

**HOUBLON (CÔNE FRAIS DE)
POUR PREPARATIONS HOMEOPATHIQUES**

**HUMULUS LUPULUS RECENS
POUR PREPARATIONS HOMEOPATHIQUES**

Humulus lupulus recens ad praeparationes homoeopathicas

DÉFINITION

Inflorescence femelle mûre, fraîche, de *Humulus lupulus* L.

IDENTIFICATION

Cône, de couleur verdâtre et d'une longueur de 2 cm à 5 cm, pétiolé, ovoïde, constitué par de nombreuses bractées ovales, sessiles, membraneuses, imbriquées. Bractées externes aplaties et symétriques. Bractées internes, plus longues, asymétriques à la base par un repli entourant généralement un fruit (akène) induvié. Ovaire, plus rarement fruit, base des bractées et surtout repli induvial, couverts de petites glandes jaune-orangé.

ESSAI

Perte à la dessiccation (2.2.32) : au minimum 70,0 pour cent, déterminé à l'étuve à 105 °C pendant 2 h, sur 5,000 g de drogue finement coupée.

SOUCHE

DÉFINITION

Teinture mère de houblon préparée à la teneur en éthanol de 55 pour cent V/V, à partir de l'inflorescence femelle mûre, fraîche, de *Humulus lupulus* L.

Teneur : au minimum 0,04 pour cent *m/m* de flavonoïdes totaux, exprimés en isoquercitroside ($C_{21}H_{20}O_{12}$; M_r 464,4).

PRODUCTION

Méthode 1.1.10 (2371). Droque coupée en fragments de 0,5 à 1,5 cm. Durée de macération : 2 à 4 semaines.

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

CARACTÈRES

Aspect : liquide brun-orangé.

IDENTIFICATION

A. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

Solution à examiner. Teinture mère.

Solution témoin. Dissolvez 5 mg de *rutine R* et 5 mg d'*isoquercitroside R* dans 20 mL d'*éthanol à 96 pour cent R*.

Plaque : plaque au gel de silice pour CCM R.

Phase mobile : eau R, acide formique anhydre R, méthyléthylcétone R, acétate d'éthyle R (10:10:30:50 V/V/V/V).

Dépôt : 40 µL, en bandes.

Développement : sur un parcours de 10 cm.

Séchage : à l'air.

Détection : pulvérisez une solution de *diphénylborate d'aminoéthanol R* à 10 g/L dans le *méthanol R*. Pulvérisez ensuite une solution de *macrogol 400 R* à 50 g/L dans le *méthanol R*. Laissez sécher la plaque à l'air pendant 30 min environ. 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	
-----	-----
Isoquercitroside : une bande orangée	Une bande jaune-vert Une bande orangée (isoquercitroside)
Rutine : une bande orangée	Une bande orangée (rutine)
-----	-----
Solution témoin	Solution à examiner

B. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

Solution à examiner. Agitez 10 mL de teinture mère avec deux fois 15 mL d'*éther de pétrole R*. Réunissez les phases étherées et séchez-les sur du *sulfate de sodium anhydre R*. Filtrez puis évaporez à siccité au bain-marie. Reprenez le résidu par 1 mL de *méthanol R*.

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

Solution témoin. Dissolvez 10 mg d'*humulène R* et 5 mg de β -*sitostérol R* dans 10 mL de *chlorure de méthylène R*.

Plaque : plaque au gel de silice pour CCM *R*.

Phase mobile : éther isopropylique *R*, toluène *R* (20:80 V/V).

Dépôt : 20 μ L, en bandes.

Développement : sur un parcours de 10 cm.

Séchage : à l'air.

Détection : pulvérisez de la *solution d'aldéhyde anisique R* et chauffez à 100-105 °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. Le chromatogramme obtenu avec la solution témoin peut présenter une bande rose supplémentaire dans le tiers médian, correspondant à un isomère de l'humulène. Par ailleurs, d'autres bandes de faible intensité peuvent être présentes dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner.

Haut de la plaque	
Humulène : une bande rose intense -----	Une bande rose (humulène) -----
-----	Une bande rose-brun Une bande rose
-----	-----
β -sitostérol : une bande rose	Une bande rose
Solution témoin	Solution à examiner

ESSAI

Éthanol (2.9.10) : 50 pour cent V/V à 60 pour cent V/V.

Résidu sec (2.8.16) : au minimum 1,5 pour cent *m/m*.

DOSAGE

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

Solution mère. Dans une fiole jaugée de 10,0 mL, introduisez 1,000 g de teinture mère et complétez à 10,0 mL avec un mélange de 10 volumes de *méthanol R* et de 100 volumes d'*acide acétique glacial R*.

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

Solution à examiner. Dans une fiole jaugée de 25,0 mL, introduisez 2,0 mL de solution mère et 15,0 mL d'une solution contenant 25,0 g/L d'*acide borique R* et 20,0 g/L d'*acide oxalique R* dans l'*acide formique anhydre R* puis complétez à 25,0 mL avec de l'*acide acétique glacial R*.

Liquide de compensation. Dans une fiole jaugée de 25,0 mL, introduisez 2,0 mL de solution mère et 15,0 mL d'*acide formique anhydre R* puis complétez à 25,0 mL avec de l'*acide acétique glacial R*.

Solution témoin mère. Dans une fiole jaugée de 100,0 mL, dissolvez 8,0 mg d'*isoquercitroside R* dans un mélange de 10 volumes de *méthanol R* et de 100 volumes d'*acide acétique glacial R*, et complétez à 100,0 mL avec le même solvant.

Solution témoin. Dans une fiole jaugée de 25,0 mL, introduisez 2,0 mL de solution témoin mère et 15,0 mL d'une solution contenant 25,0 g/L d'*acide borique R* et 20,0 g/L d'*acide oxalique R* dans l'*acide formique anhydre R* puis complétez à 25,0 mL avec de l'*acide acétique glacial R*.

Liquide de compensation du témoin. Dans une fiole jaugée de 25,0 mL, introduisez 2,0 mL de solution témoin mère et 15,0 mL d'*acide formique anhydre R* puis complétez à 25,0 mL avec de l'*acide acétique glacial R*.

Quarante minutes après l'ajout du dernier réactif, mesurez l'absorbance à 425 nm de la solution à examiner et de la solution témoin, par comparaison aux liquides de compensation.

Calculez la teneur pour cent *m/m* en flavonoïdes totaux, exprimés en isoquercitroside à l'aide de l'expression :

$$\frac{A_1 \times m_2 \times 10}{m_1 \times A_2}$$

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 mère, en grammes,

m_2 = masse de la prise d'essai d'isoquercitroside dans la solution témoin mère, en grammes.

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