

KINKÉLIBA

Combretum micranthum

La partie utilisée du kinkéliba est constituée par la feuille séchée de *Combretum micranthum* G. Don. Le kinkéliba contient au minimum 1,20 pour cent de dérivés flavoniques totaux, exprimés en vitexine (*Mr* 432,4) et au minimum 11,0 pour cent de polyphénols totaux.

CARACTÈRES

La feuille de kinkéliba est entière, ovale, coriace, courtement pétiolée, pennatinervée et acuminée au sommet ; le limbe vert à brun rougeâtre, mesure de 5 cm à 9 cm de longueur sur 2 cm à 5 cm de largeur ; la face supérieure est luisante et glabre, la face inférieure plus terne et pubescente à l'aisselle des nervures secondaires. De la nervure médiane partent 4 à 6 nervures secondaires, rarement opposées, ascendantes et incurvées, presque parallèles et saillantes surtout sur la face inférieure.

Examinée au microscope, la section transversale de la feuille présente une nervure médiane proéminente, surtout sur la face inférieure ; l'épiderme est formé de cellules arrondies et de petite taille et porte des poils tecteurs, unicellulaires, à paroi épaisse et des poils pluricellulaires, en rosette, parfois un peu enfoncés dans une dépression épidermique ; la nervure présente, sous l'épiderme, du collenchyme rond, peu épais sur la face supérieure et angulaire sur la face inférieure ; le parenchyme fondamental, polyédrique, à méat, renferme de nombreuses macles d'oxalate de calcium dont certaines de grande taille ; au centre le faisceau libéro-ligneux en arc est entouré de fibres péryccliques peu colorables ; le liber renferme de petites macles d'oxalate de calcium disposées en strates ; un liber pérимédullaire, formé de nombreux ilots criblés est nettement séparé du faisceau libéro-ligneux. Le limbe, à mésophylle bifacial, présente une assise de tissu palissadique à cellules très étroites sur la face supérieure et du tissu lacuneux sur la face inférieure.

Examiné au microscope, le kinkéliba pulvérisé (300), brun rougeâtre, est constitué de fibres à parois minces et à lumen large ; de poils tecteurs, pluricellulaires, en rosette, rarement entiers ; de quelques poils tecteurs, unicellulaires, longs et effilés ; de stomates de type anomocytique entourés de cellules à parois sinueuses et de macles d'oxalate de calcium dont certaines à gros cristaux.

IDENTIFICATION

- A. Le kinkéliba présente les caractères macroscopiques précédemment décrits.
- B. Examiné au microscope, le kinkéliba pulvérisé (300) présente les caractères microscopiques précédemment décrits.
- C. À 0,5 g de kinkéliba, ajoutez 10 mL d'éthanol à 60 pour cent V/V R et laissez en contact pendant 10 min en agitant de temps à autre. Filtrez. À 0,5 mL de filtrat, ajoutez 50 mL d'éthanol à 60 pour cent V/V R et 0,1 mL d'une solution de chlorure de ferrique R à 10 pour cent m/V dans l'éthanol à 96 pour cent R et agitez. La coloration de la solution vire au vert-brun (tanins).

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

ESSAI

Éléments étrangers (2.8.2). Le taux des éléments étrangers n'est pas supérieur à 2,0 pour cent.

Chromatographie. Opérez par chromatographie sur couche mince (2.2.27) en utilisant une plaque recouverte de *gel de silice G R*.

Solution à examiner. À 1 g de kinkéliba pulvérisé, ajoutez 10 mL de *méthanol R*. Chauffez, en agitant, au bain-marie à 60 °C pendant 10 min. Laissez refroidir et filtrez sur un filtre contenant 0,5 g de *sulfate de sodium anhydre R*. Évaporez le filtrat à siccité. Dissolvez le résidu dans 1 mL de *méthanol R*.

Solution témoin (a). Dissolvez 5 mg d'*orientine R* dans du *méthanol R* et complétez à 100 mL avec le même solvant.

Solution témoin (b). Dissolvez 5 mg de *vitexine R* dans du *méthanol R* et complétez à 100 mL avec le même solvant.

Solution témoin (c). Dissolvez 5 mg d'*isoorientine R* dans du *méthanol R* et complétez à 100 mL avec le même solvant.

Déposez sur la plaque, en bandes, 20 µL de chacune des solutions. Développez sur un parcours de 15 cm avec un mélange de 10 volumes d'*acide formique anhydre R*, de 20 volumes d'*eau R*, de 30 volumes de *méthyléthylcétone R* et de 50 volumes d'*acétate d'éthyle R*. Laissez sécher la plaque à l'air (l'odeur d'acide formique reste perceptible). Pulvérisez une solution de *diphénylborate d'aminoéthanol R* à 1 pour cent *m/V* et de *polyéthylèneglycol 400 R* à 5 pour cent *m/V* dans du *méthanol R*. Laissez sécher la plaque à l'air. Après 30 min examiner en lumière ultraviolette à 365 nm. Le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner présente dans la moitié supérieure quatre bandes fluorescentes. Par ordre croissant de R_f une jaune orangé, est semblable quant à sa position et sa fluorescence à la bande principale du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (c), une autre jaune-vert correspond à l'isovitexine ; les deux autres respectivement jaune orangé et jaune-vert, sont semblables quand à leur position et leur fluorescence aux bandes principales des chromatogrammes obtenus avec les solutions témoin (a) et (b). Le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner présente également une bande de fluorescence orangée à un R_f voisin de 0,35 et une bande de fluorescence bleue au front de solvant.

Perte à dessiccation (2.2.32). Déterminé à l'étuve à 105 °C sur 1,00 g de kinkéliba pulvérisé, la perte à la dessiccation n'est pas supérieure à 10,0 pour cent.

Cendres totales (2.4.16). Déterminé sur 1,00 g de kinkéliba pulvérisé, le taux des cendres totales n'est pas supérieur à 10,0 pour cent.

DOSAGE

Polyphénols totaux. Dans une fiole conique, introduisez 1,000 g (*mg*) de kinkéliba pulvérisé (300) et ajoutez 150 mL d'*eau R*. Faites bouillir et maintenez au bain-marie pendant 30 min. Refroidissez à l'eau courante, puis introduisez le mélange dans un ballon jaugé et complétez à 250,0 mL avec de l'*eau R*. Laissez décanter, puis filtrez le liquide sur un papier filtre de diamètre de 12 cm. Éliminez les 50 premiers millilitres du filtrat et utilisez le reste pour le dosage. Prélevez 5,0 mL du filtrat et complétez à 25,0 mL avec de l'*eau R*. Prélevez 5,0 mL de cette solution, ajoutez 1,0 mL de la *solution d'acide phosphotungstique R*, mélangez et complétez à 50,0 mL avec une solution de

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

carbonate de sodium R à 15 pour cent *m/V*. Mesurez l'absorbance (2.2.25) à 715 nm (A_1) exactement 2 min après la dernière addition de réactif et utilisez l'eau R comme liquide de compensation.

Essai témoin. Effectuez les opérations suivantes à l'abri de la lumière. Dissolvez 50,0 mg de *pyrogallol R* dans l'eau R et complétez à 100,0 mL avec de l'eau R. Prélevez 5,0 mL de solution et complétez à 100,0 mL avec de l'eau R. Prélevez 5,0 mL de cette dernière solution, ajoutez 1,0 mL de la *solution d'acide phosphotungstique R* et complétez à 50,0 mL avec une *solution de carbonate de sodium R* à 15 pour cent *m/V*. Mesurez l'absorbance à 715 nm (A_2) exactement 2 min après la dernière addition de réactif et dans les 15 minutes qui suivent la dissolution du pyrogallol. Utilisez l'eau R comme liquide de compensation.

Calculez la teneur pour cent en polyphénols totaux à l'aide d'expression :

$$\frac{13,12 \times A_1}{A_2 \times m}$$

Dérivés flavoniques. À 2,000 g de kinkéliba pulvérisé (300), ajoutez 100 mL d'*éthanol à 60 pour cent V/V R* et chauffez à reflux au bain-marie pendant 1 h. Laissez refroidir et filtrez. Recueillez le filtrat et renouvelez une fois l'extraction sur le marc. Introduisez les filtrats réunis dans un ballon jaugé et complétez à 250 mL avec de l'*éthanol à 60 pour cent V/V R* (solution mère). Dans un ballon jaugé, introduisez 2,0 mL de solution mère, 2 mL d'une solution de *chlorure d'aluminium R* à 2 pour cent *m/V* dans le *méthanol R* et complétez à 25,0 mL avec du *méthanol R* (solution 1). Dans un ballon jaugé, introduisez 2,0 mL de solution mère et complétez à 25,0 mL avec du *méthanol R* (solution 2).

Mesurez l'absorbance (2.2.25) de la solution 1, après 25 min, à 394 nm en utilisant la solution 2 comme liquide compensation.

Calculez la teneur en dérivés flavoniques totaux, exprimés en vitexine, à l'aide de l'expression :

$$\frac{A \times 11,57}{m} \text{ pour cent}$$

en prenant 270 comme valeur de l'absorbance spécifique.

A = absorbance de la solution 1 à 394 nm.

m = masse de la prise d'essai, en grammes.

CONSERVATION

À l'abri de la lumière et de l'humidité.

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