

**SAPIN NOIR
POUR PRÉPARATIONS HOMÉOPATHIQUES**

**ABIES NIGRA
POUR PRÉPARATIONS HOMÉOPATHIQUES**

Picea mariana ad praeparationes homoeopathicas

DÉFINITION

Résine durcie à l'air, s'écoulant naturellement ou par incision du tronc et des branches de *Picea mariana* (Mill.) B.S.P.

Teneur : au minimum 0,6 pour cent d' α -pinène ($C_{10}H_{16}$; M_r 136,2).

CARACTÈRES

Caractères macroscopiques décrits en identification A.

Odeur aromatique.

IDENTIFICATION

Première identification : A, B.

Seconde identification : A, C.

A. Masse plus ou moins dure, de forme et de taille variable, formée de larmes agglomérées, collante, de couleur jaune clair à brun plus ou moins foncé, ponctué de rose-violet. Cassure brillante.

B. Examinez les chromatogrammes obtenus dans le dosage.

Résultats : le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner présente un pic semblable quant à son temps de rétention au pic du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (α -pinène).

C. Examinez les chromatogrammes obtenus dans l'essai des Autres résines.

Détection : pulvérisez 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. Par ailleurs, d'autres bandes 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	
Acétate de bornyle : une bande brun-jaune -----	Une bande violette -----
Bornéol : une bande brun-jaune -----	Une bande étalée violette -----
Solution témoin	Solution à examiner

ESSAI

Cendres totales (2.4.16) : au maximum 3,0 pour cent.

Autres résines. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

Solution à examiner. À 3 g de drogue pulvérisée (180), ajoutez 30 mL d'éthanol à 90 pour cent V/V R. Chauffez à reflux au bain-marie à 60 °C pendant 15 min. Laissez refroidir. Filtrez. Prélevez 1 mL de cette solution et complétez à 10 mL avec de l'éthanol à 90 pour cent V/V R.

Solution témoin. Dissolvez 10 mg d'acétate de bornyle R et 20 mg de bornéol R dans 20 mL d'éthanol à 96 pour cent R.

Plaque : plaque au gel de silice pour CCM R.

Phase mobile : acétate d'éthyle R, hexane R (30:70 V/V).

Dépôt : 20 µL, en bandes.

Développement : sur un parcours de 10 cm.

Séchage : à l'air.

Détection : examinez en lumière ultraviolette à 365 nm.

Résultats : la présence de bandes de fluorescence bleue de forte intensité signale une falsification par d'autres résines.

DOSAGE

Chromatographie en phase gazeuse (2.2.28).

Solution d'étalon interne. Dans une fiole jaugée de 100,0 mL, introduisez 0,100 g d'acétate de bornyle R dans l'éthanol à 96 pour cent R et complétez avec le même solvant.

Solution à examiner. À 2,500 g de drogue pulvérisée (180), ajoutez 30 mL d'éthanol à 90 pour cent V/V R et agitez pendant 1 h. Laissez décanter. Filtrez dans une fiole jaugée de 50,0 mL. Rincez le résidu et le filtre avec de l'éthanol à 90 pour cent V/V R puis complétez à 50,0 mL avec le même solvant. Dans une fiole jaugée de 20,0 mL, introduisez 4,0 mL de cette solution, ajoutez 2,0 mL de solution d'étalon interne et complétez avec l'éthanol à 96 pour cent R.

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

Solution témoin. Dans une fiole jaugée de 100,0 mL, dissolvez 0,150 g d' α -pinène R dans l'éthanol à 96 pour cent R et complétez avec le même solvant. Dans une fiole jaugée de 20,0 mL, introduisez 10,0 mL de cette solution et complétez avec l'éthanol à 96 pour cent R. Dans une fiole jaugée de 20,0 mL, introduisez 2,0 mL de cette solution, ajoutez 2,0 mL de solution d'étalon interne et complétez avec l'éthanol à 96 pour cent R.

Colonne :

- matériau : silice fondue,
- dimensions : $l = 30$ m, $\varnothing = 0,53$ mm,
- phase stationnaire : poly(diméthyl)(diphényl)siloxane R (épaisseur du film 1,5 μ m).

Gaz vecteur : hélium pour chromatographie R.

Pression : 1 Bar.

Température :

	Intervalle (min)	Température (°C)
Colonne	0 – 2,5	40 → 50
	2,5 – 21	50 → 200
	21 – 41	200
	41 – 43	200 → 240
	43 – 48	240
Chambre à injection		220
Détecteur		250

Détection : ionisation de flamme.

Injection : 1 μ L.

Ordre d'élution des pics : α -pinène, acétate de bornyle.

Conformité du système : solution témoin.

- Résolution : au minimum 1,5 entre le pic majoritaire et l'acétate de bornyle (solution à examiner).

Calculez la teneur pour cent en α -pinène de la drogue, à l'aide de l'expression :

$$\frac{A_1 \times A'_2 \times m_2}{A'_1 \times A_2 \times m_1} \times 12,5$$

A'_1 = aire du pic correspondant à l'étalon interne dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner,

A'_2 = aire du pic correspondant à l'étalon interne dans le chromatogramme obtenu avec la solution témoin,

A_1 = aire du pic correspondant à l' α -pinène dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner,

A_2 = aire du pic correspondant à l' α -pinène dans le chromatogramme obtenu avec la solution témoin,

m_1 = masse de la prise d'essai de drogue, 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 d' α -pinène dans la solution témoin, en grammes.

SOUCHE

DÉFINITION

Teinture mère de sapin noir préparée à la teneur en éthanol de 90 pour cent V/V, à partir de la résine durcie à l'air de sapin noir, selon la technique générale de préparation des teintures mères (voir la monographie *Préparations homéopathiques (1038)* et la Précision complémentaire de l'Autorité française de Pharmacopée).

Teneur : au minimum 0,04 pour cent m/m d' α -pinène ($C_{10}H_{16}$; M_r 136,2).

CARACTÈRES

Couleur jaune.

Odeur aromatique.

IDENTIFICATION

Première identification : A, B.

Seconde identification : A, C.

A. À 1 mL de teinture mère de sapin noir, ajoutez 1 mL d'eau R. Il se produit un trouble laiteux.

B. Examinez les chromatogrammes obtenus dans le dosage.

Résultats : le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner présente un pic semblable quant à son temps de rétention au pic du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (α -pinène).

C. Examinez les chromatogrammes obtenus dans l'essai des autres résines.

Détection : pulvérisez 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. Par ailleurs, d'autres bandes 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	
Acétate de bornyle : une bande brun-jaune -----	Une bande violette -----
Bornéol : une bande brun-jaune -----	Une bande étalée violette -----
Solution témoin	Solution à examiner

ESSAI

Éthanol (2.9.10) : 85 pour cent V/V à 95 pour cent V/V.

Résidu sec (2.8.16) : au minimum 7,0 pour cent.

Autres résines. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

Solution à examiner. Teinture mère diluée au 1/10 dans l'éthanol à 96 pour cent R.

Solution témoin. Dissolvez 10 mg d'acétate de bornyle R et 20 mg de bornéol R dans 20 mL d'éthanol à 96 pour cent R.

Plaque : plaque au gel de silice pour CCM R.

Phase mobile : acétate d'éthyle R, hexane R (30:70 V/V).

Dépôt : 20 µL, en bandes.

Développement : sur un parcours de 10 cm.

Séchage : à l'air.

Détection : examinez en lumière ultraviolette à 365 nm.

Résultats : la présence de bandes de fluorescence bleue de forte intensité signale une falsification par d'autres résines.

DOSAGE

Chromatographie en phase gazeuse (2.2.28).

Solution d'étalon interne. Dans une fiole jaugée de 100,0 mL, introduisez 0,100 g d'acétate de bornyle R dans l'éthanol à 96 pour cent R et complétez avec le même solvant.

Solution à examiner. Dans une fiole jaugée de 20,0 mL, introduisez 2,000 g de teinture mère, ajoutez 2,0 mL de solution d'étalon interne et complétez avec l'éthanol à 96 pour cent R.

Solution témoin. Dans une fiole jaugée de 100,0 mL, dissolvez 0,150 g d' α -pinène R dans l'éthanol à 96 pour cent R et complétez avec le même solvant. Dans une fiole jaugée de 20,0 mL, introduisez 10,0 mL de cette solution et complétez avec l'éthanol à 96 pour cent R. Dans

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

une fiole jaugée de 20,0 mL, introduisez 2,0 mL de cette solution, ajoutez 2,0 mL de solution d'étalon interne et complétez avec l'éthanol à 96 pour cent R.

Colonne :

- *matériau* : silice fondue,
- *dimensions* : $l = 30$ m, $\varnothing = 0,53$ mm,
- *phase stationnaire* : poly(diméthyl)(diphényl)siloxane R (épaisseur du film 1,5 μ m).

Gaz vecteur : hélium pour chromatographie R.

Pression : 1 Bar.

Température :

	Intervalle (min)	Température (°C)
Colonne	0 – 2,5	40 → 50
	2,5 – 21	50 → 200
	21 – 41	200
	41 – 43	200 → 240
	43 – 48	240
Chambre à injection		220
Détecteur		250

Détection : ionisation de flamme.

Injection : 1 μ L.

Ordre d'élution des pics : α -pinène, acétate de bornyle.

Conformité du système : solution témoin.

- *Résolution* : au minimum 1,5 entre le pic majoritaire et l'acétate de bornyle (solution à examiner).

Calculez la teneur pour cent m/m en α -pinène de la teinture mère, à l'aide de l'expression :

$$\frac{A_1 \times A'_2 \times m_2}{A'_1 \times A_2 \times m_1}$$

A'_1 = aire du pic correspondant à l'étalon interne dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner,

A'_2 = aire du pic correspondant à l'étalon interne dans le chromatogramme obtenu avec la solution témoin,

A_1 = aire du pic correspondant à l' α -pinène dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner,

A_2 = aire du pic correspondant à l' α -pinène dans le chromatogramme obtenu avec la solution témoin,

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

m_2 = masse de la prise d'essai d' α -pinène dans la solution témoin, en grammes.

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