

**COLOQUINTE
POUR PRÉPARATIONS HOMÉOPATHIQUES**

**COLOCYNTHIS
POUR PRÉPARATIONS HOMÉOPATHIQUES**

Citrullus colocynthis ad praeparationes homoeopathicas

DÉFINITION

Pulpe de fruit, séchée, de *Citrullus colocynthis* (L.) Schrad. (*Cucumis colocynthis* L.), privée de graines et fragmentée.

Teneur : au minimum 0,10 pour cent *m/m* de polyphénols totaux, exprimés en pyrogallol ($C_6H_6O_3$; *M_r* 126,1) (drogue desséchée).

IDENTIFICATION

- A. Fragments de mésocarpe, de taille variable, blanchâtre à jaunâtre, spongieux et friable.
- B. Examen microscopique (2.8.23). La poudre est jaune clair. Examinez au microscope en utilisant de la *solution d'hydrate de chloral R*. La poudre présente les éléments suivants : fragments de mésocarpe à cellules celluloseuses, plus ou moins ovoïdes, contenant des gouttelettes d'huile ; amas de cellules scléreuses à parois fortement épaissies et canaliculées ; vaisseaux de bois, fragmentés, à ornementation spiralée ou annelée ; nombreuses gouttelettes d'huile libres. Examinez au microscope en utilisant du *glycérol R* à 50 pour cent *V/V*. La poudre présente des grains d'amidon ovoïdes.
- C. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

Solution à examiner. A 3,0 g de drogue pulvérisée (355), ajoutez 15 mL de *chlorure de méthylène R* et chauffez à reflux au bain marie à 60°C pendant 15 min. Filtrez et traitez à nouveau le résidu avec 15 mL de *chlorure de méthylène R* en chauffant à reflux au bain marie à 60°C pendant 15 min. Filtrez et évaporez à siccité les filtrats réunis sous pression réduite. Reprenez le résidu par 3 mL d'*éthanol à 96 pour cent R*.

Solution témoin. Dissolvez 20 mg de *cucurbitacine E R* et 10 mg de *β-amyrine R* dans 20 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*, *toluène R* (20:80 *V/V*).

Dépôt : 20 μL [ou 10μL], en bandes.

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

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

Séchage : à l'air.

Détection : Traitez avec du réactif à la vanilline sulfurique R. Chauffez à 105-110 °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	
β-amyrine : une bande bleu-violet ----- -----	Une bande violette -----
Cucurbitacine E : une bande violette	3 à 4 bandes brun-violet peuvent apparaître (entre le dépôt et la cucurbitacine E)
Solution témoin	Solution à examiner

ESSAI

Éléments étrangers (2.8.2) : au maximum 7 pour cent, dont au maximum 5 pour cent de graines.

Perte à la dessiccation (2.2.32) : au maximum 12,0 pour cent, déterminé à l'étuve à 105 °C pendant 2 h, sur 1,0 g de drogue pulvérisée (355).

Cendres totales (2.4.16) : au maximum 20,0 pour cent, déterminé sur 1,000 g de drogue pulvérisée (355).

Cendres insolubles dans l'acide chlorhydrique (2.8.1) : au maximum 5,0 pour cent.

Aflatoxines (2.8.18) : au maximum 2 µg/kg (aflatoxine B₁) et au maximum 4 µg/kg (somme des aflatoxines B₁, B₂, G₁ et G₂).

Autres espèces de *Citrullus* :

Chromatographie liquide (2.2.29).

Solution à examiner. A 0,800 g de drogue pulvérisée (355) (2.9.12), ajoutez 100 mL d'éthanol à 65 pour cent V/V R et chauffez à reflux au bain marie à 80°C pendant 30 min. Laissez décanter puis filtrez sur un tampon de coton hydrophile. Traitez à nouveau le résidu avec 100 mL d'éthanol à 65 pour cent V/V R. Rincez le ballon et le tampon de coton hydrophile avec de l'éthanol à 65 pour cent V/V R et complétez à 250,0 mL avec le même solvant. Filtrez.

Effectuez l'essai dans les conditions prescrites pour l'essai Cucurbitacines de la souche. L'absence de pic entre 5 et 70 min dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner signale une falsification par d'autres espèces de *Citrullus* exemptes de cucurbitacines.

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

DOSAGE

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

Solution à examiner. A 5,000 g de drogue pulvérisée (355) (2.9.12), ajoutez de l'eau R et complétez à 150,0 mL avec le même solvant. Chauffez à reflux au bain-marie pendant 30 min. Refroidissez et transvasez quantitativement dans une fiole jaugée de 250,0 mL. Rincez le ballon et introduisez les eaux de rinçage dans la fiole jaugée, puis complétez à 250,0 mL avec de l'eau R. Laissez décanter, puis filtrez le liquide sur un papier filtre. Éliminez les 50 premiers millilitres du filtrat. Prélevez 5,0 mL du filtrat, puis complétez à 25,0 mL avec de l'eau R. Prélevez 2,0 mL de cette solution puis introduisez 1,0 mL de réactif phosphomolybdotungstique R et 10,0 mL d'eau R. Mélangez et complétez à 25,0 mL avec une solution de carbonate de sodium R à 290 g/L.

Solution témoin. Dissolvez immédiatement avant l'emploi, 50,0 mg de pyrogallol R dans de l'eau R et complétez à 100,0 mL avec le même solvant. Prélevez 5,0 mL de cette solution et complétez à 100,0 mL avec de l'eau R. Prélevez 2,0 mL de cette solution puis introduisez 1,0 mL de réactif phosphomolybdotungstique R, et 10,0 mL d'eau R. Mélangez et complétez à 25,0 mL avec une solution de carbonate de sodium R à 290 g/L.

Liquide de compensation. Eau R.

Après 30 min exactement, mesurez l'absorbance (2.2.25) à 760 nm de la solution à examiner et de la solution témoin par comparaison avec le liquide de compensation.

Calculez la teneur pour cent en polyphénols totaux, exprimés en pyrogallol, à l'aide de l'expression :

$$\frac{A_1 \times m_2}{A_2 \times m_1} \times 62,5$$

A_1 : absorbance de la solution à examiner,

A_2 : absorbance de la solution témoin,

m_1 : masse de la prise d'essai de drogue dans la solution à examiner, en grammes,

m_2 : masse de la prise d'essai de pyrogallol dans la solution témoin, en grammes.

SOUCHE

DÉFINITION

Teinture mère de coloquinte préparée à la teneur en éthanol de 65 pour cent V/V, à partir de pulpe de fruit, séchée, de *Citrullus colocynthis* (L.) Schrad., privée de graine et fragmentée.

Teneur : au minimum 0,010 pour cent *m/m* de polyphénols totaux, exprimés en pyrogallol ($C_6H_6O_3$; M_r 126,1).

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

PRODUCTION

Méthode 1.1.10 (2371). Drogue fragmentée en morceaux de 1 à 6 cm. Durée de macération : 3 à 5 semaines.

CARACTÈRES

Aspect : liquide jaune brun.

IDENTIFICATION

Chromatographie sur couche mince (2.2.27) selon les indications de l'identification C de la drogue végétale, avec la modification suivante.

Solution à examiner. A 10 mL de teinture mère, ajoutez 5 mL d'eau R. Evaporez l'éthanol au bain-marie. Agitez avec 10 mL de chlorure de méthylène R. Recueillez la phase organique et évaporez le solvant sous pression réduite. Reprenez le résidu par 1 mL d'éthanol à 96 pour cent R.

Solution témoin. Dissolvez 20 mg de cucurbitacine E R et 10 mg de β -amyrine R dans 20 ml d'éthanol à 96 pour cent R.

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

Phase mobile : acétone R, toluène R (20:80 V/V).

Dépôt : 20 μ L [ou 10 μ L], en bandes.

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

Séchage : à l'air.

Détection : Traitez avec du réactif à la vanilline sulfurique R. Chauffez à 105-110 °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.

Haut de la plaque	
β-amyrine : une bande bleu-violet ----- ----- Cucurbitacine E : une bande violette	Une bande violette ----- 3 à 4 bandes brun-violet peuvent apparaître (entre le dépôt et la cucurbitacine E)
Solution témoin	Solution à examiner

ESSAI

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

Résidu sec (2.8.16) : au minimum 1,4 pour cent m/m.

Cucurbitacines (2.2.29) : au maximum 1,0 pour cent m/m de cucurbitacines exprimées en cucurbitacine E (C₃₂H₄₄ ; M_r 556,7).

Solution témoin a. Dans une fiole jaugée de 50,0 mL, dissolvez 10,0 mg de *cucurbitacine D*¹ dans du *méthanol R* et complétez à 50,0 mL avec le même solvant.

Solution témoin b. Dans une fiole jaugée de 50,0 mL, dissolvez 10,0 mg de *cucurbitacine E R* dans du *méthanol R* et complétez à 50,0 mL avec le même solvant.

Solution témoin c. Dans une fiole jaugée de 50,0 mL, dissolvez 10,0 mg de *cucurbitacine I RH* dans du *méthanol R* et complétez à 50,0 mL avec le même solvant.

Solution témoin. Dans une fiole jaugée de 20,0 mL, introduisez 5,0 mL de *solution témoin a*, 5,0 mL de *solution témoin b* et 5,0 mL de *solution témoin c*. Complétez à 20,0 mL avec du *méthanol R*.

Solution à examiner. Dans une fiole jaugée de 25,0 mL, introduisez 0,800 g de teinture mère et complétez à 25,0 mL avec l'*éthanol* à 65 pour cent V/V R.

Colonne :

- *dimension* : l = 0,25 m, Ø = 4,6 mm,
- *phase stationnaire* : gel de silice octadécylsilylé pour chromatographie R (5 µm)*,
- *température* : 30 °C.

Phase mobile:

- *phase mobile A* : solution d'*acide trifluoroacétique R* à 0,05 pour cent V/V,

¹ **Cucurbitacine D** : C₃₀H₄₄O₇ ; M_r 516,68. CAS n° [3877-86-9].

* une colonne Uptisphere ODB ou équivalent peut convenir

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

- phase mobile B : acétonitrile R.

<i>Intervalle (min)</i>	Phase mobile A (pour cent V/V)	Phase mobile B (pour cent V/V)
0 - 5	80	20
5 - 65	80→30	20→70
65 - 67	30→0	70→100
67 - 77	0	100

Débit : 1,0 mL/min.

Détection : spectrophotomètre à 235 nm.

Injection : 20 µL.

Conformité du système : solution témoin.

- *Rétention relative* des cucurbitacines I et D par rapport à la cucurbitacine E est respectivement de 0,7 et 0,6.

- *Résolution* : au minimum 5 entre le pic dû à la cucurbitacine I et le pic dû à la cucurbitacine D

Calculez la teneur pour cent en cucurbitacines, exprimée en cucurbitacine E, à l'aide de l'expression suivante :

$$\frac{\sum A_i}{A_2} \times \frac{m_2}{m_1} \times 0,5 \times p$$

ΣA_i = somme des aires dues aux 3 pics majoritaires dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner,

A_2 = aire du pic dû à la cucurbitacine E dans le chromatogramme obtenu avec la solution témoin b,

m_1 = masse de la prise d'essai de teinture mère dans la solution à examiner, en grammes,

m_2 = masse de la prise d'essai de cucurbitacine E dans la solution témoin b, en grammes,

p = teneur pour cent en cucurbitacine E dans la *cucurbitacine E R*.

DOSAGE

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

Solution à examiner. A 10,000 g de teinture mère, ajoutez de l'eau R et complétez à 50,0 mL avec le même solvant. Laissez décanter, puis filtrez le liquide sur un papier filtre. Éliminez les 10 premiers millilitres du filtrat. Prélevez 5,0 mL de filtrat et complétez à 25,0 mL avec de l'eau R. Prélevez 2,0 mL de cette solution puis introduisez 1,0 mL de *réactif phosphomolybdotungstique R*, et 10,0 mL d'eau R. Mélangez et complétez à 25,0 mL avec une solution de *carbonate de sodium R* à 290 g/L.

Solution témoin. Dissolvez immédiatement avant l'emploi, 50,0 mg de *pyrogallol R* dans de l'eau R et complétez à 100,0 mL avec le même solvant. Prélevez 5,0 mL de cette solution et complétez à

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

Pharmacopée française 2021

100,0 mL avec de l'eau R. Prélevez 2,0 mL de solution puis introduisez 1,0 mL de *réactif phosphomolybdotungstique R*, et 10,0 mL d'eau R. Mélangez et complétez à 25,0 mL avec une solution de *carbonate de sodium R* à 290 g/L.

Liquide de compensation. Eau R.

Après 30 min exactement, mesurez l'absorbance (2.2.25) à 760 nm de la solution à examiner et de la solution témoin par comparaison avec le liquide de compensation.

Calculez la teneur pour cent en polyphénols totaux, exprimés en pyrogallol, à l'aide de l'expression :

$$\frac{A_1 \times m_2}{A_2 \times m_1} \times 12,5$$

A_1 : absorbance de la solution à examiner,

A_2 : absorbance de la solution témoin,

m_1 : masse de la prise d'essai de teinture mère dans la solution à examiner, en grammes,

m_2 : masse de la prise d'essai de pyrogallol dans la solution témoin, en grammes.

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

Pharmacopée française 2021

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

Pharmacopée française 2021