

PILOSELLE

Hieracium pilosella

DEFINITION

Partie aérienne séchée, entière ou fragmentée, de *Hieracium pilosella* L.

Teneur : au minimum 2,5 pour cent de dérivés totaux de l'acide *ortho*-dihydroxycinnamique, exprimés en acide chlorogénique (C₁₆H₁₈O₉ ; M_r 354,3).

IDENTIFICATION

- A. La piloselle présente des feuilles groupées en rosette à la base de la plante. De taille variable, de 1 cm à 12 cm de longueur et de 0,5 cm à 2 cm de largeur, elles sont entières, plus ou moins elliptiques, hérissées de soies sur les 2 faces et sur les bords. La face supérieure est vert clair et la face inférieure gris blanchâtre tomenteuse.
- B. Réduisez la piloselle en poudre (355). La poudre est verdâtre et floconneuse. Examinée au microscope, la piloselle pulvérisée présente de nombreux poils tecteurs : pluricellulaires formés d'un pied unicellulaire à tri-cellulaire, unisériel, surmonté de plusieurs articles effilés et disposés en étoile ; pluricellulaires, unisériés ; unicellulaires à parois dentées, très longs. De rares grains de pollen à contenu brun et de contours irréguliers (10 µm -15 µm) peuvent être observés, ainsi que des débris de vaisseaux spiralés, des fragments d'épidermes et des gouttelettes lipophiles.
- C. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

Solution à examiner. À 0,5 g de drogue pulvérisée (355) (2.9.12), ajoutez 10 mL d'éthanol à 60 pour cent V/V R. Agitez pendant 30 min. Filtrez.

Solution témoin. Dissolvez 10 mg d'acide chlorogénique R, 10 mg de lutéoline-7-glucoside R et 10 mg d'ombelliférone R dans l'éthanol à 96 pour cent R et complétez à 10 mL avec le même solvant.

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 : acide formique anhydre R, méthanol R, eau R, acétate d'éthyle R (2,5:4:4:50 V/V/V/V).

Dépôt : 10 µL [ou 2 µL] en bandes.

Développement : sur un parcours de 10 cm [ou 5 cm].

Séchage : à l'air.

Détection : pulvérisez par une solution de diphénylborate d'aminoéthanol R à 10 g/L et de

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

macrogol 400 R à 50 g/L dans du *méthanol R*. Laissez sécher. Examinez en lumière ultraviolette à 365 nm.

Résultats : voir ci-après 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 fluorescence bleu-vert peuvent être présentes dans le tiers inférieur du chromatogramme obtenu avec la solution à examiner.

Haut de la plaque	
Ombelliférone : une bande de fluorescence bleue	Une bande de fluorescence bleue (ombelliférone) Une bande de fluorescence orange-jaune Deux bandes de fluorescence bleu-vert
-----	-----
Lutéoline-7-glucoside : une bande de fluorescence orange-jaune Acide chlorogénique : une bande de fluorescence bleu-vert	Une bande de fluorescence bleu-vert Une bande de fluorescence orange-jaune (lutéoline-7-glucoside) Une bande de fluorescence bleu-vert (acide chlorogénique)
-----	-----
Solution témoin	Solution à examiner

ESSAI

Perte à la dessiccation (2.2.32) : au maximum 12,0 pour cent, déterminé à l'étuve à 105 °C pendant 2 heures sur 1,000 g de piloselle pulvérisée (355) (2.9.12).

Cendres totales (2.4.16) : au maximum 15,0 pour cent.

DOSAGE

Solution à examiner (a). Dans un ballon, placez 1,000 g de piloselle pulvérisée (355). Ajoutez 90 mL d'*éthanol à 50 pour cent V/V R*. Chauffez à reflux au bain-marie pendant 30 min. Laissez refroidir et filtrez en recueillant le filtrat dans une fiole jaugée de 100 mL. Rincez le ballon et le filtre avec 10 mL d'*éthanol à 50 pour cent V/V R*. Ajoutez-les au filtrat et complétez à 100,0 mL avec le même solvant.

Solution à examiner (b). Ajoutez successivement, en agitant après chaque ajout, 1,0 mL de solution à examiner (a), 2 mL d'*acide chlorhydrique 0,5 M*, 2 mL d'une solution contenant 100 g/L de *nitrite de sodium R* et 100 g/L de *molybdate de sodium R*, 2 mL de solution diluée d'*hydroxyde de sodium R* et complétez à 10,0 mL avec de l'*eau R*.

Mesurez immédiatement l'absorbance à 525 nm (2.2.25) de la solution examiner (b) en utilisant comme liquide de compensation un mélange préparé comme suit : ajoutez 1,0 mL de solution à examiner (a), 2 mL d'*acide chlorhydrique 0,5 M*, 2 mL de *solution diluée d'hydroxyde de sodium R* et complétez à 10,0 mL avec de l'*eau R*.

Calculez la teneur pour cent en dérivés totaux de l'acide *ortho*-dihydroxycinnamique, exprimés en acide chlorogénique à l'aide de l'expression :

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

$$\frac{A \times 1000}{188 \times m}$$

en prenant 188 comme valeur de l'absorbance spécifique de l'acide chlorogénique à 525 nm.

A = absorbance à 525 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.