

JUSQUIAME NOIRE (FEUILLE DE)

Hyoscyami folium

DÉFINITION

Feuille seule ou mêlée de sommité florifère, et parfois fructifère, séchée, de *Hyoscyamus niger* L.

Teneur : au minimum 0,05 pour cent d'alcaloïdes totaux, exprimés en hyoscyamine (M_r 289,4) (drogue desséchée).

IDENTIFICATION

- A. Feuille vert-jaune à vert-brun, friable et fréquemment brisée ; base du limbe cordée sur les feuilles sessiles et atténuée sur les feuilles pétiolées, apex pointu, bord du limbe lobé et irrégulièrement denté, fortement pubescente et visqueuse sur les 2 faces, nervure médiane large et très développée, nervures secondaires formant un angle prononcé avec la nervure médiane et se terminant au sommet des lobes ; tige creuse et subcylindrique ; inflorescence fortement pubescente, en grappe courte, recourbée ; fleurs groupées d'un même côté et se développant aux aisselles de grandes bractées ; calice gamosépale, fortement campanulé, à 5 lobes triangulaires cuspidés ; corolle courte, infundibuliforme, à 5 lobes jaunâtres veinés de brun ; fruit pyxide, d'une longueur de 1,5 cm environ à maturité, enfermé dans le calice accrescent et persistant, contenant de nombreuses graines gris-brun à tégument réticulé, ondulé.
- B. Réduisez la feuille de jusquiame noire en poudre (355). La poudre est vert-gris. Examinez au microscope en utilisant de la *solution d'hydrate de chloral R*. La poudre présente : des fragments de limbe formés de cellules épidermiques à paroi sinueuse et à cuticule lisse ; des stomates anisocytiques et anomocytiques (2.8.3) plus abondants à la face abaxiale ; des poils tecteurs pluricellulaires, unisériés ; des poils sécréteurs à parois minces et lisses, à pied court, unicellulaire, ou long, pluricellulaire, et à tête claviforme bicellulaire ou pluricellulaire ; un mésophylle bifacial possédant une seule assise de cellules palissadiques et un parenchyme lacuneux contenant des prismes d'oxalate de calcium ; des vaisseaux annelés ou spiralés. La poudre peut également présenter : des fibres et des vaisseaux réticulés de la tige ; des grains de pollen subsphériques d'un diamètre pouvant atteindre 60 μm avec 3 pores germinatifs, 3 sillons et une exine pratiquement lisse ; des fragments de corolle à épiderme papilleux ; des fragments de graines contenant des cellules scléreuses tégumentaires à parois épaisses, sinueuses, brun-jaune ; parfois des macles et des microcristaux cunéiformes d'oxalate de calcium.
- C. À 1 g de drogue pulvérisée (180), ajoutez 10 mL d'*acide sulfurique 0,05 M*. Agitez pendant 2 min et filtrez. Au filtrat, ajoutez 1 mL d'*ammoniaque concentrée R* et 5 mL d'*eau R*. Agitez avec 15 mL d'*éther exempt de peroxydes R*, avec précaution, pour éviter la formation d'émulsion. Séchez la phase étherée sur du *sulfate de sodium anhydre R*. Filtrez dans une capsule de porcelaine, puis évaporez le solvant. Ajoutez 0,5 mL d'*acide nitrique R*, puis évaporez au bain-marie à siccité. Ajoutez 10 mL d'*acétone R* et, goutte à goutte, une solution d'*hydroxyde de potassium R* à 30 g/L dans l'*éthanol à 96 pour cent R*. Il se développe une intense coloration violette.

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

D. Chromatographie sur couche mince (2.2.27)

Examinez le chromatogramme obtenu dans la rubrique ESSAI.

Détection : pulvérisez sur la plaque refroidie de la *solution d'iodobismuthate de potassium R2* jusqu'à l'apparition de bandes orangées ou brunes sur fond jaune.

Résultats : voir ci-dessous la séquence des bandes présentes dans les chromatogrammes obtenus avec la solution témoin et la solution à examiner. L'intensité des bandes du chromatogramme obtenu avec la solution à examiner n'est pas inférieure à celle des bandes du chromatogramme obtenu avec la solution témoin. Par ailleurs, d'autres bandes de faible intensité peuvent être présentes, notamment au centre du chromatogramme.

Haut de la plaque	
Scopolamine : une bande orangée à brune ----- -----	Une bande orangée à brune (scopolamine) ----- -----
Hyoscyamine : une bande orangée à brune	Une bande orangée à brune (hyoscyamine)
Solution témoin	Solution à examiner

ESSAI

Atropine. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

Solution à examiner. A 2,0 g de drogue pulvérisée (180), ajoutez 20 mL d'*acide sulfurique 0,05 M*, agitez pendant 15 min et filtrez. Lavez le filtre avec de l'*acide sulfurique 0,05 M* jusqu'à obtention de 25 mL de filtrat. Au filtrat, ajoutez 1 mL d'*ammoniaque concentrée R* et agitez avec 2 fois 10 mL d'*éther exempt de peroxydes R*. Séparez par centrifugation si nécessaire. Réunissez les phases étherées, séchez-les sur du *sulfate de sodium anhydre R*, filtrez et évaporez la solution, au bain-marie, à siccité. Dissolvez le résidu dans 0,5 mL de *méthanol R*.

Solution témoin. Dissolvez 50 mg de *sulfate d'hyoscyamine R* dans 9 mL de *méthanol R*. Dissolvez 15 mg de *bromhydrate de scopolamine R* dans 10 mL de *méthanol R*. Mélangez 3,8 mL de solution de sulfate d'hyoscyamine et 4,2 mL de solution de bromhydrate de scopolamine et complétez à 10 mL avec du *méthanol R*.

Plaque : plaque au gel de silice pour CCM R.

Phase mobile : *ammoniaque concentrée R*, *eau R*, *acétone R* (3:7:90 V/V/V).

Dépôt : 10 µL en bandes.

Développement : sur un parcours de 10 cm.

Séchage : à 100-105 °C.

Détection : pulvérisez abondamment de la *solution de nitrite de sodium R* jusqu'à ce que la couche de silice devienne transparente. Examinez après 15 min à la lumière du jour.

Résultat : voir ci-dessous la séquence des bandes présentes dans les chromatogrammes obtenus avec la solution témoin et la solution à examiner. Il n'y a pas de bande virant au bleu-gris (atropine) et les bandes secondaires éventuelles disparaissent.

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	
Scopolamine : une bande brun-rouge ----- -----	Une bande brun-rouge (scopolamine) ----- -----
Hyoscyamine : une bande brun-rouge	Une bande brun-rouge (hyoscyamine)
Solution témoin	Solution à examiner

Éléments étrangers (2.8.2) : au maximum 4,5 pour cent dont 2,5 pour cent de tiges d'un diamètre supérieur à 7 mm.

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 (355).

Cendres totales (2.4.16) : au maximum 30,0 pour cent.

Cendres insolubles dans l'acide chlorhydrique (2.8.1) : au maximum 12,0 pour cent.

DOSAGE

Solution à examiner. Imbibez 40,0 g de drogue pulvérisée (180) avec un mélange de 8 mL d'ammoniaque R, de 10 mL d'éthanol 96 pour cent R et de 30 mL d'éther exempt de peroxydes R. Mélangez soigneusement. Introduisez le mélange dans un percolateur approprié, éventuellement à l'aide du mélange extracteur. Laissez macérer pendant 4 h et lixiviez avec un mélange de 1 volume de chloroforme R et de 3 volumes d'éther exempt de peroxydes R jusqu'à extraction complète des alcaloïdes. Evaporez à siccité quelques millilitres s'écoulant du percolateur. Reprenez le résidu par de l'acide sulfurique 0,25 M et vérifiez l'absence d'alcaloïdes avec de la solution de tétraiodomercurate de potassium R. Réduisez le volume du percolat à 50 mL environ par distillation au bain-marie, puis introduisez-les dans une ampoule à décantation en rinçant avec de l'éther exempt de peroxydes R. Au liquide obtenu, ajoutez 2,1 fois au moins son volume d'éther exempt de peroxydes R, de façon à obtenir une phase de densité nettement inférieure à celle de l'eau R. Agitez avec au moins 3 fois 20 mL d'acide sulfurique 0,25 M, séparez les 2 phases, par centrifugation si nécessaire, puis versez les fractions acides dans une deuxième ampoule à décantation. Alcalinisez par de l'ammoniaque R les solutions acides et agitez avec 3 fois 30 mL de chloroforme R. Réunissez les phases chloroformiques ; ajoutez 4 g de sulfate de sodium anhydre R et laissez en contact pendant 30 min en agitant de temps en temps. Décantez le chloroforme et lavez le sulfate de sodium anhydre avec 3 fois 10 mL de chloroforme R.

Réunissez les fractions chloroformiques, évaporez à siccité au bain-marie et desséchez à l'étuve à 100-105 °C pendant 15 min. Dissolvez le résidu dans quelques millilitres de chloroforme R, ajoutez 20 mL d'acide sulfurique 0,01 M et éliminez le chloroforme par évaporation au bain-marie. Titrez l'excès d'acide par l'hydroxyde de sodium 0,02 M en présence d'indicateur mixte au rouge de méthyle R.

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

$$\frac{0,5788 \times (20 - n)}{m}$$

n = nombre de millilitres d'hydroxyde de sodium 0,02 M utilisés,

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

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

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.

Pharmacopée française 2007