

ÉRYSIMUM

Sisymbrium officinale

DÉFINITION

L'érysimum est constitué par les parties aériennes fleuries séchées de *Sisymbrium officinale* (L.) Scop. (= *Erysimum officinale* L.). Il contient au minimum 0,3 pour cent de glucosinolates totaux exprimés en sinigrine ($C_{10}H_{16}KNO_9S_2$; M_r 397,5), calculé par rapport à la drogue desséchée.

CARACTÈRES

Le fruit velu est une silique d'environ 1 cm à 2 cm de long, beaucoup plus longue que large, cylindroconique, élargie à la base, atténuée en pointe au sommet. Chaque valve est parcourue, d'un bout à l'autre, par 3 nervures peu saillantes.

Examinée au microscope, la section transversale de la nervure principale de la feuille, montée dans le *réactif carmino-vert R*, présente une face supérieure plane et une face inférieure à 3 lobes. Les épidermes, supérieur et inférieur, sont cuticularisés, stomatifères et pilifères. Les poils tecteurs sont unicellulaires, droits, à parois épaissies et ponctuées. Le système conducteur comprend 3 faisceaux principaux entourés chacun par un endoderme nettement visible, une zone péricyclique à cellules celluloseuses fortement épaissies et un arc libéro-ligneux peu développé. Le limbe présente un mésophylle hétérogène asymétrique.

Examinée au microscope, la section transversale de la tige est arrondie. L'épiderme est pilifère. Les poils tecteurs sont unicellulaires, à parois épaissies et finement ponctuées.

L'érysimum présente les caractères macroscopiques et microscopiques décrits aux identifications A et B.

IDENTIFICATION

- A. La tige principale émet des rameaux étalés qui forment, avec elle, un angle très ouvert. Les feuilles, isolées, pétiolées, sont profondément divisées en lobes inégaux, dont le terminal est hasté. Les fleurs, groupées en petites grappes corymboides, sont hermaphrodites, actinomorphes. Le calice comprend 4 sépales, de 1 mm à 2 mm de long, de même taille que le pédicelle. Les 4 pétales jaunes sont disposés en croix sur un même verticille. Chacun mesure 2 mm à 4 mm de long. L'androcée regroupe 6 étamines dont 2 disposées en verticille externe et les 4 autres, plus grandes, en verticille interne. Le gynécée est formé de 2 carpelles soudés par leurs bords en un ovaire à placentation pariétale, divisé secondairement en 2 loges par une cloison. Le style, long de 0,5 mm à 1 mm, est simple et terminé par 2 loges stigmatiques. Le fruit peut être présent. Il est droit, court velu, isolé, dressé et étroitement appliqué contre la tige.
- B. Réduisez l'érysimum en poudre (355). La poudre est vert-jaune. Examinez au microscope, en utilisant de la *solution d'hydrate de chloral R*. La poudre présente des fragments d'épidermes portant des poils tecteurs, unicellulaires, à parois épaissies et ponctuées.
- C. Opérez par chromatographie sur couche mince (2.2.27) en utilisant une plaque recouverte d'un *gel de silice* approprié.

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

Solution à examiner. À 1 g d'érysimum pulvérisé, ajoutez 20 mL de *méthanol R* bouillant. Maintenez, sous agitation à reflux, pendant 30 min, laissez refroidir puis filtrez. Évaporez à siccité, reprenez le résidu avec 2 fois 1 mL d'*eau R*, réunissez les solutions (solution S). Utilisez une cartouche échangeuse d'anions préparé comme suit : sur un entonnoir à verre fritté, introduisez 10 g de résine de cellulose échangeuse d'anions. Traitez la résine avec 10 volumes d'*acide acétique dilué R* et rincez avec de l'*eau R* jusqu'à neutralité. Dans une cartouche de 1,2 cm de diamètre et de 8 cm de hauteur, introduisez une quantité de résine correspondant à 2,5 cm de hauteur. Lavez avec 10 mL d'*eau R* avant utilisation. Déposez la solution S sur la cartouche. Rincez avec 10 mL d'*eau R* ; éliminez les eaux de lavage et éluez les glucosinolates avec 7,5 mL d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium *R* à 8,4 g/L, ajustée à pH 9 avec de l'hydroxyde de sodium *R*, et poursuivez l'élution avec 5 mL d'*eau R*. Ajoutez aux éluats 1 mL d'*acide chlorhydrique 0,1 M*. Évaporez sous pression réduite, à siccité, dans dépasser 50 °C. Reprenez le résidu avec 10 mL de *méthanol R*, traitez aux ultrasons et filtrez.

Solution témoin. Dissolvez 5 mg de *sinigrine R* dans du *méthanol R* et complétez à 10 mL avec le même solvant.

Déposez séparément sur la plaque, en bandes, 20 µL de chaque solution. Développez sur un parcours de 15 cm en utilisant un mélange de 40 volumes de *méthanol R* et de 60 volumes de *chlorure de méthylène R*. Faites sécher la plaque dans un courant d'air et pulvériser une solution de *thymol R* à 10 g/L dans une solution d'*acide sulfurique R* à 10 pour cent V/V dans l'*éthanol à 96 pour cent R*. Chauffez la plaque à 100-105 °C. Le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner présente plusieurs bandes de couleur rouge orangé dont une de R_f voisin de celui de la bande du chromatogramme obtenu avec la solution témoin.

ESSAI

Éléments étrangers (2.8.2). L'érysimum satisfait à l'essai des éléments étrangers.

Perte à la dessiccation (2.2.32). Déterminée à l'étuve à 105 °C sur 1,000 g d'érysimum pulvérisé, la perte à la dessiccation n'est pas supérieure à 13,0 pour cent.

Cendres totales (2.4.16). Le taux des cendres totales n'est pas supérieur à 10,0 pour cent.

DOSAGE

Opérez par chromatographie liquide (2.2.29) en utilisant de la *sinigrine* comme étalon externe.

Solution d'étalon externe. Dans un ballon jaugé de 25,0 mL, dissolvez 3,0 mg de *sinigrine R* dans 20 mL d'un mélange de 40 volumes d'*eau R* et de 60 volumes de *méthanol R* et complétez à 25,0 mL avec le même mélange de solvants.

Solution à examiner. Prélevez 50 g environ d'érysimum pulvérisé (355). Homogénéisez. À 5,0 g d'érysimum pulvérisé, ajoutez 100 mL d'un mélange de 45 volumes d'*eau R* et de 55 volumes de *méthanol R* bouillant. Maintenez à reflux sous agitation magnétique pendant 15 min. Filtrez et reprenez le marc avec, à nouveau, 80 mL d'un mélange de 45 volumes d'*eau R* et de 55 volumes de *méthanol R*. Procédez comme précédemment.

Rincez le marc avec le même mélange de solvants et réunissez les filtrats. Homogénéisez par traitement aux ultrasons, à température ambiante, pendant 5 min. Filtrez sous pression réduite et

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

transvasez quantitativement le filtrat dans une fiole jaugée de 200,0 mL. Complétez au trait de jauge avec le même mélange de solvants.

La chromatographie peut être réalisée en utilisant :

- une pré-colonne d'acier inoxydable d'une longueur de 20 mm et d'un diamètre intérieur de 4 mm, suivie d'une colonne d'acier inoxydable d'une longueur de 0,125 m et d'un diamètre intérieur de 4 mm, toutes deux remplies d'un *gel de silice octadécysilylé pour chromatographie R* (5 µm) ;
- comme phase mobile, à un débit de 1 mL par minute, un mélange de 45 volumes d'une solution de *phosphate disodique dihydraté R* à 1,780 g/L et de 55 volumes d'une solution de *bromure de tétraheptylammonium R* à 2,451 g/L dans le *méthanol R* ;
- une boucle d'injection de 20 µL ;
- un spectrophotomètre réglé à 230 nm.

Injectez séparément la solution à examiner et la solution témoin, à un débit de 1 mL par minute.

Calculez la teneur pour cent en glucosinolates totaux exprimés en sinigrine à l'aide de l'expression :

$$\frac{A_1 + A_2}{A_3} \times \frac{m_2}{m_1} \times 800$$

A_1 = surface du pic de temps de rétention voisin de celui de la sinigrine dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner ;

A_2 = surface du pic de temps de rétention immédiatement supérieur à celui de la sinigrine dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner ;

A_3 = surface du pic de la sinigrine dans le chromatogramme obtenu avec la solution d'étalon externe ;

m_1 = masse de la prise d'essai, en grammes ;

m_2 = masse de sinigrine dans la solution d'étalon externe, 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.