

ERGOT DE SEIGLE POUR PRÉPARATIONS HOMÉOPATHIQUES

SECALE CORNUTUM POUR PRÉPARATIONS HOMÉOPATHIQUES

Secale cornutum ad praeparationes homoeopathicas

Autre titre latin utilisé en homéopathie : *Claviceps purpurea*

DÉFINITION

Sclérote séché de *Claviceps purpurea* (Fries) Tulasne.

Teneur : au minimum 0,10 pour cent de tartrate d'ergotamine (C₇₀H₇₆N₁₀O₁₆ ; Mr 1313) (drogue desséchée).

IDENTIFICATION

A. Sclérote constitué par un corps allongé long de 2 à 4 cm, large de 2 à 4 mm, oblong, subcylindrique et plus ou moins arqué, obtus ou atténué en pointe, surtout à l'extrémité supérieure où se trouve parfois un reste de sphacélie blanchâtre. Surface noir violacé ou brun noir, revêtue parfois d'une mince pellicule grisâtre, parcourue, sur toute la longueur des deux faces, par un sillon plus prononcé sur la face concave et, parfois, par de nombreuses petites crevasses transversales. Consistance dure, cornée, cédant un peu sous la pression quand on le plie, puis cassant brusquement. La cassure est nette, homogène et compacte, blanche au centre et violacée au bord.

B. Examen microscopique (2.8.23). La poudre (500) est gris noirâtre. Examinez au microscope en utilisant de la *solution d'hydrate de chloral R* : débris formés de cellules inégales, petites, arrondies ou parfois allongées, fortement serrées les unes contre les autres, îlots de faux parenchyme formé d'hyphes arrondies coupées transversalement, fragments des couches périphériques colorés en brun violacé et de nombreuses gouttelettes d'huile isolées colorés en violet.

C. Chromatographie sur couche mince (2.2.27)

Solution à examiner. A 3 g de drogue pulvérisée (500), ajoutez 30 mL d'*éthanol R* à 65 pour cent V/V. Laissez macérer environ 1h. Filtrez.

Solution témoin a. Dissolvez 10 mg de *tartrate d'ergotamine SCR* dans 10 mL d'*éthanol* à 70 pour cent V/V R.

Solution témoin b. Dissolvez 2,5 mg d'*ombelliférone R* dans 100 mL d'*éthanol* à 96% V/V R.

Phase mobile : *isopropanol R*, *chlorure de méthylène R* (8:92 V/V).

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

Dépôt : 40 µL [ou 30 µL] de solution à examiner et [ou 10 µL] de chaque solution témoin, en bandes.

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

Développement : sur un parcours de 7 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	
Ombelliférone: une bande bleue ----- -----	Une bande bleue Une bande bleue -----
Tartrate d'ergotamine: une bande bleue	Une bande bleue
Solution témoin	Solution à examiner

ESSAI

Perte à la dessiccation (2.2.32) : au maximum 10,0 pour cent, déterminé à l'étuve à 105 °C pendant 2 h, sur 1,000 g de drogue pulvérisée (500) (2.9.12).

Cendres totales (2.4.16) : au maximum 5,0 pour cent.

DOSAGE

Chromatographie liquide (2.2.29).

Solution à examiner. A 0,600 g de drogue pulvérisée (500), ajoutez 50 mL d'éthanol à 60 pour cent V/V R. Chauffez à reflux au bain-marie pendant 1 h. Laissez refroidir puis filtrez sur papier. Rincez le ballon et le filtre avec l'éthanol à 60 pour cent V/V R. Ajoutez les liquides de rinçage et complétez à 50,0 mL avec de l'éthanol à 60 pour cent V/V R. Evaporez 5,00 ml de cette solution puis reprenez par 2,00 ml d'éthanol à 60 pour cent V/V R. Filtrez sur une membrane filtrante en propylène (diamètre nominal des pores 0,45 µm).

Solution témoin. Dissolvez 15,0 mg de tartrate d'ergotamine SCR dans de l'éthanol à 60 pour cent V/V R et complétez à 50,0 mL avec le même solvant (solution 1). Dissolvez 20,0 mg de mésilate de dihydroergotamine SCR dans de l'éthanol à 60 pour cent V/V R et complétez à 20,0 mL avec le même solvant (solution 2). A 10,0 mL de solution 1, ajoutez 2,0 mL de solution 2 puis complétez à 20,0 mL avec de l'éthanol à 60 pour cent V/V R.

Colonne :

- dimensions : l = 0,25 m, Ø = 4,0 mm,

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

- phase stationnaire : gel de silice octadécylsilylé pour chromatographie R (5 µm)¹,
- température : 30 °C.

Phase mobile :

- phase mobile A : Carbonate d'ammonium 1 mM,
- phase mobile B : acétonitrile R.

Intervalle (min)	Phase mobile A (pour cent V/V)	Phase mobile B (pour cent V/V)
0-35	63,5	36,5
35-40	63,5→60	36,5→40
40-55	60	40
55-56	60→0	40→100
56-66	0	100

Débit : 1,0 mL/min.

Détection : spectrophotomètre à 310 nm.

Injection : 20 µL de chaque solution.

Enregistrement : 60 min.

Temps de rétention : tartrate de d'ergotamine (environ 31 min), mésilate de dihydroergotamine (environ 35 min).

Conformité du système : solution témoin.

- résolution : minimum 1,5 entre les pics dus au tartrate d'ergotamine et du mésilate de dihydroergotamine.

Calculez la teneur pour cent *m/m* en tartrate d'ergotamine de la drogue, rapportée à la drogue desséchée, à l'aide de l'expression :

$$\frac{A_1 \times m_2 \times 0,2 \times p}{A_2 \times m_1}$$

A₁ : aire du pic correspondant au tartrate d'ergotamine dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner,

A₂ : aire du pic correspondant au tartrate d'ergotamine dans le chromatogramme obtenu avec la solution témoin,

m₁ : masse de la prise d'essai de drogue, en grammes,

m₂ : masse de la prise d'essai du tartrate d'ergotamine en grammes,

p : teneur pour cent en tartrate d'ergotamine, dans le tartrate d'ergotamine SCR.

¹ Colonne type Nucleodur 100-5 C18 EC convient

SOUCHE

DÉFINITION

Teinture mère de sclérote séché préparée à la teneur en éthanol de 65 pour cent V/V, à partir du sclérote séché de *Claviceps purpurea* (Fries) Tulasne.

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

PRODUCTION

Méthode 1.1.10 (2371), Drogue coupée en fragments de 2-10 mm.

CARACTERES

Aspect : Liquide orange à rouge plus ou moins foncé.

IDENTIFICATION

Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

Solution à examiner. Teinture mère de Secale cornutum.

Solution témoin a. Dissolvez 10 mg de *tartrate d'ergotamine SCR* dans 10 mL d'éthanol à 70 pour cent V/V R.

Solution témoin b. Dissolvez 2,5 mg d'*ombelliférone R* dans 100 mL d'éthanol à 96 pour cent V/V R.

Phase mobile : *isopropanol R, chlorure de méthylène R* (8:92 V/V).

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

Dépôt : 50 μL [ou 40 μL] de solution à examiner et [ou 10 μL] de chaque solution témoin, en bandes.

Développement : sur un parcours de 7 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.

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	
Ombelliférone : une bande bleue ----- ----- Tartrate d'ergotamine: une bande bleue	Une bande bleue Une bande verte ----- -----
Solution témoin	Solution à examiner

ESSAI

Teneur en éthanol (2.9.10): 60 pour cent V/V à 70 pour cent V/V.

Résidu sec (2.8.16) : au minimum 1,0 pour cent *m/m*.

Ergotamine. (2.2.29). Au maximum 0,040 pour cent *m/m* de dérivés d'ergotamine, exprimés en tartrate d'ergotamine (C₇₀H₇₆N₁₀O₁₆ ; Mr 1313).

Chromatographie liquide (2.2.29). Selon les indications du dosage de la drogue végétale, avec la modification suivante.

Solution à examiner : Evaporez à siccité 3,000 g de teinture mère, reprenez le résidu par 2,0 mL d'éthanol à 60 pour cent V/V R. Filtrez sur une membrane filtrante en propylène (diamètre nominal des pores 0,45 µm).

Solution témoin. Dissolvez 15,0 mg de tartrate d'ergotamine SCR dans de l'éthanol à 60 pour cent V/V R et complétez à 25,0 mL avec le même solvant.

Temps de rétention : dérivé d'ergotamine 1 (environ 19 min), dérivé d'ergotamine 2 (environ 25 min), tartrate d'ergotamine (environ 31 min), dérivé d'ergotamine 3 (environ 45 min).

Calculez la teneur pour cent *m/m* en tartrate d'ergotamine et ses dérivés (temps de rétention entre 15 et 50 min.), exprimée en tartrate d'ergotamine, de la teinture mère, à l'aide de l'expression :

$$\frac{\sum (A_1 + A_2 + A_3 + A_4) \times m_2}{A_5 \times m_1} \times 0,08 \times p$$

A₁ : aire du pic correspondant au dérivé ergotamine 1 dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner,

A₂ : aire du pic correspondant au dérivé ergotamine 2 dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner,

A₃ : aire du pic correspondant au tartrate d'ergotamine dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner,

A₄ : aire du pic correspondant au dérivé ergotamine 3 dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner,

A₅: aire du pic correspondant au tartrate d'ergotamine dans le chromatogramme obtenu avec la solution témoin,

m₁ : masse de la prise d'essai de la teinture mère, en grammes,

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

m_2 : masse de la prise d'essai du tartrate d'ergotamine en grammes,
 p : teneur pour cent en tartrate d'ergotamine, dans le tartrate d'ergotamine SCR.

DOSAGE

Préparation de la solution à examiner. A 21,0 g de teinture mère ajouter de l'Eau R et complétez à 50,0 mL avec le même solvant. Filtrez le mélange sur un papier filtre d'un diamètre de 125 mm.

Polyphénols totaux. Prélevez 5,0 mL de filtrat et complétez à 25,0 mL avec de l'eau R. Prélevez 2,0 mL de cette solution, ajoutez 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. Mesurez l'absorbance (2.2.25) à 760 nm (A_1) après 30 min en utilisant l'eau R comme liquide de compensation.

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 solution et complétez à 100,0 mL avec de l'eau R. Prélevez 2,0 mL de solution, ajoutez 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. Mesurez l'absorbance (2.2.25) à 760 nm (A_2) après 30 min en utilisant l'eau R comme liquide de compensation

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

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

m_1 = masse de la prise d'essai, en grammes,
 m_2 = masse de pyrogallol, en grammes,
 A_1 = absorbance de la solution à examiner,
 A_2 = absorbance de la solution témoin.