la plaque	
Cholestérol : une bande violette	Une bande violacée Une bande étalée violet intense Une bande bleu-violet Une bande bleu-violet plus ou moins intense
----- Acide oléanolique : une bande rose-violet	----- Une bande violacée
-----	----- Une bande bleue Une bande violacée
Solution témoin	Solution à examiner

100

101

102 ESSAI

103

104 **Perte à la dessiccation** (2.2.32) : au maximum 11,0 pour cent, déterminé à l'étuve à 105 °C
 105 pendant 2 h, sur 1,0 g de drogue pulvérisée (355).

106

107 **Cendres totales** (2.4.16) : au maximum 10,0 pour cent, déterminé sur 1,0 g de drogue pulvérisée
 108 (355).

109

110

111 DOSAGE

112

113 Chromatographie liquide (2.2.29).

114

115 *Solution à examiner.* Dans un ballon de 250 mL, introduisez 2,500 g de drogue pulvérisée (355) et
 116 40 mL d'éthanol à 60 pour cent V/V R. Chauffez à reflux pendant 30 min. Laissez décanter puis
 117 filtrez dans une fiole jaugée de 100,0 mL. Ajoutez au résidu 40 mL d'éthanol à 60 pour cent V/V R
 118 et chauffez à nouveau à reflux pendant 30 min. Filtrez, rincez le ballon et le filtre avec de l'éthanol à
 119 60 pour cent V/V R et transférez dans la fiole jaugée de 100,0 mL. Après refroidissement
 120 complétez à 100,0 mL avec de l'éthanol à 60 pour cent V/V R.

121

122 *Solution témoin.* ~~Dans une fiole jaugée de 100,0 mL,~~ Dissolvez 20,0 mg d'acide chlorogénique SCR
 123 et 20,0 mg d'acide rosmarinique R dans de l'éthanol à 60 pour cent V/V R et complétez à 100,0 mL
 124 avec le même solvant. Prélevez 7,0 mL de cette solution et complétez à 20,0 mL avec de l'éthanol
 125 à 60 pour cent V/V R.

126

127 *Colonne :*128 – *dimensions :* l = 0,25 m, Ø = 4 mm,129 – *phase stationnaire :* gel de silice octylsilylé postgreffé pour chromatographie R (5 µm) ; porosité
130 10 nm ; surface spécifique 350m²/g ; taux de carbone 12,5 %,131 – *température :* 30 °C.

132

133 *Phase mobile :*134 – *phase mobile A :* acide acétique glacial R à 10 pour cent V/V,135 – *phase mobile B :* méthanol R.

136

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

Pharmacopée française

137

Intervalle (min)	Phase mobile A (pour cent V/V)	Phase mobile B (pour cent V/V)
0 – 10	100 → 0	0 → 100
10 – 20	0	100

138

Débit : 1,0 mL/min.

139

140

141

Détection : spectrophotomètre à 326 nm.

142

143

Injection : 10 µL.

144

145

Ordre d'éluion : acide chlorogénique (temps de rétention : environ 6 min), acide rosmarinique (temps de rétention : environ 8 min).

146

147

148

Conformité du système :

149

- résolution : au minimum 5 entre les pics dus à l'acide chlorogénique et l'acide rosmarinique dans le chromatogramme obtenu avec la solution témoin.

150

151

Calculez la teneur pour cent en acide chlorogénique, à l'aide de l'expression :

152

153

154

$$\frac{A_1 \times m_2 \times 0,35 \times p}{A_2 \times m_1}$$

155

156

A_1 = aire du pic correspondant à l'acide chlorogénique dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner,

157

158

A_2 = aire du pic correspondant à l'acide chlorogénique dans le chromatogramme obtenu avec la solution témoin,

159

160

m_1 = masse de la prise d'essai de drogue, en grammes,

161

m_2 = masse de la prise d'essai d'acide chlorogénique, en grammes,

162

p = teneur pour cent en acide chlorogénique dans l'acide chlorogénique SCR.

163

164

165

166

SOUCHE

167

168

169

DÉFINITION

170

171

Teinture mère d'aralia préparée à la teneur en éthanol de 65 pour cent V/V, à partir de l'organe souterrain séché de *Aralia racemosa* L.

172

173

174

Teneur : au minimum 0,006 pour cent m/m d'acide chlorogénique ($C_{16}H_{18}O_9$; M_r 354,3).

175

176

177

PRODUCTION

178

179

Méthode 1.1.10 (2371). Drogue coupée en fragments de 2 à 6 cm. Durée de macération : 3 à 5 semaines.

180

181

182

183

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

Pharmacopée française

184 CARACTÈRES

185

186 *Aspect* : liquide jaune.

187

188 Odeur particulière rappelant celle de la cire.

189

190

191 IDENTIFICATION

192

193 A. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

194

195 *Solution à examiner*. Teinture mère.

196

197 *Solution témoin*. Dissolvez 5 mg d'acide chlorogénique R et 5 mg d'acide caféique R dans
198 20 mL d'éthanol à 96 pour cent R.

199

200 *Plaque* : plaque au gel de silice pour CCM R (5-40 µm) [ou plaque au gel de silice pour CCM R
201 (2-10 µm)].

202

203 *Phase mobile* : acide formique anhydre R, eau R, acétate d'éthyle R (10:10:80 V/V/V).

204

205 *Dépôt* : 20 µL, en bandes [ou 10 µL].

206

207 *Développement* : sur un parcours de 10 cm [ou 7 cm].

208

209 *Séchage* : à l'air.

210

211 *Détection A* : examinez en lumière ultraviolette à 365 nm.

212

213 *Résultats* : voir ci-dessous la séquence des bandes fluorescentes présentes dans les
214 chromatogrammes obtenus avec la solution témoin et la solution à examiner. Par ailleurs,
215 d'autres bandes fluorescentes de faible intensité peuvent être présentes dans le
216 chromatogramme obtenu avec la solution à examiner.

217

Haut de la plaque	
Acide caféique : une bande bleue	Une bande bleue
-----	-----
Acide chlorogénique : une bande bleu-vert	Une bande bleu-vert (acide chlorogénique)
-----	-----
	Une bande bleu-vert
Solution témoin	Solution à examiner

218

219

220 B. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

221

222 *Solution à examiner*. Teinture mère.

223

224 *Solution témoin*. Dissolvez 10 mg d'acide oléanolique R et 10 mg de cholestérol R dans 30 mL
225 d'éthanol à 96 pour cent R.

226

227 *Plaque* : plaque au gel de silice pour CCM R (5-40 µm) [ou plaque au gel de silice pour CCM R
228 (2-10 µm)].

229

230 *Phase mobile* : acétone R, chlorure de méthylène R (10:90 V/V)

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

231
232
233
234
235
236
237
238
239
240
241
242
243
244

Dépôt : 30 µL, en bandes [ou 10 µL].

Développement : sur un parcours de 10 cm [ou 7 cm]. .

Séchage : à l'air.

Détection : pulvérisez de la *solution d'aldéhyde anisique R* et chauffez à 100-105 °C pendant 10 min. Examinez à la lumière du jour.

Résultats : voir ci-dessous la séquence des bandes présentes dans les chromatogrammes obtenus avec la solution témoin et la solution à examiner. Par ailleurs, d'autres bandes de faible intensité peuvent être présentes dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner.

Haut de la plaque	
Cholestérol : une bande violette	Une bande violacée Une bande étalée violet intense Une bande bleu-violet <u>Une bande bleu-violet plus ou moins intense</u>
-----	-----
Acide oléanolique : une bande rose-violet	Une bande violacée Une bande bleue Une bande violacée
-----	-----
Solution témoin	Solution à examiner

245
246
247
248
249
250
251
252
253
254
255
256
257
258
259
260
261
262
263
264
265
266
267
268

ESSAI

Éthanol (2.9.10) : 60 pour cent V/V à 70 pour cent V/V.

Résidu sec (2.8.16) : au minimum 1,5 pour cent m/m.

DOSAGE

Chromatographie liquide (2.2.29).

Solution à examiner. ~~Dans une fiole jaugée de 20,0 mL,~~ introduisez A 10,00 g de teinture mère, ajoutez de l'éthanol à 60 pour cent V/V R et complétez à 20,0 mL avec le même solvant. ~~de l'éthanol à 60 pour cent V/V R.~~ Filtrerez.

Solution témoin. ~~Dans une fiole jaugée de 100,0 mL,~~ Dissolvez 20,0 mg d'acide chlorogénique SCR et 20,0 mg d'acide rosmarinique R dans de l'éthanol à 60 pour cent V/V R et complétez à 100,0 mL avec le même solvant. Prélevez 5,0 mL de cette solution et complétez à 20,0 mL avec de l'éthanol à 60 pour cent V/V R.

Colonne :

– dimensions : l = 0,25 m, Ø = 4 mm,

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

Pharmacopée française

- 269 – *phase stationnaire* : gel de silice octylsilylé pour chromatographie postgreffé
 270 (250 x 4 mm, 5 µm) ; porosité 10 nm ; surface spécifique 350 m²/g ; taux de carbone 13 %,
 271 – *température* : 30 °C.

272

273

274 *Phase mobile* :

- 275 – *phase mobile A* : *acide acétique glacial R* à 10 pour cent V/V.

- 276 – *phase mobile B* : *méthanol R*.

277

Intervalle (min)	Phase mobile A (pour cent V/V)	Phase mobile B (pour cent V/V)
0 – 10	100 → 0	0 → 100
10 - 20	0	100

278

279

280 *Débit* : 1,0 mL/min.

281

282 *Détection* : spectrophotomètre à 326 nm.

283

284 *Injection* : 10 µL.

285

286 *Conformité du système* :

- 287 - *résolution* : au minimum 5 entre les pics dus à l'acide chlorogénique et l'acide rosmarinique
 288 dans le chromatogramme obtenu avec la solution témoin.

289

290

291 Calculez la teneur pour cent *m/m* en acide chlorogénique, à l'aide de l'expression :

292

293

$$\frac{A_1 \times m_2 \times 0,05 \times p}{A_2 \times m_1}$$

294

295 A_1 = aire du pic correspondant à l'acide chlorogénique dans le chromatogramme obtenu avec la
 296 solution à examiner,297 A_2 = aire du pic correspondant à l'acide chlorogénique dans le chromatogramme obtenu avec la
 298 solution témoin,299 m_1 = masse de la prise d'essai de teinture mère, en grammes,300 m_2 = masse de la prise d'essai d'acide chlorogénique, en grammes,301 p = teneur pour cent en acide chlorogénique dans l'*acide chlorogénique SCR*.

302

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