ANVISA

# FARMACOPEIA BRASILEIRA

VIII EDIÇÃO

100 ANOS

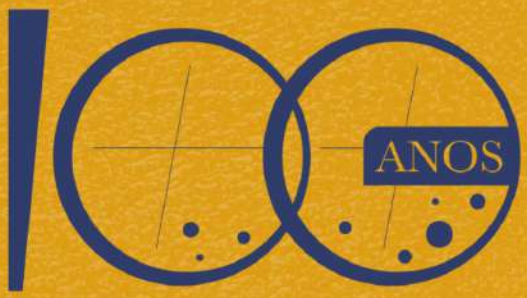
1926-2026

Agência Nacional de Vigilância Sanitária
**Brasília, 2026**


ANVISA

# FARMACOPEIA BRASILEIRA

VIII EDIÇÃO




1926-2026

Agência Nacional de Vigilância Sanitária

# Farmacopeia Brasileira,

8ª edição

Volume II – Monografias

Plantas Medicinais

Brasília
2026

*Copyright* © 2026. Agência Nacional de Vigilância Sanitária

É permitida a reprodução parcial ou total desta obra, desde que citada a fonte.
É vedada a impressão, distribuição, reprodução desta obra para fins comerciais sem a prévia e expressa anuência da Anvisa.

Disponível em: < https://bibliotecadigital.anvisa.gov.br/jspui/handle/anvisa/21039 >

**Diretor-Presidente**
Leandro Pinheiro Safatle

**Diretores**
Daniel Meirelles Fernandes Pereira
Daniela Marreco Cerqueira
Marcelo Mário Matos Moreira (diretor substituto)
Thiago Lopes Cardoso Campos

**Gerente de Laboratórios de Saúde Pública**
Graziela Costa Araújo

**Coordenadora da Farmacopeia**
Thaís Corrêa Rocha

Aprovado pela Resolução – RDC nº 1.026, de 15 de maio de 2026

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)**
**(Câmara Brasileira do Livro, SP, Brasil)**

Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Brasil)
Farmacopeia brasileira [livro eletrônico] :
volume II : monografias : plantas medicinais /
Agência Nacional de Vigilância Sanitária. --
8. ed. -- Brasília, DF : ANVISA, 2026.
PDF

ISBN 978-65-89701-48-4

1. Farmacopeia - Brasil 2. Plantas medicinais
I. Título.

26-365495.0 CDD-615.1181

**Índices para catálogo sistemático:**

1. Brasil : Farmacopeia 615.1181

Eliete Marques da Silva - Bibliotecária - CRB-8/9380

ISBN: 978-65-89701-48-4



Elaboração e edição:
Agência Nacional de Vigilância Sanitária SIA Trecho 5,
Área Especial 57, Lote 200
71205-050 Brasília – DF

Projeto gráfico da capa
Igor Viana Coelho Henriques

"O projeto gráfico da Farmacopeia Brasileira foi desenvolvido para representar a solidez histórica e o rigor técnico do principal compêndio farmacêutico nacional.

A paleta em azul profundo associada aos elementos dourados reforça atributos como credibilidade, autoridade científica e sofisticação institucional. A composição utiliza uma linguagem visual inspirada em diagramas técnicos, cartografias científicas e sistemas de medição, traduzindo visualmente o conceito de padronização farmacêutica.

Os elementos gráficos orbitais e geométricos simbolizam:

- controle de qualidade;
- rastreabilidade científica;
- precisão analítica;
- construção contínua do conhecimento farmacêutico.

A hierarquia tipográfica foi reorganizada para destacar a VIII Edição da obra, reforçando seu caráter técnico e editorial contemporâneo, sem perder a relevância histórica da celebração do primeiro centenário da Farmacopeia Brasileira." (Igor Henriques)

# PLANTAS MEDICINAIS


| | |
|---|---|
| ABACATEIRO, folha | PM001-00 |
| ACÔNITO, raiz | PM002-00 |
| ALCACHOFRA, folha | PM003-01 |
| ALCAÇUZ, raiz | PM004-01 |
| ALHO, bulbo | PM005-00 |
| ALOE, exsudato seco | PM006-01 |
| ALTEIA, raiz | PM007-00 |
| AMEIXA, fruto | PM008-01 |
| ANGICO, casca | PM009-00 |
| ANIS-DOCE, fruto | PM010-00 |
| ANIS-ESTRELADO, fruto | PM011-01 |
| ARNICA, flor | PM012-00 |
| AROEIRA, casca | PM013-00 |
| BABOSA, folha | PM014-01 |
| BÁLSAMO-DE-TOLU | PM015-00 |
| BÁLSAMO-DO-PERU | PM016-00 |
| BARBATIMÃO, casca | PM017-01 |
| BAUNILHA, fruto | PM018-00 |
| BELADONA, folha | PM019-00 |
| BENJOIM | PM020-00 |
| BOLDO, folha | PM021-01 |
| CALÊNDULA, flor | PM022-01 |
| CAMOMILA, flor | PM023-01 |
| CANELA-DA-CHINA, casca | PM024-01 |
| CANELA-DO-CEILÃO, casca | PM025-00 |
| CANNABIS, inflorescência | PM150-01 |
| CAPIM-LIMÃO, folha | PM026-01 |
| CARDAMOMO, semente | PM027-00 |
| CARQUEJA, caule alado | PM028-00 |
| CÁSCARA-SAGRADA, casca | PM029-00 |
| CASTANHA-DA-ÍNDIA, semente | PM030-01 |
| CENTELA, folha | PM031-00 |
| CHAMBÁ, folha | PM032-00 |
| CHAPÉU-DE-COURO, folha | PM033-01 |
| CIPÓ-CABELUDO, folha | PM153-00 |
| COENTRO, fruto | PM034-00 |

| | |
|---|---|
| COLÔNIA, folha | PM154-00 |
| CRATEGO, folha e flor | PM035-02 |
| CRAVO-DA-ÍNDIA, botão floral | PM036-00 |
| CÚRCUMA, rizoma | PM037-01 |
| ENDRO, fruto | PM038-01 |
| ESPINHEIRA-SANTA, folha | PM039-01 |
| ESTÉVIA, folha | PM040-01 |
| ESTRAMÔNIO, folha | PM041-01 |
| EUCALIPTO, folha | PM042-00 |
| FUNCHO-AMARGO, fruto | PM043-00 |
| FUNCHO-DOCE, fruto | PM044-00 |
| GARRA-DO-DIABO, raiz | PM045-02 |
| GENCIANA, rizoma e raiz | PM046-00 |
| GENGIBRE, rizoma | PM047-01 |
| GOIABEIRA, folha | PM048-01 |
| GUACO-CHEIROSO, folha | PM049-00 |
| GUARANÁ, semente | PM050-01 |
| HAMAMELIS, folha | PM051-00 |
| HIDRASTE, rizoma e raiz | PM052-00 |
| HORTELÃ-DO-BRASIL, parte aérea | PM053-00 |
| HORTELÃ-PIMENTA, folha | PM054-00 |
| JALAPA, raiz | PM055-00 |
| JUCÁ, casca | PM056-01 |
| JUCÁ, fruto | PM057-01 |
| LARANJA-AMARGA, exocarpo | PM058-00 |
| MACELA, flor | PM059-01 |
| MALVA, flor | PM060-00 |
| MARACUJÁ-AZEDO, folha | PM061-01 |
| MARACUJÁ-DOCE, folha | PM062-01 |
| MEIMENDRO, folha | PM063-01 |
| MELISSA, folha | PM064-01 |
| NOZ-DE-COLA, semente | PM065-01 |
| NOZ-VÔMICA, semente | PM066-01 |
| PITANGUEIRA, folha | PM067-01 |
| PLANTAGO, folha | PM155-00 |
| PLANTAGO, testa | PM068-00 |
| POLÍGALA, raiz | PM069-00 |
| QUEBRA-PEDRA, parte aérea | PM070-01 |

| | |
|---|---|
| QUEBRA-PEDRA, parte aérea | PM071-01 |
| QUILAIA, casca | PM072-00 |
| QUINA-AMARELA, casca | PM073-00 |
| RATÂNIA, raiz | PM074-00 |
| RAUVOLFIA, raiz | PM075-00 |
| ROMÃ, pericarpo | PM151-01 |
| RUIBARBO, rizoma e raiz | PM076-01 |
| SABUGUEIRO-DO-BRASIL, flor | PM077-01 |
| SABUGUEIRO, flor | PM078-01 |
| SALGUEIRO-BRANCO, casca | PM079-00 |
| SENE, folha | PM080-01 |
| SENE, fruto | PM081-02 |
| SOLIDAGO, parte aérea | PM156-00 |
| UVA-URSI, folha | PM082-01 |
| VALERIANA, rizoma e raiz | PM083-01 |

# PREPARAÇÕES VEGETAIS – TINTURAS


| | |
|---|---|
| ACÔNITO, tintura | PM084-00 |
| ANGICO, tintura | PM085-00 |
| ANIS-ESTRELADO, tintura | PM086-00 |
| AROEIRA, tintura | PM087-00 |
| BÁLSAMO-DE-TOLU, tintura | PM088-00 |
| BAUNILHA, tintura | PM089-01 |
| BELADONA, tintura | PM152-00 |
| BENJOIM, tintura | PM090-02 |
| BOLDO, tintura | PM091-02 |
| CALÊNDULA, tintura | PM092-00 |
| CAMOMILA, tintura | PM093-01 |
| CANELA-DO-CEILÃO, tintura | PM094-01 |
| CÁSCARA-SAGRADA, tintura | PM095-01 |
| CASTANHA-DA-ÍNDIA, tintura | PM096-01 |
| CÚRCUMA, tintura | PM097-00 |
| GENCIANA, tintura | PM098-00 |
| GUARANÁ, tintura | PM099-01 |
| HAMAMELIS, tintura | PM100-00 |
| JABORANDI, tintura | PM101-01 |
| LARANJA-AMARGA, tintura | PM102-00 |
| NOZ-VÔMICA, tintura | PM103-01 |
| RATÂNIA, tintura | PM104-00 |
| VALERIANA, tintura | PM105-01 |

# PREPARAÇÕES VEGETAIS – EXTRATO FLUIDO


| | |
|---|---|
| ABACATEIRO, extrato fluido | PM157-00 |
| ALCACHOFRA, extrato fluido | PM106-01 |
| ALCAÇUZ, extrato fluido | PM107-01 |
| AMEIXA, extrato fluido | PM108-01 |
| ANGICO, extrato fluido | PM109-00 |
| AROEIRA, extrato fluido | PM110-00 |
| BOLDO, extrato fluido | PM111-01 |
| CALÊNDULA, extrato fluido | PM112-00 |
| CANELA-DO-CEILÃO, extrato fluido | PM113-00 |
| CÁSCARA-SAGRADA, extrato fluido | PM114-01 |
| CASTANHA-DA-ÍNDIA, extrato fluido | PM115-01 |
| CIPÓ-CABELUDO, extrato fluido | PM158-00 |
| CRATEGO, extrato fluido | PM116-01 |
| GENCIANA, extrato fluido | PM117-00 |
| GUARANÁ, extrato fluido | PM118-01 |
| HAMAMELIS, extrato fluido | PM119-01 |
| LARANJA-AMARGA, extrato fluido | PM120-00 |
| NOZ-DE-COLA, extrato fluido | PM121-00 |
| NOZ-VÔMICA, extrato fluido | PM122-01 |
| RATÂNIA, extrato fluido | PM123-00 |
| VALERIANA, extrato fluido | PM124-00 |

# ÓLEOS, GORDURAS E CERAS


| | |
|---|---|
| ALECRIM, óleo | PM125-00 |
| ALGODÃO, óleo refinado | PM126-00 |
| ANIS-DOCE, óleo | PM127-00 |
| CAMOMILA, óleo | PM128-00 |
| CANELA-DA-CHINA, óleo | PM129-01 |
| CANELA-DO-CEILÃO, óleo | PM130-01 |
| CAPIM-LIMÃO, óleo | PM131-00 |
| CERA DE CARNAÚBA | PM132-00 |
| COENTRO, óleo | PM133-00 |
| CRAVO-DA-ÍNDIA, óleo | PM134-00 |
| EUCALIPTO, óleo | PM135-00 |
| EUCALIPTO-LIMÃO, óleo | PM136-00 |
| FUNCHO, óleo | PM137-00 |
| GIRASSOL, óleo refinado | PM138-00 |
| HORTELÃ-DO-BRASIL, óleo | PM139-01 |
| HORTELÃ-PIMENTA, óleo | PM140-00 |
| LARANJA-AMARGA, óleo | PM141-00 |
| LARANJA-DOCE, óleo | PM142-00 |
| LIMÃO, óleo | PM143-00 |
| MANTEIGA DE CACAU | PM144-00 |
| MELALEUCA, óleo | PM145-00 |
| NOZ-MOSCADA, óleo | PM146-00 |
| OLIVA, óleo virgem | PM147-00 |
| PALMA-ROSA, óleo | PM148-00 |
| TOMILHO, óleo | PM149-00 |

# ABACATEIRO, folha
## *Persea folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas de *Persea americana* Mill. (syn. *Persea gratissima* Gaertn. f.) contendo, no mínimo, 0,4% de flavonoides totais expressos em apigenina ($C_{15}H_{10}O_5$, 270,24) e 0,14% de óleo volátil.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas simples, elípticas, oblongas ou oval-acuminadas, semi-coriáceas, de margens inteiras, mais ou menos onduladas; lâmina com 8 a 20 cm de comprimento e 4 a 9 cm de largura; pecíolo de até 5 cm de comprimento e 3 a 4 mm de largura na base; quando frescas são de coloração verde-escura na face adaxial, pouco brilhantes e quase lisas, e mais clara, foscas e um tanto ásperas na face abaxial; folhas secas de coloração castanho-clara. Nervura principal proeminente na face abaxial, com nervuras secundárias oblíquas, também proeminentes, dando origem às nervuras terciárias que se anastomosam em fina trama.

**B.** Descrição microscópica

A lâmina foliar tem simetria dorsiventral e é hipoestomática, com estômatos anomocíticos. A epiderme em vista frontal mostra cutícula granulosa, e na face adaxial é formada por células poligonais com raros tricomas tectores unicelulares, de paredes espessas; a face abaxial é formada por células retangulares ou arredondadas. Os tricomas tectores são frequentes em folhas jovens e raros em folhas adultas. Em secção transversal, a epiderme é uniestratificada em ambas as faces e coberta por cutícula espessa. O mesofilo é formado por uma ou duas camadas de células paliçádicas, apresentando muitos idioblastos secretores de mucilagem e de óleo volátil. O parênquima esponjoso apresenta cerca de seis camadas de células irregulares, com grandes espaços intercelulares. Pode ocorrer uma organização diferenciada no mesofilo, junto aos idioblastos secretores, formada por células parenquimáticas alongadas e achatadas tangencialmente, de paredes espessas. A nervura principal mostra um feixe vascular colateral desenvolvido, envolto por uma bainha esclerenquimática, praticamente contínua. Cristais fusiformes de oxalato de cálcio ocorrem em células parenquimáticas próximas às nervuras. Na base da lâmina foliar, dois outros feixes colaterais pequenos ocorrem junto ao bordo, voltados para a face adaxial.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração verde-escura; fragmentos da epiderme adaxial com células poligonais recobertas por cutícula espessa; fragmentos da epiderme abaxial, contendo células retangulares e estômatos anomocíticos; tricomas tectores inteiros acompanhados de células epidérmicas ou isolados; fragmentos de tricomas tectores; fragmentos do mesofilo com idioblastos secretores; fragmentos de nervura, como descrita, acompanhados de células contendo cristais fusiformes.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

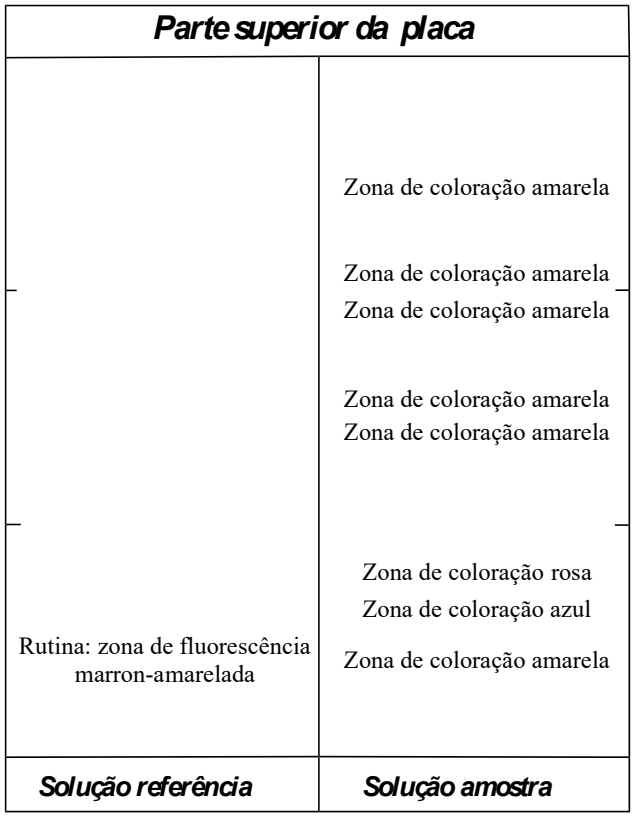
*Fase móvel*: acetato de etila, álcool isopropílico, água e ácido fórmico (300:17:13:0,1).

*Solução amostra*: preparar tintura 20% (p/v) das folhas pulverizadas com álcool etílico a 65% (v/v) por maceração ou percolação.

*Solução referência*: rutina a 1 mg/mL em álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca, deixar secar em estufa a temperatura entre 100 °C e 105 ºC e, ainda morna, nebulizar com uma solução de difenilborato de aminoetanol a 1% (p/v) em álcool metílico, seguido de uma solução de macrogol 400 a 5% (p/v) em álcool metílico. Deixar a placa secar ao ar livre por 30 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico.* No máximo 12,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 5,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 1000 mL contendo 500 mL de água como líquido de destilação. Utilizar planta seca rasurada e não contundida. Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil a partir de 100 g da droga rasurada. Destilar por quatro horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

**Flavonoides totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,5 g da droga pulverizada (800 µm) **(5.2.11)** e colocar em balão de fundo redondo de 100 mL. Acrescentar à droga 1 mL de solução aquosa de metenamina a 0,5% (p/v), 30 mL de solução de álcool etílico a 50% (v/v) e 2 mL de ácido clorídrico. Aquecer em manta de aquecimento por 30 minutos, sob refluxo. Filtrar a mistura em algodão para balão volumétrico de 100 mL. Retornar o resíduo da droga e o algodão ao balão de fundo redondo, adicionar mais 30 mL de solução de álcool etílico a 50% (v/v) e aquecer novamente, sob refluxo, durante 15 minutos. Filtrar em algodão para o mesmo balão volumétrico de 100 mL. Repetir a operação, retornar o resíduo da droga e o algodão para o balão de fundo redondo, adicionar 30 mL de solução de álcool etílico a 50% (v/v), aquecer sob refluxo, por 15 minutos e filtrar para o mesmo balão volumétrico de 100 mL. Após resfriamento, completar o volume do balão volumétrico de 100 mL com solução de álcool etílico a 50% (v/v).

*Solução amostra*: adicionar 10 mL da *Solução estoque* em balão volumétrico de 25 mL com 2 mL de solução de cloreto de alumínio a 5% (p/v) em solução de álcool etílico a 50% (v/v) e completar o volume com solução de álcool etílico a 50% (v/v). Após 30 minutos fazer a leitura.

*Solução branco*: adicionar 10 mL da *Solução estoque* em balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com solução de álcool etílico a 50% (v/v).

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* a 425 nm, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. O teor de flavonoides totais, expressos em apigenina, em porcentagem, é calculado segundo a expressão:

$$\mathrm{TF} = \frac{\mathrm{A} \times 250}{m \times 336{,}5}$$

em que,

TF = teor de flavonoides totais expressos em apigenina % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*;
250 = fator de diluição;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada considerando a perda por dessecação;
336,5 = coeficiente de absorção específica da apigenina.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado protegido da luz e do calor.

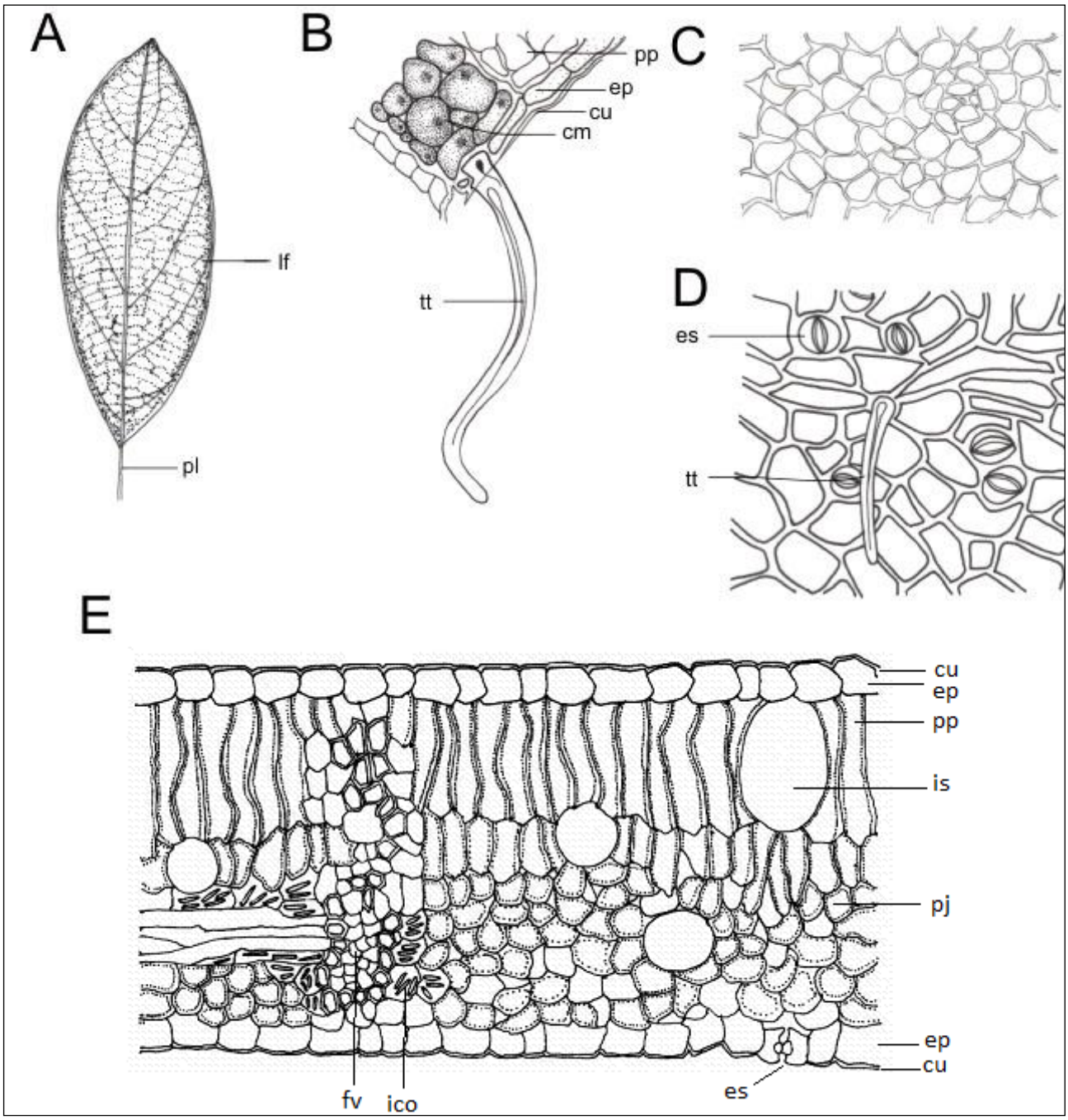



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópidos em *Persea americana* Mill.**

As escalas correspondem em A a 5 mm; em B, C e D a 20 µm; e em E a 50 µm.
**A –** folha em vista frontal: lâmina foliar (lf); pecíolo (pl). **B –** detalhe parcial da epiderme voltada para a face abaxial, em secção transversal: parênquima paliçádico (pp); epiderme (ep); cutícula (cu); célula contendo mucilagem (cm); tricoma tector (tt). **C –** detalhe parcial da epiderme voltada para a face adaxial, em vista frontal. **D –** detalhe parcial da epiderme voltada para a face abaxial, em vista frontal: estômato (es); tricoma tector (tt). **E –** detalhe de porção da lâmina foliar, em secção transversal: cutícula (cu); epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); idioblasto secretor (is); parênquima esponjoso (pj); estômato (es); idioblasto com cristais de oxalato de cálcio (ico); feixe vascular (fv).

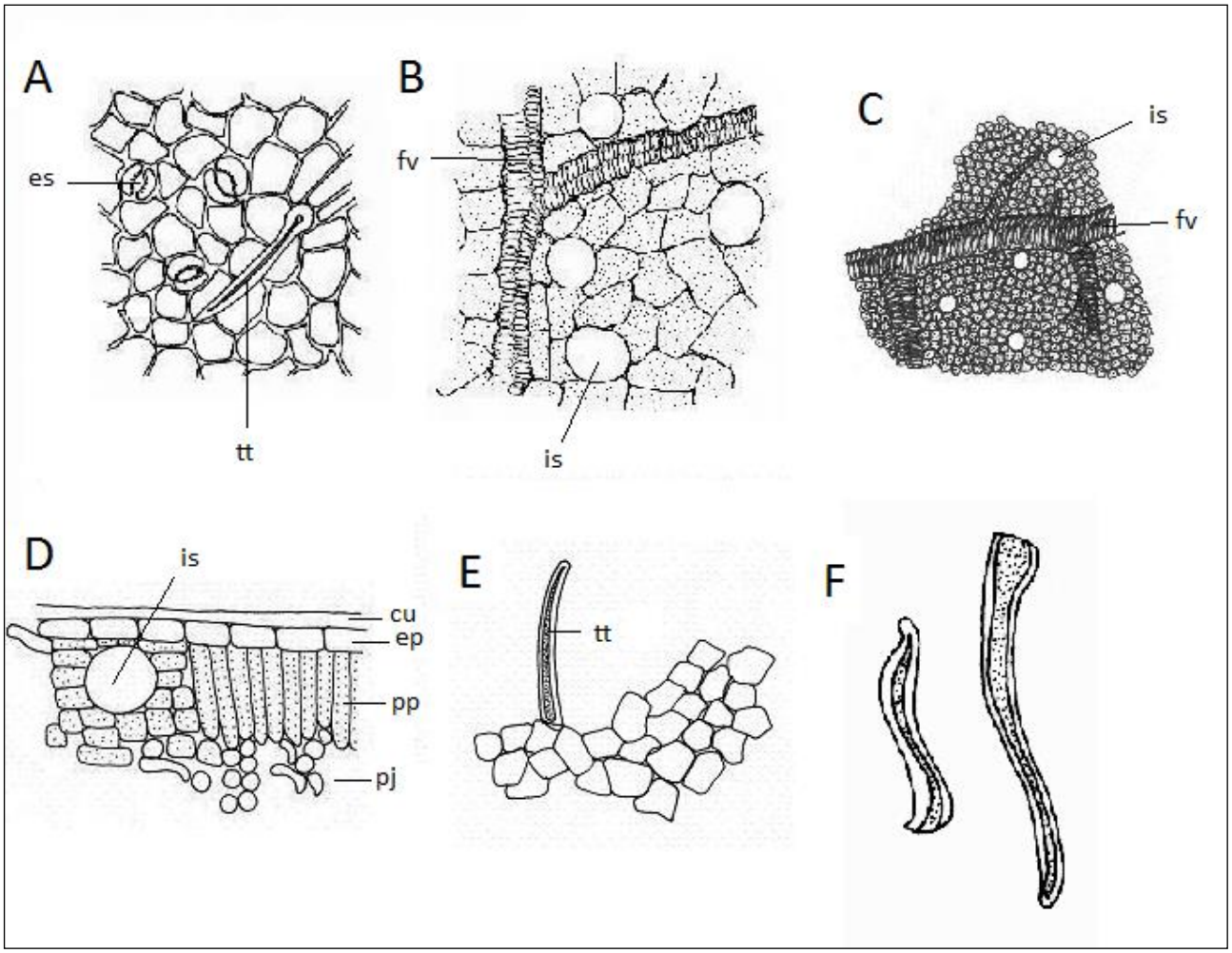



**Figura 2 – Aspectos microscópicos do pó em *Persea americana* Mill.**

As escalas correspondem em A, D, E e F a 20 µm; B a 30 µm; e em C a 100 µm.

**A –** da epiderme voltada para a face abaxial: estômato (es); tricoma tector (tt). **B** e **C –** fragmentos da lâmina foliar, em vista frontal, com destaque para feixe vascular e idioblastos secretores: feixe vascular (fv); idioblasto secretor (is). **D –** fragmento da lâmina foliar em secção transversal, mostrando idioblasto secretor acompanhado de células com conformação diferenciada: idioblasto secretor (is); cutícula (cu); epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); parênquima esponjoso (pj). **E –** fragmento da epiderme: tricoma tector (tt). **F –** fragmentos de tricomas tectores.

# ACÔNITO, raiz
## *Aconiti radix*

A droga vegetal consiste de raízes tuberosas de *Aconitum napellus* L., contendo, no mínimo, 0,5% de alcaloides totais expressos em aconitina ($C_{34}H_{47}NO_{11}$, 645,74), calculados em relação ao material dessecado.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Raiz tuberosa, cônica, de coloração cinza-escura ou amarronzada na superfície, com 3 a 12 cm de comprimento e 1 a 3 cm de largura na porção superior, onde se observam restos da base do caule; podem ocorrer raízes laterais tuberosas, também cônicas, ou suas cicatrizes junto à porção superior da raiz principal, ligadas entre si por um pedículo delgado, e numerosas raízes laterais não tuberosas, ou suas cicatrizes, distribuídas ao longo das raízes tuberosas. Internamente, as raízes tuberosas são de coloração parda ou castanho-clara.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal, a raiz apresenta quatro ou mais camadas de células alongadas transversalmente, de paredes suberificadas, relativamente espessas e de coloração alaranjada, correspondentes à periderme, seguidas de células corticais parenquimáticas com alguns grãos de amido; segue endoderme constituída por células alongadas no sentido transversal, de paredes suberizadas que mostram coloração vermelho-alaranjada quando coradas com Sudan III; o periciclo é formado por mais de 20 camadas de células parenquimáticas preenchidas com grãos de amido. O câmbio vascular tem formato de estrela e o floema secundário não é facilmente distinguível entre as células parenquimáticas do periciclo. O xilema secundário forma feixes intercalados por parênquima amilífero. Os elementos de vaso do xilema secundário são relativamente estreitos e apresentam placas de perfuração simples e paredes reticuladas ou pontoadas.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanho-clara; abundância de grãos de amido arredondados com a região central menos densa e, portanto, com coloração mais clara, isolados ou agrupados; fragmentos de súber em vista frontal com células de paredes poligonais e coloração amarronzada; fragmentos de células parenquimáticas com grãos de amido; fragmentos de elementos de vaso com placas de perfuração simples e parede reticulada ou pontoada.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$, com espessura de 250 µm.

*Fase móvel*: tolueno, acetato de etila e dietilamina (35:10:5).

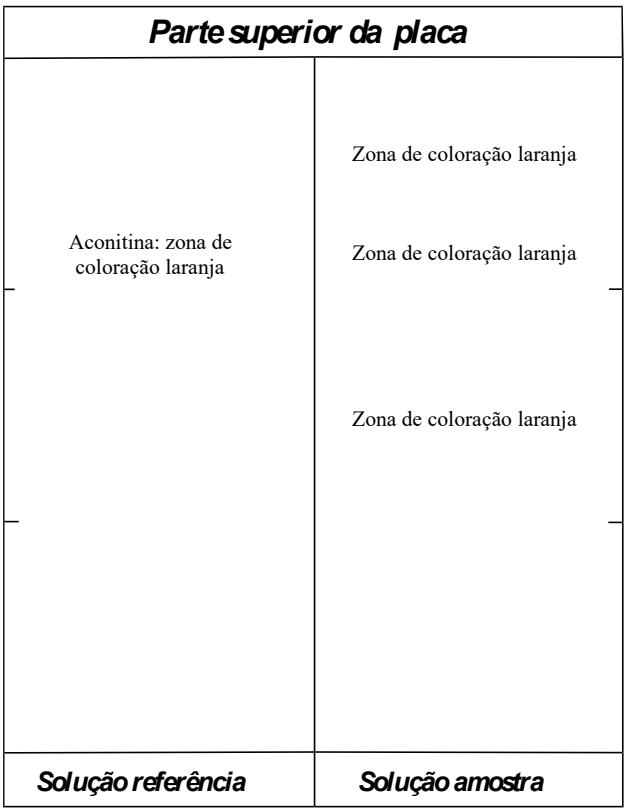
*Solução amostra*: pesar 3 g da droga pulverizada e transferir para balão de fundo redondo, adicionar uma mistura de 2 mL de ácido clorídrico 2 *M* e 40 mL de água. Aquecer a mistura em banho-maria, sob refluxo, durante 10 minutos. Filtrar e adicionar a solução de hidróxido de amônio 6 *M* até obtenção de pH 9,0. Transferir o filtrado para um funil de separação e extrair duas vezes com 20 mL de éter etílico. Combinar os extratos etéreos e secar em cápsula de porcelana, em banho-maria a 50

ºC. Suspender o resíduo em 1 mL de álcool metílico e filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de aconitina em álcool metílico, para obter a concentração de 200 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de iodeto de potássio e subnitrato de bismuto SR e após secagem da placa nebulizar com nitrito de sódio SR. Deixar a placa secar ao ar por 30 minutos e examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 11,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 0,7%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Alcaloides totais expressos em aconitina**

*Solução amostra*: pesar 2 g da droga vegetal, transferir para um erlenmeyer e adicionar 1,6 mL de hidróxido de amônio 40% (v/v) e 20 mL de éter etílico. Deixar em agitador magnético por 30 minutos. Tampar o frasco com papel alumínio. Após o processo de extração, separar a fase etérea, e adicionar ao resíduo, 0,8 mL de hidróxido de amônio 40% (v/v) e 20 mL de éter etílico. Separar a fase etérea. Repetir o mesmo procedimento por mais três vezes. Combinar os extratos etéreos e secar em cápsula de porcelana, em banho-maria a 50 ºC. Retomar o resíduo em 5 mL de álcool etílico absoluto e adicionar 30 mL de água recém-fervida, utilizar em temperatura ambiente.

*Solução indicadora*: pesar, separadamente, 0,1 g de vermelho de metila e 0,1 g de cloreto de metiltionínio, juntar em um recipiente e adicionar 50 mL de álcool etílico absoluto. Transferir para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com álcool etílico absoluto.

*Procedimento*: titular com ácido clorídrico 0,01 *M* até a cor da solução mudar de verde-claro para cinza-azul. Utilizar três gotas da *Solução indicadora*.

Cada mL de ácido clorídrico 0,01 *M* equivale a 6,037 mg de alcaloides totais expressos em aconitina. Calcular o teor de alcaloides totais, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{\mathrm{V} \times 6{,}037 \times 0{,}1}{m}$$

em que,

TA = teor de alcaloides totais expressos em aconitina % (p/p);
V= volume de ácido clorídrico 0,01 *M*, em mililitros, consumido na titulação; e
*m* = massa em gramas da droga utilizada, considerando a perda por dessecação.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

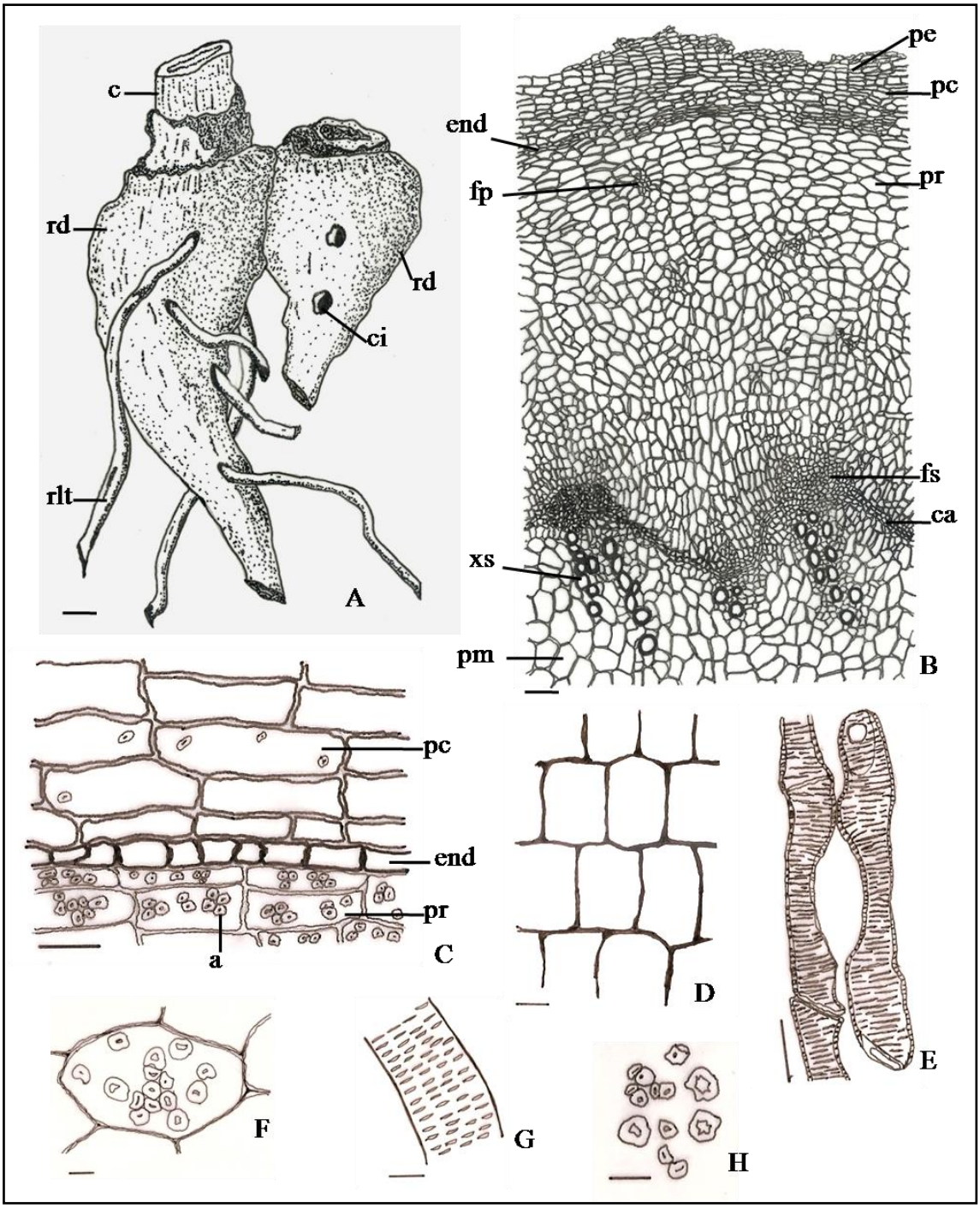



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Aconitum napellus* L.**

As escalas correspondem em **A** a 1 cm; em **B** a 100 µm; em **C**-**E** a 50 µm; em **F**-**H** a 20 µm.

**A** – raízes adventícias tuberosas (rd) oriundas da base do caule (c) mostrando raízes laterais (rlt) e cicatrizes (ci). **B** - representação da raiz tuberosa em secção transversal: periderme (pe); parênquima cortical (pc); endoderme (end); parênquima do periciclo (pr); floema primário (fp) e secundário (fs); câmbio vascular (ca); xilema secundário (xs) e parênquima amilífero (pm). **C** - detalhe da endoderme com paredes espessadas (end) e das células de parênquima com amido (a) no córtex (pc) e no periciclo (pr). **D** - fragmento da periderme (súber) com células de formato poligonal em vista frontal. **E** - elementos de vaso com placa de perfuração simples e paredes reticuladas. **F** - célula parenquimática com grãos de amido. **G** - elemento de vaso pontoado. **H** - grãos de amido agrupados e isolados.

# ALCACHOFRA, folha
## *Cynarae folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas, inteiras ou fragmentadas de *Cynara scolymus* L., contendo, no mínimo, 0,7% de ácido clorogênico ($C_{16}H_{18}O_9$, 354,31).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas simples, as jovens sésseis e as adultas com pecíolo curto. Folhas totalmente desenvolvidas com 70 a 120 cm de comprimento e 30 a 55 cm de largura. A lâmina é pinatissecta (ou partida), com margem dentada. A folha é pilosa, sendo o indumento adpresso e pubescente na face adaxial e adpresso e velutino na face abaxial. A face adaxial é verde e a face abaxial é acinzentada ou esbranquiçada. As nervuras, de maneira geral, são proeminentes e sinuosas na face abaxial, em secção transversal, em função do desenvolvimento dos feixes vasculares.

**B.** Descrição microscópica

A folha é anfiestomática e de simetria dorsiventral. Em secção transversal, a epiderme apresenta uma única camada de células, sendo as células da face adaxial maiores do que as da face abaxial. Em ambas as faces, as células epidérmicas apresentam cutícula e paredes delgadas. As células-guarda apresentam cristas estomatíferas, e estão localizadas, geralmente, acima do nível das demais células epidérmicas, em especial na região da nervura principal e na face abaxial das alas. Os tricomas tectores unisseriados e pluricelulares são abundantes, principalmente na face abaxial. Podem apresentar uma das células colapsadas e geralmente aparecem dobrados ou enrolados. Os tricomas glandulares ocorrem em ambas as faces da epiderme, porém são menos abundantes que os tricomas tectores. O mesofilo apresenta duas a três camadas de parênquima paliçádico e cinco a oito camadas de parênquima esponjoso, com espaços intercelulares evidentes. Os feixes vasculares são colaterais e envoltos por endoderme. O tecido vascular forma feixes colaterais circundados por tecido esclerenquimático. A nervura principal apresenta formato lobado na face abaxial. Na região dos lóbulos, logo abaixo da epiderme, há duas ou mais camadas de células parenquimáticas seguidas de colênquima angular. Estes feixes se distribuem ao redor do parênquima medular que, frequentemente se apresenta fistuloso. Em vista frontal, os estômatos são anomocíticos e as paredes das células epidérmicas comuns são retas; os tricomas glandulares são do tipo capitado e apresentam cabeça secretora unicelular com pedicelo unicelular ou bicelular.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração cinza-esverdeada; fragmentos da face adaxial e abaxial da epiderme em vista frontal com células poligonais de paredes retas e presença de estômatos. Fragmentos de elementos de vaso com paredes anelares e reticuladas. Fragmentos de tricomas tectores dobrados e enrolados. Tricomas glandulares. Fragmentos grandes de coloração esverdeada e fragmentos de elementos de vaso e de parênquima clorofiliano.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$.

*Fase móvel*: acetato de etila, água, ácido acético e ácido fórmico (100:26:11:11).

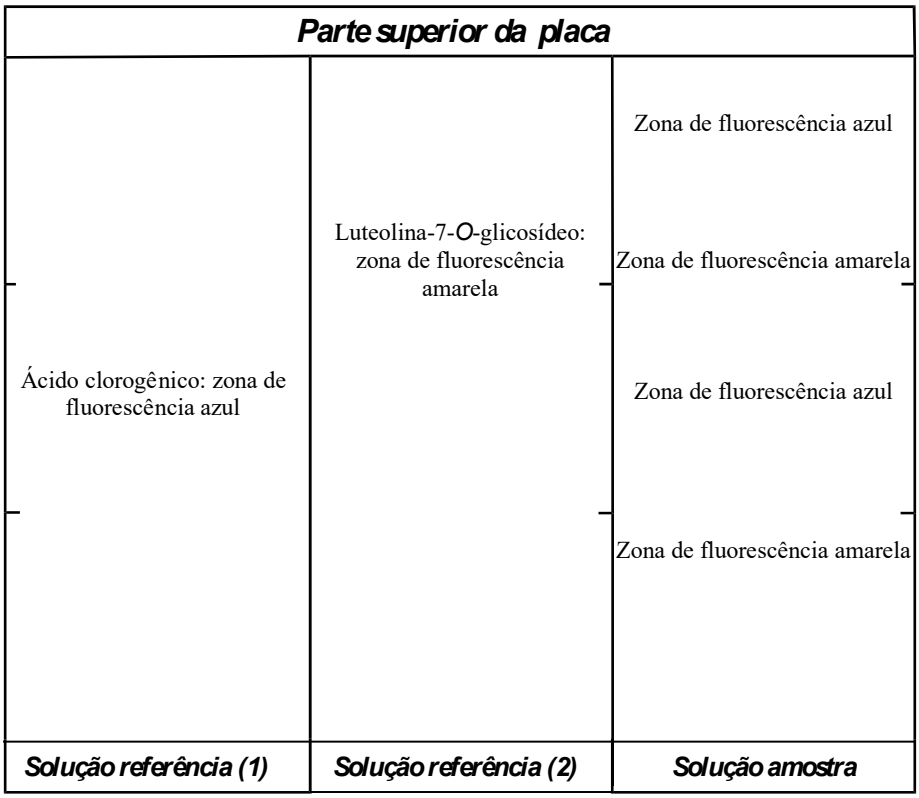
*Solução amostra*: pesar 1,0 g da droga vegetal, adicionar 20 mL de álcool etílico a 70% (v/v) e aquecer, sob refluxo, durante 30 minutos. Filtrar, secar o extrato sob pressão reduzida, até resíduo, em temperatura inferior a 60 °C. Suspender o resíduo em 5 mL de álcool etílico a 70% (v/v).

*Solução referência (1)*: dissolver o ácido clorogênico em álcool metílico, para obter a concentração de 500 µg/mL.

*Solução referência (2)*: dissolver a luteolina-7-*O*-glicosídeo em álcool metílico, para obter a concentração de 500 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra*, 20 µL da *Solução referência (1)* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR, e, em seguida, com solução de macrogol 400 (PEG) a 5% (p/v) em álcool etílico. Aquecer a placa entre 100 ºC e 105 °C durante cinco minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, a *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 12,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 20,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 4,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Derivados de ácido clorogênico**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 330 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura de 40 °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,5 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água, acetonitrila e ácido fosfórico (92,6:7:0,4).

*Eluente (B)*: acetonitrila e ácido fosfórico (99,6:0,4).

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) %*** | ***Eluente (B) %*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 – 17 | 100 | 0 | isocrática |
| 17 – 50 | 100 → 80 | 0 → 20 | gradiente linear |
| 50 – 51 | 80 → 0 | 20 → 100 | gradiente linear |
| 51 – 61 | 0 | 100 | isocrática |
| 61 – 62 | 0 → 100 | 100 → 0 | gradiente linear |
| 62 – 72 | 100 | 0 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,50 g da droga vegetal pulverizada e transferir para um balão de fundo redondo de 100 mL. Adicionar 50 mL de álcool metílico. Aquecer a solução, sob refluxo, a 70 ºC por 60 minutos. Deixar a amostra esfriar e filtrar a solução com algodão. Transferir o resíduo e o algodão para o balão de fundo redondo e adicionar 50 mL de álcool metílico. Aquecer novamente, sob refluxo, a 70 ºC por 60 minutos. Filtrar a solução, reunir os filtrados e transferir para um balão volumétrico de 200 mL. Completar o volume com água. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 5,0 mg de ácido clorogênico, transferir para balão volumétrico de 50 mL e completar o volume com álcool metílico.

*Solução referência*: transferir 5,0 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 20 mL, adicionar 5 mL de álcool metílico e completar o volume com água. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob o pico do ácido clorogênico. Calcular o teor de ácido clorogênico, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{\mathrm{A}_a \times m_r \times FD_a \times 100}{\mathrm{A}_r \times m_a \times FD_r}$$

em que:

TA = teor de ácido clorogênico % (p/p);
$A_a$ = área sob o pico correspondente ao ácido clorogênico na *Solução amostra*;
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao ácido clorogênico na *Solução referência*;
$m_r$ = massa em gramas do ácido clorogênico, considerando a pureza da substância de referência;
$m_a$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.
100 = fator de conversão para teor em % (g/100 g);
$FD_a$ = fator de diluição da *Solução amostra* (200); e
$FD_r$ = fator de diluição da *Solução referência* (200).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

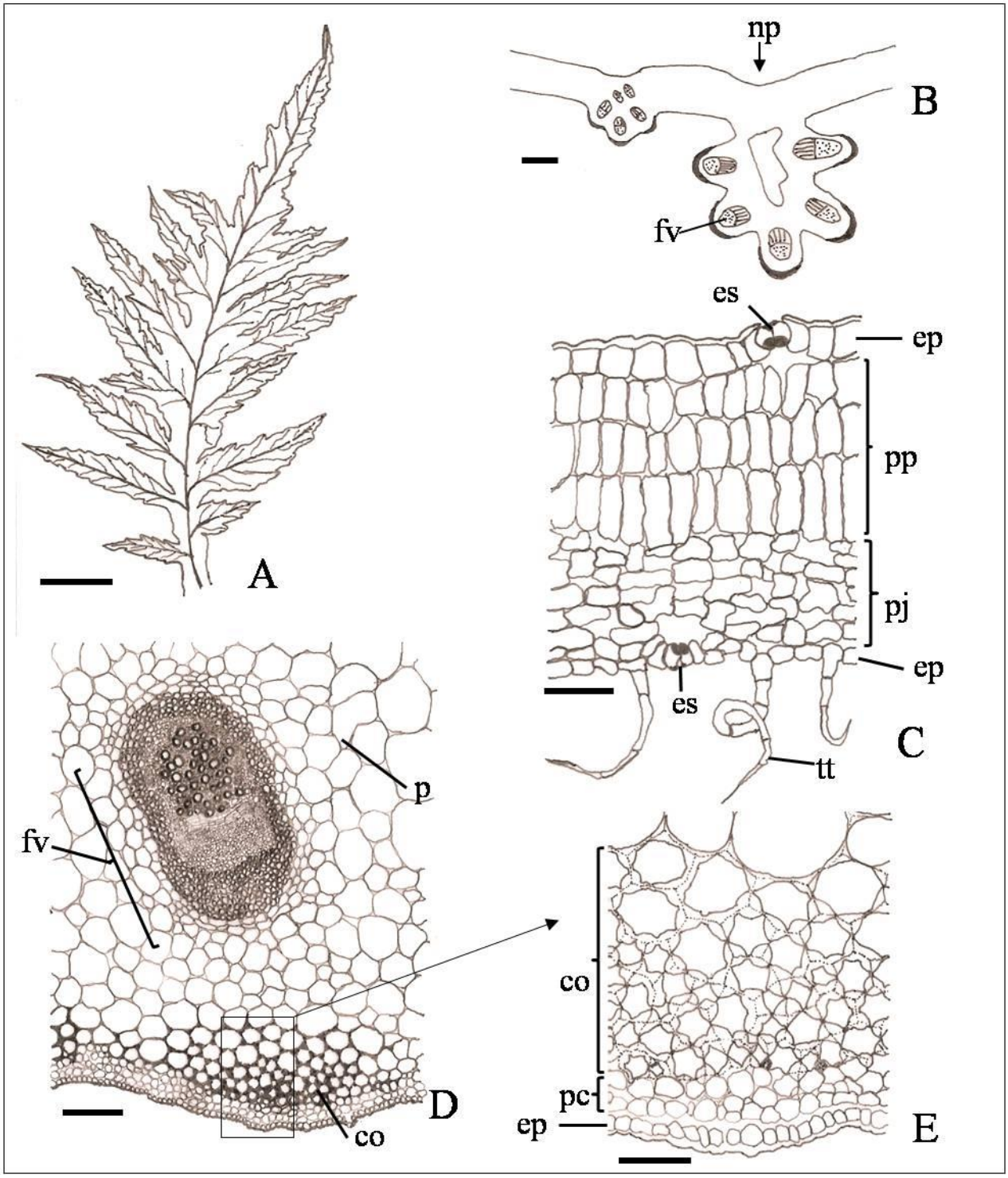



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Cynara scolymus* L.**

As escalas correspondem em A a 10 cm; B a 200 µm; C-D a 100 µm; E a 50µm.

**A** - aspecto geral da folha em vista frontal. **B** - representação esquemática da lâmina foliar em secção transversal: feixe vascular (fv); nervura principal (np). **C** - detalhe do mesofilo em secção transversal: epiderme (ep); estômato (es); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); tricoma tector (tt). **D** - detalhe da nervura secundária: colênquima angular (co); feixe vascular (fv); parênquima (p). **E** - detalhe do colênquima angular (co), parênquima cortical (pc) e epiderme (ep).

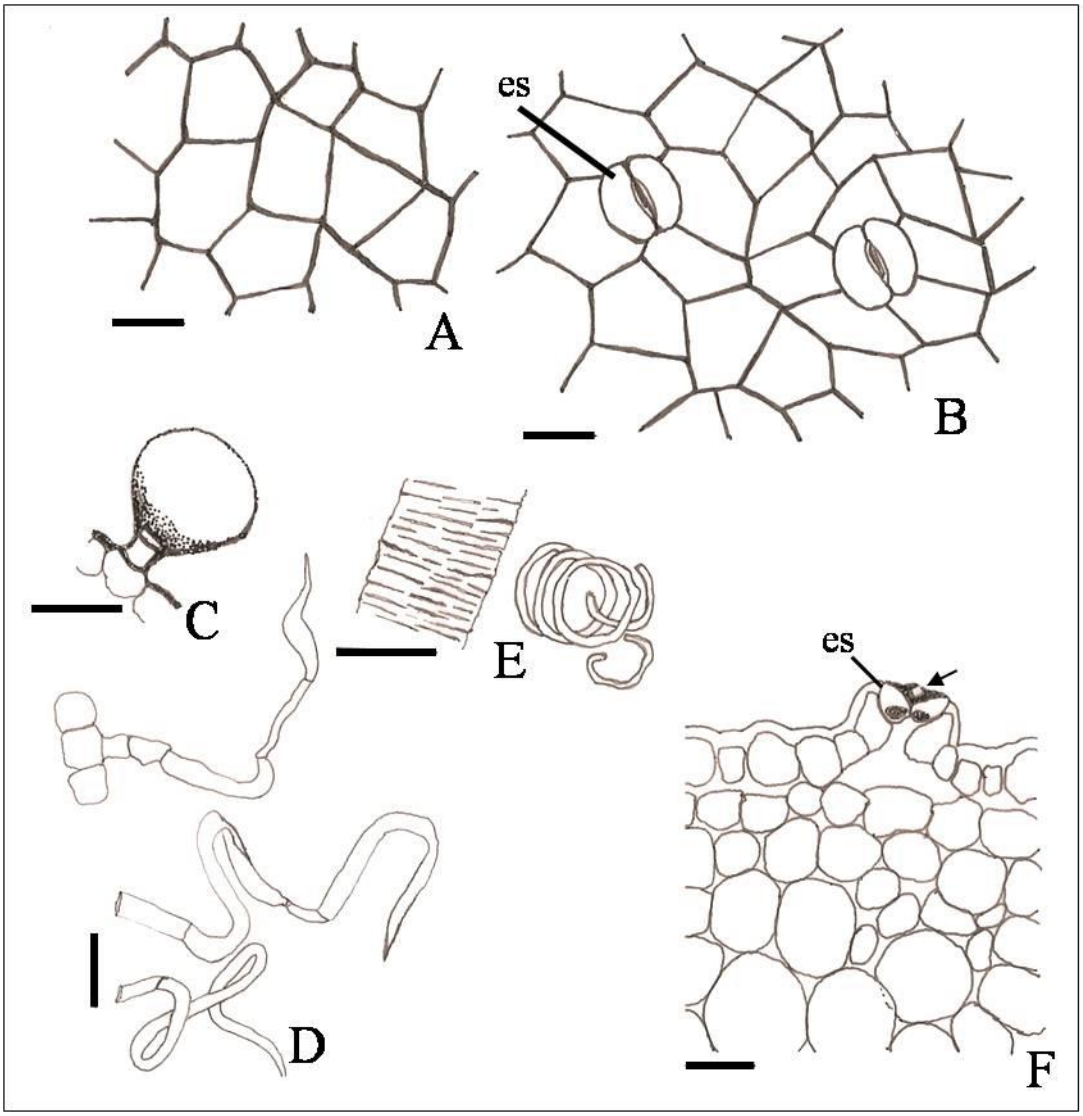



**Figura 2 – Aspectos microscópicos do pó em *Cynara scolymus* L.**

As escalas correspondem a 50 µm.

**A** - fragmento da face adaxial da epiderme, em vista frontal. **B** - fragmento da face abaxial da epiderme, em vista frontal; estômato anomocítico (es). **C** – tricoma glandular. **D** – tricoma tector e fragmentos de tricomas tectores. **E** – fragmentos de elementos de vaso, com espessamento reticulado e anelado, respectivamente. **F** – fragmento da região da nervura de maior calibre, com destaque para o estômato (es), com uma crista estomatífera (seta).

# ALCAÇUZ, raiz
## *Liquiritiae radix*

A droga vegetal consiste de raízes e estolões secos de *Glycyrrhiza glabra* L., inteiros ou fragmentados, contendo, no mínimo, 2,5% de ácido glicirrizínico ($C_{42}H_{62}O_{16}$, 822,94), calculado em relação ao material dessecado.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Fragmentos de raízes e estolões possuem de 5 a 25 mm de diâmetro e comprimentos variados, alcançando até 20 cm. A casca é de coloração castanho-escura, rugosa, marcada por estrias longitudinais e lenticelas transversais. A fratura da raiz e estolões é fibrosa.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal, a periderme das raízes e estolões apresenta várias camadas de súber, com células retangulares. As células da feloderme são maiores que as do súber e podem conter grãos de amido. Internamente à periderme, o córtex é formado por parênquima amilífero com feixes de fibras esclerenquimáticas remanescentes do floema primário e floema secundário inativo, cujas células foram obliteradas. O floema secundário apresenta-se em fileiras compostas por elementos de tubo crivado e células companheiras, parênquima do floema e feixes de fibras, intercaladas por parênquima radial amilífero em uma ou até cinco fileiras. Os grãos de amido são arredondados ou ovais. O câmbio vascular é bem visível e formado por células retangulares. O xilema secundário também se apresenta em fileiras compostas por células traqueais, parênquima não lignificado e feixes de fibras, intercaladas por parênquima radial contínuo com o do floema secundário, porém, com número menor de fileiras. Uma pequena região medular parenquimática é encontrada nos estolões, mas está ausente nas raízes. Em secção longitudinal, os feixes de fibras do floema e do xilema estão envolvidos por uma camada de idioblastos contendo cristais prismáticos, a qual é circundada por uma bainha de células parenquimáticas sem grãos de amido.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração amarelo-acinzentada ou parda; abundância de grãos de amido de formato oval a arredondado, isolados ou agrupados e cristais prismáticos geralmente trapezoidais; fragmentos de células parenquimáticas ou células inteiras contendo grãos de amido; fragmentos de súber com células poligonais em vista frontal e de coloração castanho-alaranjada; fragmentos de fibras septadas de paredes levemente espessas, isoladas ou em feixes circundados por idioblastos contendo cristais; fragmentos de elementos de vaso com paredes areoladas.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$

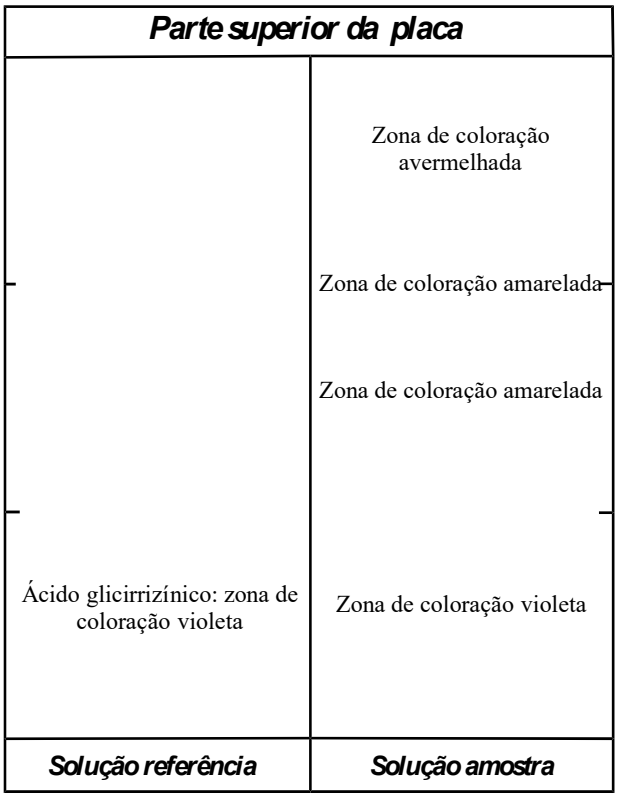
*Fase móvel*: álcool butílico, água e ácido acético glacial (7:2:1).

*Solução amostra*: pesar 1,0 g da droga vegetal, adicionar 20 mL de álcool metílico a 70% (v/v) e levar ao banho-maria durante 15 minutos. Filtrar, secar o extrato em banho-maria até resíduo, em temperatura máxima de 60 °C. Suspender o resíduo em 5 mL de álcool metílico e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência*: dissolver uma quantidade pesada, com exatidão, de ácido glicirrizínico em álcool metílico a 70% (v/v), para obter a concentração de 500 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com anisaldeído SR, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante cinco minutos. Examinar a placa sob a luz visível.

*Resultado*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Perda por dessecação (5.2.9.1)**. *Método gravimétrico*. No máximo 12,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 7,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 2,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Ácido glicirrizínico**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 254 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm), mantida à temperatura de 30 °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,5 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido acético (91,4:8,6).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

Adotar sistema de eluição isocrático com proporção constante de 70% do *Eluente (A)* e 30% do *Eluente (B)*.

*Diluente*: transferir 28,57 mL de hidróxido de amônio a 28% (v/v) para balão volumétrico de 1000 mL. Completar o volume com água destilada e homogeneizar.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,13 g de glicirrizato de amônio, transferir para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com o *Diluente*.

*Solução referência*: transferir 7 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 10 mL e completar o volume com o *Diluente*. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 1 g da droga vegetal pulverizada e transferir para um erlenmeyer de 150 mL. Adicionar 100 mL do *Diluente*. Levar a solução ao ultrassom por 30 minutos, agitando o erlenmeyer a cada 10 minutos. Retirar 10 mL da solução e centrifugar por 10 minutos. Em seguida pipetar 1 mL do sobrenadante, transferir para um balão volumétrico de 5 mL e completar o volume com o *Diluente* e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Calcular o teor de ácido glicirrizínico, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{\mathrm{A}_a \times \mathrm{C}_r \times FD_a \times 100 \times 822{,}94}{\mathrm{A}_r \times \mathrm{m}_a \times 839{,}97}$$

em que,

TA = teor de ácido glicirrizínico % (p/p);
$A_a$ = área sob o pico correspondente ao ácido glicirrizínico na *Solução amostra*;
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao ácido glicirrizínico na *Solução referência*;
$C_r$ = concentração da *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$m_a$ = massa, em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
822,94 = massa molecular do ácido glicirrizínico;
839,97 = massa molecular do glicirrizinato de amônio.
$FD_a$ = fator de diluição da Solução amostra (500);

100 = fator de conversão para teor em % (g/ 100 g).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

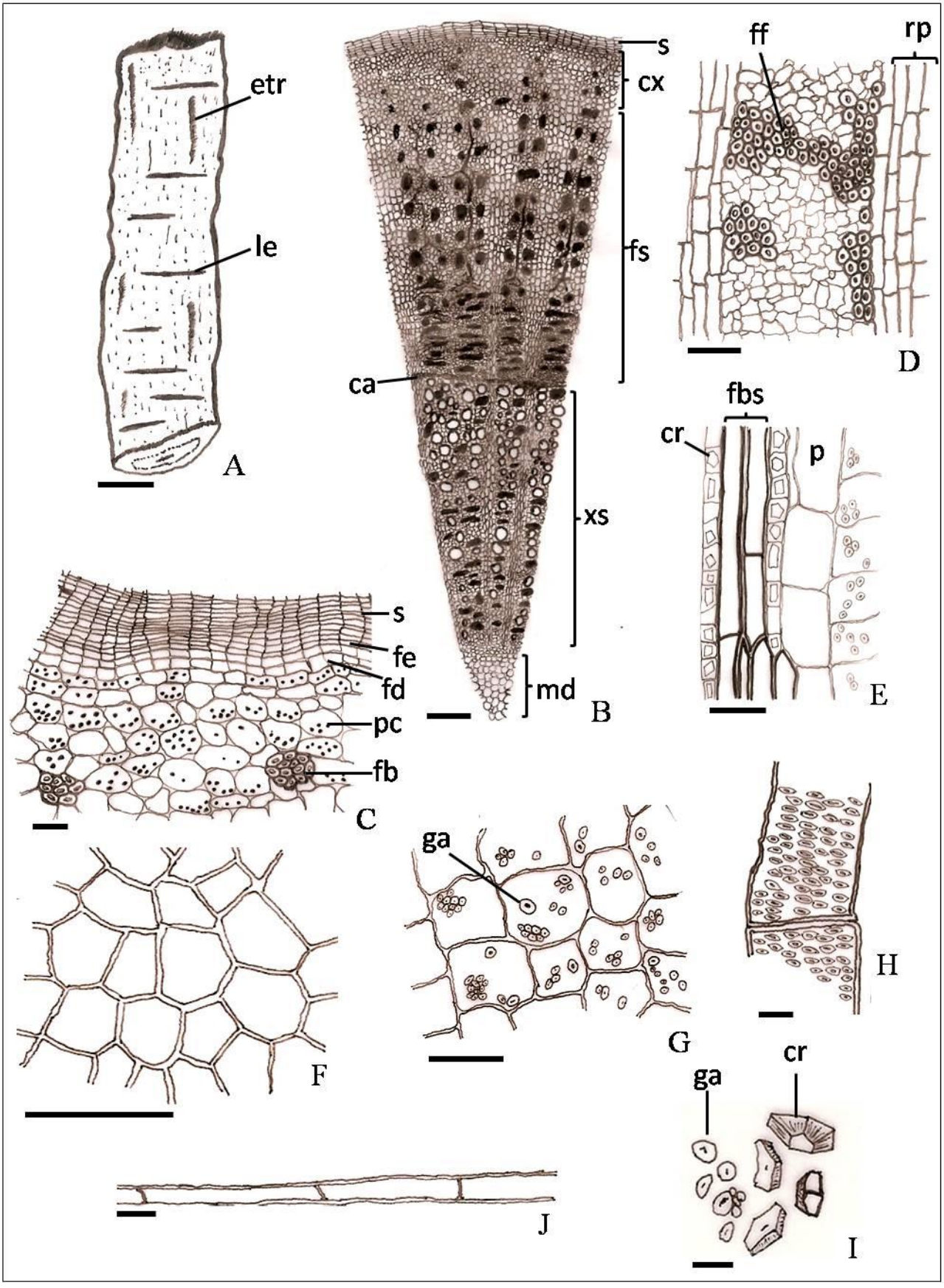


**Figura 1–Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Glycyrrhiza glabra* L.**

As barras correspondem em **A** a 1 cm; **B** a 250 µm; **F** a 100 µm; **C-E, G** a 50 µm; **H-J** a 20 µm.
**A-** parte da raiz com detalhe para as estrias longitudinais (etr) e lenticelas (le). **B**- secção transversal do estolão: córtex (cx); câmbio vascular (ca); floema secundário (fs); medula (md); súber (s) e xilema secundário (xs). **C-** detalhe da periderme e córtex: feloderme (fd); felogênio (fe); feixe de fibras esclerenquimáticas (fb); parênquima cortical com grãos de amido (pc) e súber (s). **D-** detalhe do floema secundário: feixe de fibras do floema (ff) e raio parenquimático (rp). **E-** secção longitudinal mostrando feixe de fibras septadas (fbs), idioblastos com cristais prismáticos (cr) e bainha parenquimática (p). **F-** fragmento da periderme com células de paredes retas e levemente espessadas. **G-** fragmento do parênquima cortical com grãos de amido (ga). **H-** fragmento de elemento de vaso com pontoações areoladas. **I-** grãos de amido (ga) agrupados e isolados e cristais prismáticos (cr). **J**- fragmento de fibra septada.

# ALHO, bulbo
## *Allii sativi bulbus*

A droga vegetal consiste de bulbo ou bulbilhos de *Allium sativum* L., maduros liofilizados ou secos à temperatura inferior a 65 °C, desprovidos de raízes, caule, folhas normais, folhas protetoras escamosas e prófilos escariosos, contendo, no mínimo, 0,45% de alicina ($C_6H_{10}OS_2$, 162,26).

CARACTERÍSTICAS

Os bulbos ou bulbilhos têm odor aliáceo forte.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

O bulbo subgloboso é composto de seis a 20 bulbilhos (dentes-de-alho), de diferentes tamanhos, envoltos por várias folhas protetoras escamosas, esbranquiçadas ou rosadas, inteiras e membranáceas, que se destacam facilmente. Os bulbilhos estão inseridos em um caule discoide e achatado, prolongado por um escapo, com numerosas raízes adventícias fibrosas, amarelo-esbranquiçadas na face inferior. O bulbilho tem coloração esbranquiçada, rósea ou violácea, é ovoide, comprimido lateralmente, ligeiramente arqueado, assimétrico, com três a quatro lados, com a face externa convexa, as faces laterais planas e a face interna plano-côncava; a porção inferior mostra a cicatriz de sua inserção no caule. Cada bulbilho é envolvido por um prófilo escarioso, que circunda um catáfilo de reserva (raro dois), carnoso e suculento. O prófilo escarioso é liso, cartilaginoso, brilhante, e mais ou menos resistente. O catáfilo carnoso corresponde à droga; quando seccionado transversalmente apresenta uma região externa esbranquiçada mais ampla e uma região mais interna, estreita, amarelada a amarelo-esverdeada, correspondente aos primórdios foliares.

**B.** Descrição microscópica

O catáfilo de reserva, em vista frontal, mostra células retangulares ou quadrangulares, de paredes levemente ondeadas. Em secção transversal, exibe uma cutícula fina e lisa e epiderme externa uniestratificada, formada por células retangulares a quadrangulares de paredes finas, exceto a periclinal externa que é mais espessa. O parênquima fundamental é mucilaginoso e constituído por grandes células incolores, arredondadas, de paredes finas, com núcleos visíveis, muitas delas com conteúdo granuloso. Nesse tecido ocorrem numerosos feixes vasculares colaterais, dispostos irregularmente, frequentemente anastomosados e apresentando uma ou duas bainhas parenquimáticas de células com conteúdo amarelo-claro, quando observadas sem a utilização de corante. Laticíferos não facilmente identificáveis acompanham os feixes vasculares ou ocorrem isoladamente. A epiderme interna do catáfilo também é uniestratificada e consiste de células quadrangulares muito menores do que as da epiderme externa, com cutícula fina, delimitando a região dos primórdios foliares. Em vista longitudinal, os elementos de vaso têm espessamento de parede helicoidal ou anelado. Os laticíferos são formados por células elípticas curtas, dispostas em série, com conteúdo granuloso pardo a castanho-escuro, quando submetidos a corante. Não ocorrem grãos de amido.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração esbranquiçada, amarelo-esbranquiçada a rosado-esbranquiçada; porções da epiderme do catáfilo de reserva; numerosos fragmentos com grandes células de parênquima de paredes finas e conteúdo granuloso; laticíferos; elementos de vaso lignificados, com espessamento de parede helicoidal ou anelado; elementos de vaso acompanhados

de células de paredes finas; como impurezas, porções da epiderme dos prófilos escariosos em vista frontal, porções da epiderme dos prófilos em secção transversal e cristais prismáticos de diferentes formas.

**D.** Descrição microscópica das impurezas

O prófilo escarioso, se presente como impureza, em vista frontal, apresenta células alongadas e de paredes retas. Em secção transversal, na face externa ou abaxial, ocorre uma cutícula fina e lisa, seguida de epiderme uniestratificada, formada por células esclerificadas, retangulares a quadrangulares, de paredes muito espessas, com pontoações conspícuas e comumente com cristais prismáticos de oxalato de cálcio de diferentes formas. Abaixo dessa ocorre uma ou duas camadas de células hialinas, achatadas tangencialmente, de paredes espessas e não esclerificadas, com grande quantidade de cristais e um parênquima desprovido de cloroplastídios, formado por células elípticas no sentido tangencial, intercalado por feixes vasculares pequenos, do tipo colateral. A epiderme voltada para a face interna ou adaxial tem as mesmas características que a da face abaxial.

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

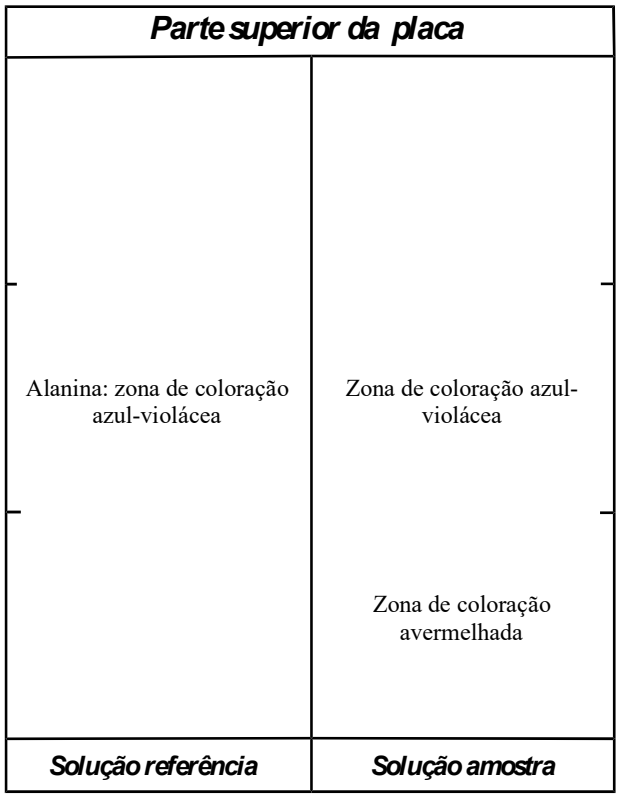
*Fase móvel*: álcool etílico anidro, ácido acético glacial, propanol e água (4:2:2:2:).

*Solução amostra*: adicionar 5 mL de álcool metílico a 1 g da droga pulverizada (355 μm) **(5.2.11)** e agitar durante um minuto. Filtrar, recolher 1 mL e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência*: diluir 2,5 mg de alanina em 5 mL de água e completar o volume com álcool metílico para 10 mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 μL da *Solução amostra* e 10 μL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com ninidrina SR, aquecer entre 100 ºC e 105 °C durante 10 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Amido (5.4.1.2).** Reações histoquímicas. Não deve haver desenvolvimento de coloração azul.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 7,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 5,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Alicina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 254 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm), mantida à temperatura de (22 ± 2) °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto. Sistema isocrático, o tempo de análise deve ser de 20 minutos.

*Fase móvel*: álcool metílico e ácido fórmico anidro a 1% (v/v) (75:25).

*Solução de padrão interno*: transferir, quantitativamente, cerca de 20 mg, pesados com exatidão, de *p*-hidroxibenzoato de butila, para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com mistura de álcool metílico e água (50:50) e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,8 g do bulbo do alho liofilizado ou seco em pó (355 µm) **(5.2.11)** a temperatura inferior a 65 °C, e adicionar 20,0 mL de água. Deixar em banho de ultrassom a 4 °C mantidos por gelo, por cinco minutos. Deixar a solução em temperatura ambiente por 30 minutos. Centrifugar por 30 minutos. Transferir 10 mL do sobrenadante para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com mistura de álcool metílico e ácido fórmico anidro a 1% (60:40) e homogeneizar, obtendo a *Solução estoque*. Agitar e centrifugar durante cinco minutos.

*Solução amostra*: Transferir 0,5 mL da *Solução de padrão interno* para balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com a *Solução estoque* e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 1 µL da *Solução de padrão interno* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Calcular o teor de *p*-hidroxibenzoato de butila na amostra a partir das respostas obtidas para a *Solução amostra* em relação à *Solução de padrão interno*. Calcular o teor de alicina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{A_a \times m_r \times\ 22{,}75}{A_r \times m_a}$$

em que,

TA = teor de alicina % (p/p);
$A_a$ = área sob o pico correspondente à alicina na *Solução amostra*;
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao *p*-hidroxibenzoato de butila na *Solução amostra*;
$m_a$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
$m_r$ = massa em gramas de *p*-hidroxibenzoato de butila em 100 mL de *Solução de padrão interno*.

1 mg de *p*-hidroxibenzoato de butila corresponde a 8,65 mg de alicina.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

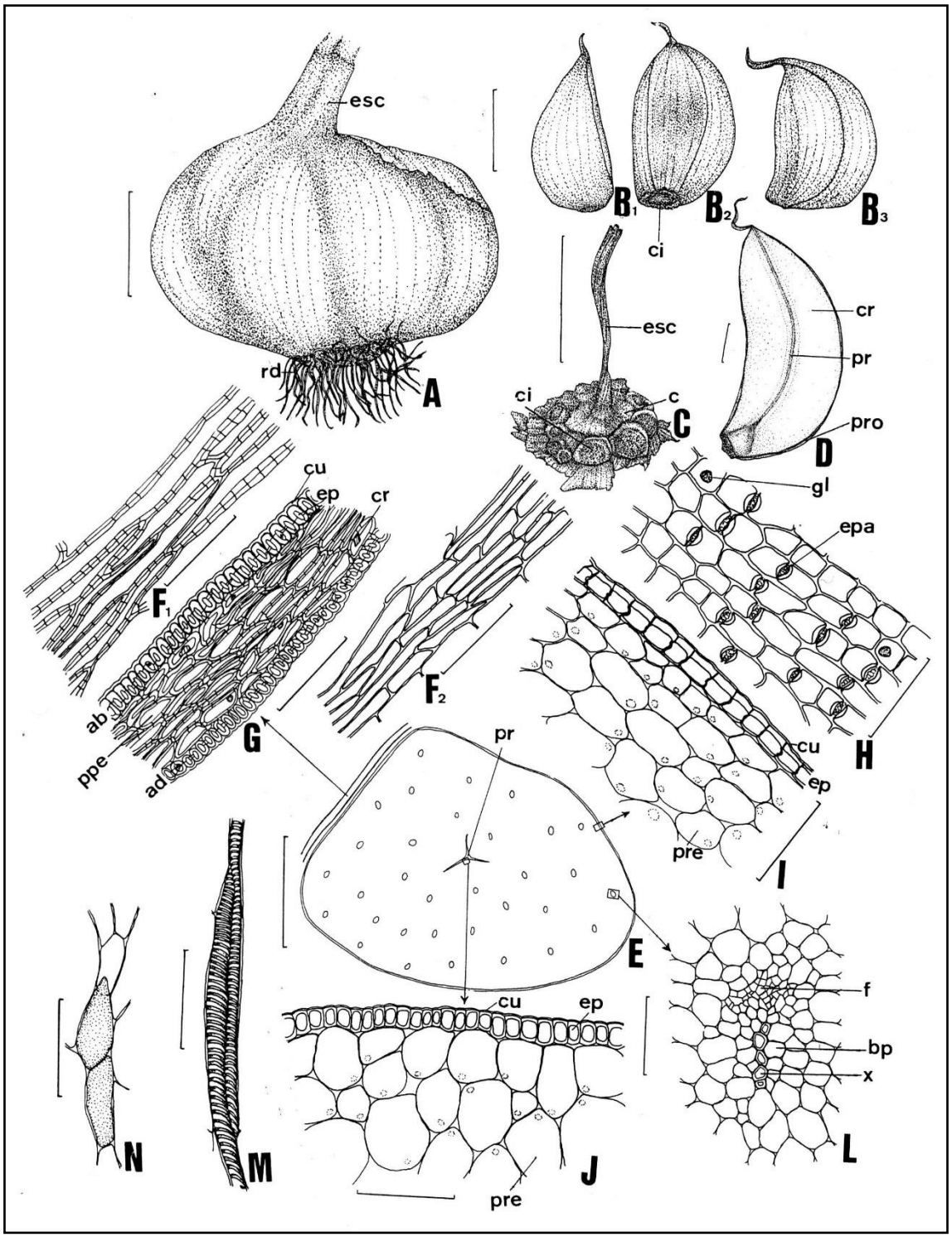



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Allium sativum* L.**

As escalas correspondem: em A e C (2 cm), em B (1,5 cm), em D e E (0,5 cm), em F até N (100 µm).

**A** - aspecto geral do bulbo composto; raízes adventícias (rd); escapo (esc). **$B_1$, $B_2$ e $B_3$** – aspecto dos bulbilhos em vista dorsal, ventral e lateral, respectivamente; cicatriz da inserção do bulbilho (ci). **C** - aspecto da porção caulinar do bulbo, após a retirada dos bulbilhos; caule discoide (c); escapo (esc). **D** - secção longitudinal de um bulbilho; catáfilo de reserva (cr); primórdio foliar (pr); prófilo escamoso (pro). **E** - secção transversal de um bulbilho; primórdio foliar (pr). **$F_1$ e $F_2$ -** detalhes de porção da epiderme do prófilo escarioso em vista frontal abaxial e adaxial, respectivamente. **G** - detalhe da secção transversal do prófilo escarioso; face abaxial (ab); face adaxial (ad); cristais (cr); cutícula (cu); epiderme esclerificada (ep); parênquima com células de paredes espessadas (ppe). **H** - detalhe da porção externa do catáfilo de reserva em vista frontal; gota lipídica (gl); espessamento de parede (epa). **I** - detalhe da porção externa do catáfilo de reserva em secção transversal; cutícula (cu); epiderme (ep); parênquima de reserva (pre). **J.** detalhe da porção interna do catáfilo em secção transversal, como assinalado em E; cutícula (cu); epiderme (ep); parênquima de reserva (pre). **L** - feixe

vascular em secção transversal; bainha parenquimática (bp); floema (f); xilema (x). **M** - elementos de vaso com espessamento de parede helicoidal e anelado em vista longitudinal. **N** - detalhe de células do parênquima de reserva.

# ALOE, exsudato seco
## Aloe exudatum siccum

A droga vegetal consiste do suco espesso obtido das folhas de *Aloe vera* (L.) Burm. f., *Aloe ferox* Mill., *Aloe africana* Mill. e *Aloe spicata* L. f. ou de seus híbridos interespecíficos, ou ainda, da mistura delas, dessecado por meio de calor, contendo, no mínimo, 18% de derivados hidroxiantracênicos, expressos em barbaloína ($C_{21}H_{22}O_9$, 418,39).

CARACTERÍSTICAS

A droga apresenta odor acre, desagradável e característico.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Massas irregulares, de coloração castanho-escura, com reflexos esverdeados, de fratura lisa e vítrea. Seus fragmentos são translúcidos nos bordos, muito friáveis, originando um pó marrom-amarelado.

**B.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

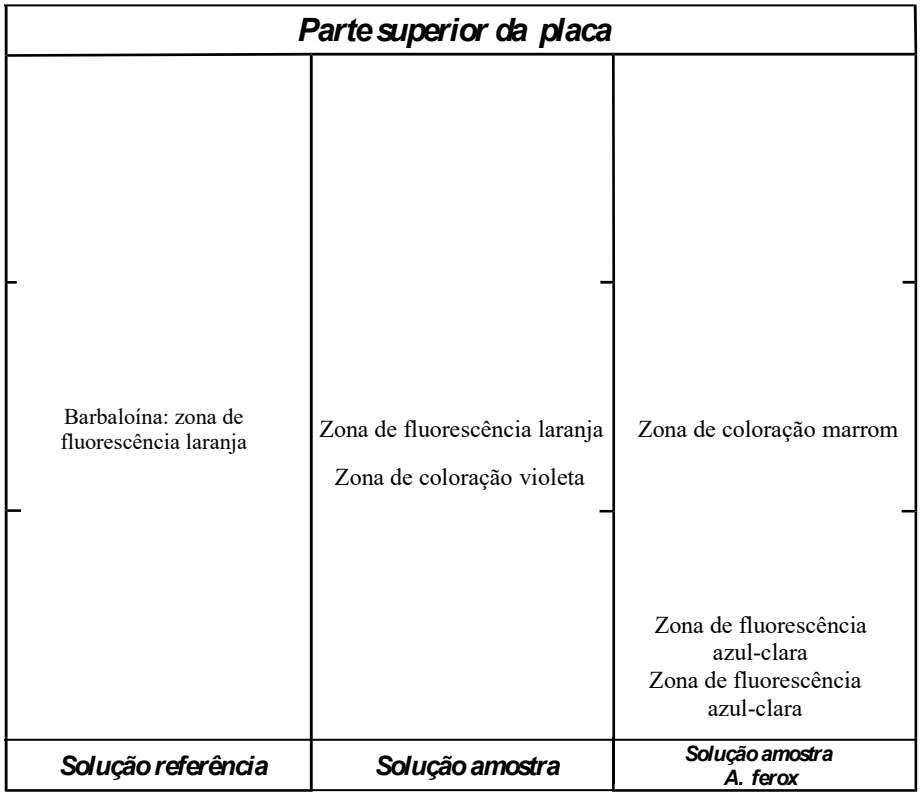
*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico e água (100:17:13).

*Solução amostra*: a 0,25 g do pulverizado, adicionar 20 mL de álcool metílico e aquecer até ebulição. Agitar por alguns minutos, decantar a solução e manter a cerca de 4 °C. Essa solução pode ser utilizada até 24 horas depois.

*Solução referência*: dissolver 2,5 mg de barbaloína em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar, separadamente, à placa, em forma de banda, 10 µL de cada uma das soluções, recentemente preparadas, descritas a seguir. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de hidróxido de potássio a 10% (p/v) em álcool metílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. A seguir, aquecer a placa em estufa a 110 ºC durante cinco minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Solubilidade.** Parcialmente solúvel em água fervente, solúvel em álcool etílico quente e praticamente insolúvel em éter etílico.

**Substâncias insolúveis em álcool.** Pesar, com exatidão, cerca de 1 g da droga vegetal e transferir para um balão contendo 50 mL de álcool etílico. Aquecer a mistura e mantê-la, moderadamente, em ebulição durante 15 minutos, repondo o álcool etílico evaporado. Deixar esfriar e agitar a mistura, de vez em quando, durante uma hora. Filtrar em papel de filtro pequeno, dessecado e tarado, e lavar o resíduo com álcool etílico até que os líquidos de lavagem passem incolores. Dessecar esse resíduo a 105 °C, até peso constante. O peso encontrado deve ser inferior a 10,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 4,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 4,0%.

DOSEAMENTO

**Derivados hidroxiantracênicos**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: transferir 0,4 g da amostra pulverizada para um erlenmeyer de 250 mL. Umedecer com 2 mL de álcool metílico, adicionar 5 mL de água previamente aquecida a cerca de 60 °C e homogeneizar. Adicionar 75 mL de água aquecida à cerca de 60 °C e agitar durante 30 minutos. Esfriar e filtrar para balão volumétrico. Lavar o erlenmeyer e o filtro com 20 mL de água. Verter a água de lavagem para balão volumétrico, completar com água até 1000 mL e homogeneizar. Introduzir 10 mL dessa solução num balão de fundo redondo de 100 mL, contendo 1 mL de solução

de cloreto férrico a 60% (p/v) e 6 mL de ácido clorídrico. Aquecer em banho-maria sob refluxo durante quatro horas, mantendo o nível de água acima do líquido do balão e ao abrigo da luz intensa. Deixar esfriar e transferir a solução para funil de separação. Lavar sucessivamente o balão com 4 mL de água, 4 mL de hidróxido de sódio *M* e 4 mL de água. Reunir os líquidos de lavagem ao conteúdo do funil de separação. Agitar três vezes com 20 mL de éter etílico de cada vez. Reunir as camadas etéreas e lavar duas vezes com 10 mL de água de cada vez, rejeitando as águas de lavagem. Completar a camada orgânica até 100 mL com éter etílico e homogeneizar.

*Solução amostra*: evaporar 20 mL da *Solução estoque* até resíduo em banho-maria. Suspender o resíduo em 10 mL de acetato de magnésio a 0,5% (p/v) em álcool metílico.

*Solução branco:* álcool metílico.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* em 512 nm, imediatamente após o seu preparo, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular o teor de derivados hidroxiantracênicos, expressos em barbaloína, segundo a expressão:

$$\text{TDHC} = \frac{\text{A} \times 5000}{m \times 255}$$

em que,

TDHC = teor de derivados hidroxiantracênicos expressos em barbaloína % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra;*
5000 = fator de diluição;
255 = coeficiente de absorção específica da barbaloína;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado.

## EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# ALTEIA, raiz
## *Althaeae radix*

A droga vegetal consiste de fragmentos de raízes secas de *Althaea officinalis* L.

CARACTERÍSTICAS

Consistência mucilaginosa após hidratação.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

A raiz não mondada é cilíndrica, ligeiramente retorcida e sulcada longitudinalmente, com até 20 cm de comprimento e até 2 cm de espessura. A superfície externa é pardo-grisácea e apresenta numerosas cicatrizes das raízes laterais. A fratura é fibrosa na porção externa e irregular e granulosa internamente. Na secção transversal são visíveis camadas concêntricas do córtex de coloração parda e sua estrutura estratificada, separado por uma faixa cambial bem marcada, sinuosa e de coloração amarelada, seguida pelo cilindro central de coloração esbranquiçada, mostrando xilema com estrutura radial, especialmente após hidratação em água e com auxílio de lente. A raiz mondada é quase cilíndrica e a face externa tem cicatrizes escuras originadas pelas raízes laterais e apresenta coloração amarelo-esbranquiçada. Frequentemente a droga se apresenta fragmentada, sendo bem visíveis porções de fibras dispostas longitudinalmente ou desprendidas dos restos do córtex. As três regiões descritas podem ser visíveis nos fragmentos.

**B.** Descrição microscópica

A raiz não mondada, em vista frontal, apresenta súber com células poliédricas de paredes retilíneas. Em secção transversal, são bem visíveis as três regiões mencionadas na descrição macroscópica. O córtex externamente apresenta súber pouco desenvolvido, constituído por células tabulares e irregulares, de paredes delgadas e retilíneas, dispostas em fileiras e internamente parênquima cortical com células geralmente poliédricas e volumosas, de paredes delgadas e retilíneas. Neste parênquima ocorrem agrupamentos irregulares de fibras do floema, dispostos aleatoriamente, com células de paredes pouco espessadas e cujas células condutoras são raramente visíveis. Os raios parenquimáticos distribuem-se desde o córtex interno até o cilindro central e são constituídos geralmente por poucas fileiras de células. O câmbio é formado por células pequenas, dispostas em fileiras, a maioria achatada longitudinalmente. O cilindro central é muito desenvolvido, formado por parênquima xilemático com células variadas em forma e volume, com paredes retilíneas e delgadas. Os elementos condutores formam agrupamentos irregulares alinhados longitudinalmente e muitas vezes associados a pequenas células parenquimáticas; mais internamente mostram disposição anelar. Agrupamentos de fibras ou fibras isoladas são encontrados em todo o cilindro central, ocorrendo também junto ao xilema primário, quando presente nas raízes com medula sólida, isto é, preenchida por um parênquima composto por células de grande volume. Grãos de amido simples, de variadas formas, frequentemente arredondados, ovoides ou reniformes, com hilo geralmente central e ramificado, raramente excêntrico, ou raramente grãos compostos, muitas vezes mostrando lamelação, ocorrem em grande quantidade em todos os tecidos, exceto no parênquima medular. Cristais de oxalato de cálcio, do tipo drusa, com diferentes tamanhos são muito comuns no córtex e no cilindro central. Células contendo mucilagem, ovaladas ou arredondadas, em regra maiores do que as demais parenquimáticas, com protoplasto denso e escuro, também ocorrem no córtex e no cilindro central. Raízes mondadas podem não apresentar súber e parênquima cortical externo. Com a adição de azul de toluidina os elementos de vaso adquirem coloração azul intenso, as fibras coram de azul-claro e as células contendo mucilagem, de violeta. Devido à grande quantidade de grãos de amido e de células contendo

mucilagem há dificuldade na confecção de lâminas histológicas utilizando-se material hidratado, sendo necessário testar o tempo de hidratação.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. A observação microscópica do pó torna-se mais clara quando utilizado hidrato de cloral. São características: coloração branca a branco-amarelada, quando proveniente de raízes mondadas ou pardo-acinzentada quando proveniente de raízes não mondadas; fragmentos de súber em secção transversal: com células retangulares e achatadas longitudinalmente, idem com células quadrangulares, idem contendo idioblastos cristalíferos, idem com células retangulares e achatadas longitudinalmente, contendo idioblastos cristalíferos e grãos de amido, em vista frontal, contendo grãos de amido, em secção transversal, com células retangulares e achatadas longitudinalmente, repletas de grãos de amido; fragmentos de parênquima em vista frontal: contendo células com mucilagem e muitos grãos de amido, idem mostrando idioblastos cristalíferos e células repletas de grãos de amido, fragmentos de parênquima em secção transversal, contendo grãos de amido, idem contendo idioblastos cristalíferos, idem com células contendo mucilagem e grande quantidade de grãos de amido; fragmentos de raio parenquimático, em secção longitudinal, mostrando células parenquimáticas e fibras; células parenquimáticas isoladas, repletas de grãos de amido e/ou contendo cristais; fragmentos de raio parenquimático, em secção transversal, com células contendo grãos de amido; fragmentos de xilema, em secção longitudinal, mostrando elemento de vaso com espessamento reticulado associado a fibras e a parênquima, idem mostrando elementos de vaso com espessamento reticulado, fibras e parênquima com grãos de amido, idem mostrando elementos de vaso com espessamento reticulado e com espessamento pontoado, associados a células parenquimáticas repletas de grãos de amido, porções de elemento de vaso com espessamento helicoidal, em secção longitudinal, elementos de vaso em secção transversal, associados a células parenquimáticas repletas de grãos de amido, porções de elementos de vaso com espessamento reticulado, em secção longitudinal; fragmentos de fibras, em secção longitudinal associados a células parenquimáticas do xilema, fragmentos de feixes de fibras, em secção longitudinal, contendo grãos de amido, fragmentos de feixe de fibras, em secção longitudinal, associados a células do raio parenquimático, fragmentos de agrupamentos de fibras, em secção transversal; fibras ou porções destas, em secção longitudinal, isoladas e/ou agrupadas; grãos de amido, em vista frontal, simples ou compostos, isolados ou agrupados em pequeno número; agrupamentos formando grumos de grãos de amido, em vista frontal; mucilagem desprendida das células; células isoladas contendo mucilagem; cristais de oxalato de cálcio do tipo drusa, isolados.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

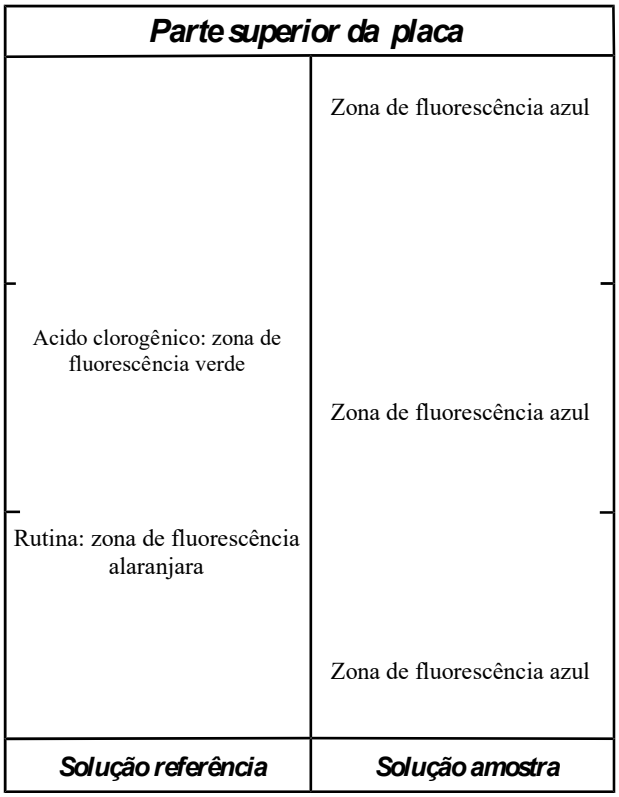
*Fase móvel*: acetato de etila, metil-etil-cetona, ácido fórmico e água (50:30:10:10).

*Solução amostra*: pesar 1 g da amostra, adicionar 10 mL de álcool metílico, aquecer em banho-maria durante 15 minutos. Filtrar.

*Solução referência*: dissolver 2,5 mg de rutina e 1 mg de ácido clorogênico em 10 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR (Reagente Natural A) e examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo, 2,0% de elementos de cor castanho. No máximo, 2,0% de elementos do súber (raiz mondada).

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico.* No máximo 12,0%. Determinar em 1 g da amostra pulverizada (710 µm) **(5.2.11)**, em estufa de 100 °C a 105 °C, durante duas horas.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo, 6,0% na raiz mondada. No máximo, 8,0% na raiz não mondada.

**Índice de intumescência (5.4.1.11).** No mínimo 10, determinado na amostra pulverizada (710 µm) **(5.2.11)**.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado, protegido da luz e do calor.

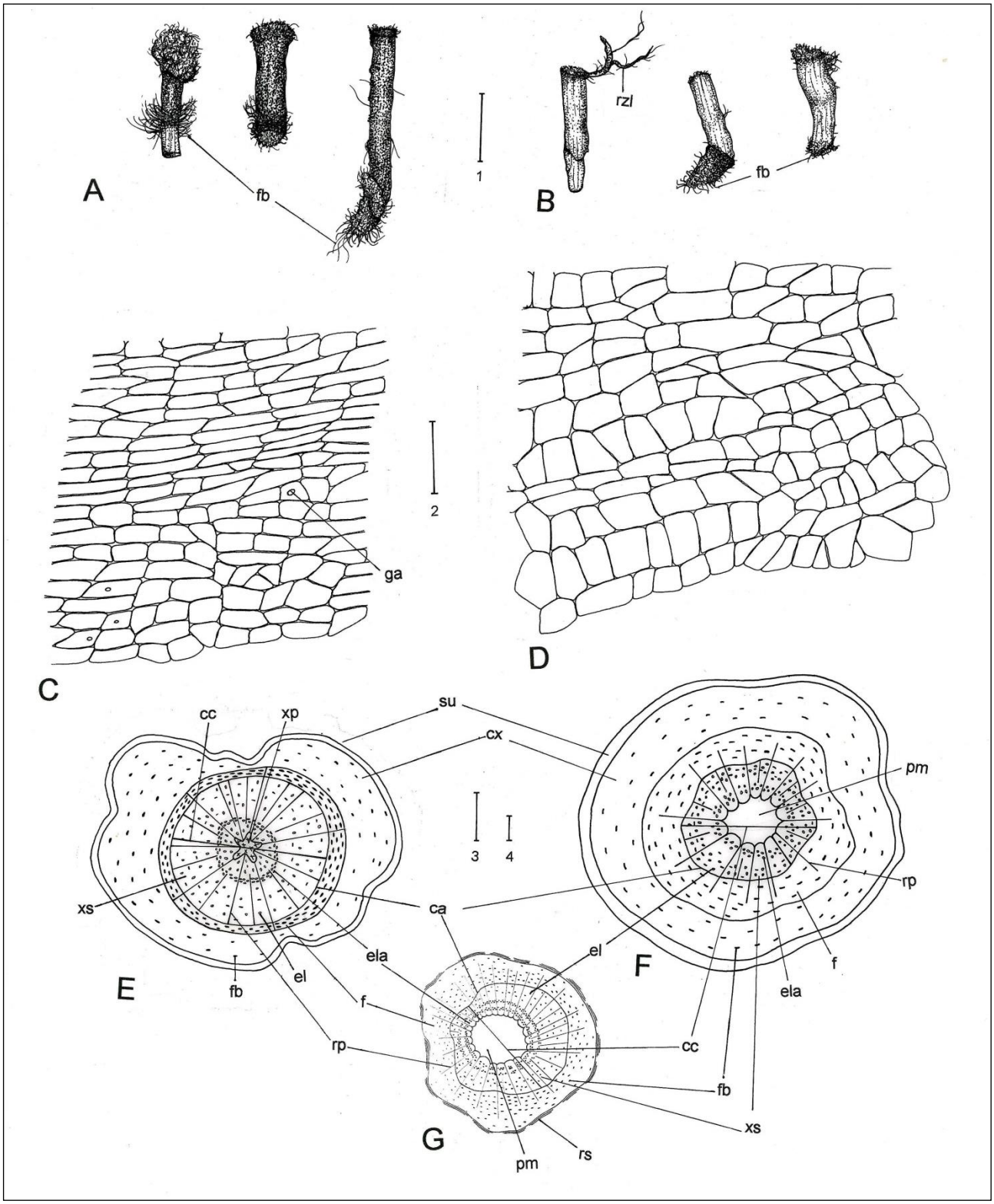



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Althaea officinalis* L.**

As escalas correspondem em **A** e **B** a 2 cm (régua 1); em **C** e **D** a 100 μm (régua 2); em **E** e **F** a 1 mm (régua 3); em **G** a 1 mm (régua 4).

**A** - aspectos gerais de raízes não mondadas; fibra (fb). **B** - aspectos gerais de raízes mondadas; fibra (fb); raiz lateral (rzl). **C** - vista frontal do súber externo de uma raiz não mondada; grão de amido (ga). **D** - vista frontal do súber interno de uma raiz mondada. **E** - representação esquemática de uma raiz não mondada, em secção transversal; câmbio (ca); cilindro central (cc); córtex (cx); elemento traqueal (el); elementos traqueais com disposição anelar (ela); floema (f); fibra (fb); raio parenquimático (rp); súber (su); xilema primário (xp); xilema secundário (xs). **F** - representação esquemática de uma raiz não mondada, em secção transversal; câmbio (ca); cilindro central (cc); córtex (cx); elemento traqueal (el); elementos

traqueais com disposição anelar (ela); floema (f); fibra (fb); parênquima medular (pm); raio parenquimático (rp); súber (su); xilema secundário (xs). **G** - representação esquemática de uma raiz mondada, em secção transversal; câmbio (ca); cilindro central (cc); córtex (cx); elemento traqueal (el); elementos traqueais com disposição anelar (ela); floema (f); fibra (fb); parênquima medular (pm); raio parenquimático (rp); restos de súber (rs); xilema secundário (xs).

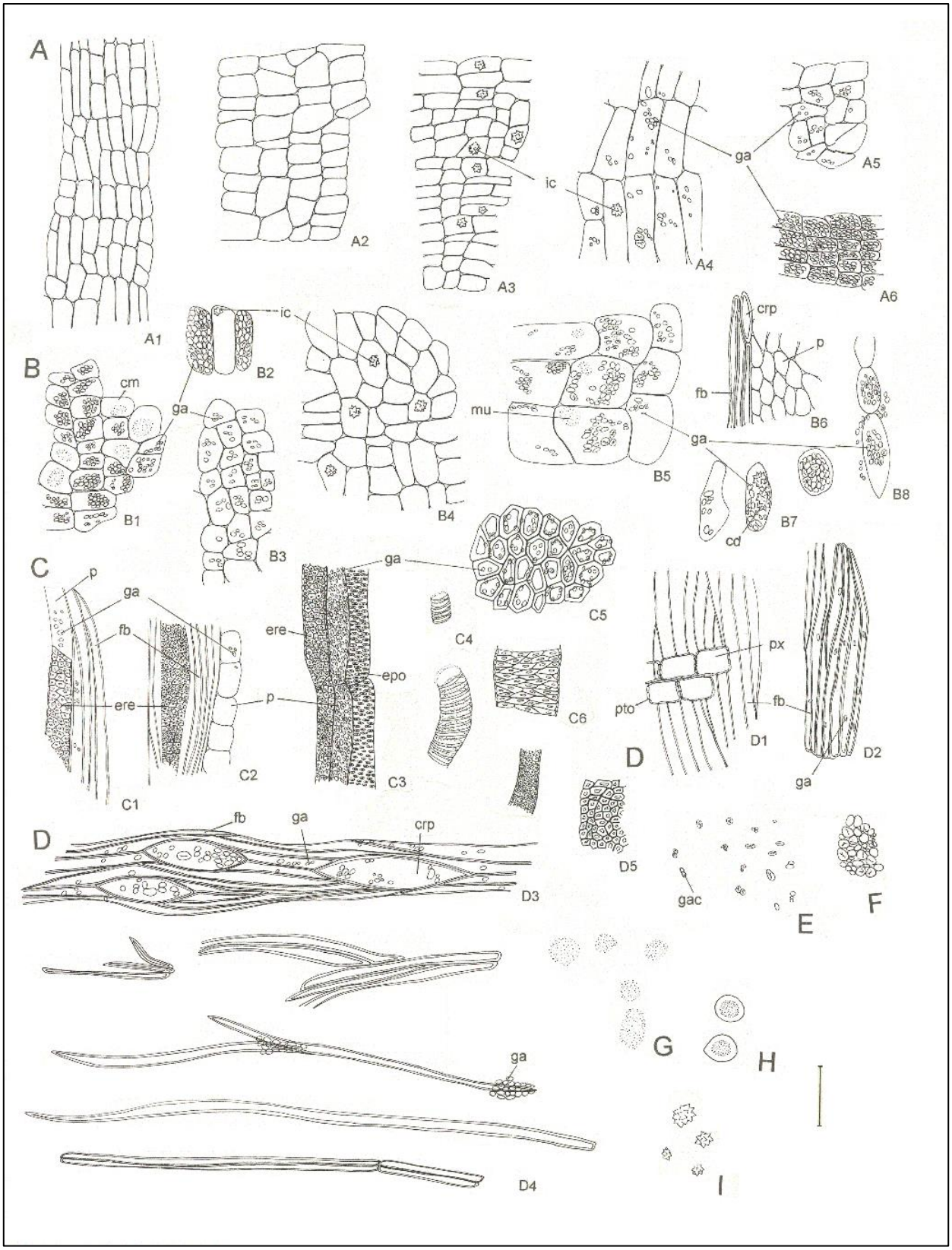



**Figura 2 – Aspectos da microscopia do pó em *Althaea officinalis* L.**

A escala corresponde a 100 μm.

**A -** fragmentos de súber; A1 - fragmento de súber, em secção transversal, mostrando células retangulares e achatadas longitudinalmente; A2 - fragmento de súber, em secção transversal, mostrando células quadrangulares; A3 - fragmento de súber, em secção transversal, contendo idioblastos cristalíferos (ic); A4 - fragmento de súber, em secção transversal, com células retangulares e achatadas longitudinalmente, contendo idioblastos cristalíferos (ic) e grãos de amido (ga); A5 – fragmento de súber, em vista frontal, contendo grãos de amido (ga); A6 - fragmento de súber, em secção transversal, com células retangulares e achatadas longitudinalmente, repletas de grãos de amido (ga). **B -** fragmentos de parênquima; B1 - fragmento de parênquima, em vista frontal, contendo células com mucilagem (mu) e muitos grãos de amido (ga); B2 - fragmento de parênquima, em vista frontal, mostrando idioblastos cristalíferos (ic) e células repletas de grãos de amido (ga); B3 – fragmento de parênquima, em secção transversal, contendo grãos de amido (ga); B4 - fragmento de parênquima, em secção transversal, contendo idioblastos cristalíferos (ic); B5 - fragmento de parênquima, em secção transversal, com células de mucilagem (mu) e com muitos grãos de amido (ga); B6 - fragmento de raio parenquimático (crp), em secção longitudinal, mostrando células parenquimáticas (p) e fibras (fb); B7- células parenquimáticas isoladas, contendo grãos de amido (ga) e cristais de oxalato de cálcio do tipo drusa (cd) ou repletas de grãos de amido; B8 - fragmento de raio parenquimático, em secção transversal, com células contendo grãos de amido (ga). **C** - fragmentos de xilema; C1 - fragmento de xilema, em secção longitudinal, mostrando elemento de vaso com espessamento reticulado (ere) associado a fibras (fb) e a parênquima (p) com grãos de amido (ga); C2 - fragmento de xilema, em secção longitudinal, mostrando elemento de vaso com espessamento reticulado (ere), fibras (fb) e parênquima (p) em secção transversal e com grãos de amido (ga); C3 - fragmento de xilema, em secção longitudinal, mostrando elementos de vaso com espessamento reticulado (ere) e com espessamento pontoado (epo), associados a células parenquimáticas (p) repletas de grãos de amido (ga); C4 – porções de elemento de vaso com espessamento helicoidal, em secção longitudinal; C5 - elementos de vaso em secção transversal, com grãos de amido (ga); C6 - porções de elementos de vaso com espessamento reticulado, em secção longitudinal. **D** - fragmentos de fibras; D1 - fragmento de fibras (fb), em secção longitudinal associados a células parenquimáticas do xilema (px) pontoadas (pto); D2 - fragmento de feixes de fibras, em secção longitudinal, contendo grãos de amido (ga); D3 -fragmentos de feixe de fibras (fb), em secção longitudinal, associados a células do raio parenquimático (crp) contendo grãos de amido (ga); D4 – fibras ou porções destas, isoladas ou agrupadas, em secção longitudinal; grão de amido (ga); D5 - fragmento de agrupamento de fibras, em secção transversal. **E** - grãos de amido, em vista frontal, simples ou compostos (gac), isolados ou agrupados em pequeno número. **F** - agrupamentos formando grumos de grãos de amido, em vista frontal. **G** - mucilagem desprendida das células. **H** - células isoladas contendo mucilagem. **I** - cristais de oxalato de cálcio do tipo drusa, isolados.

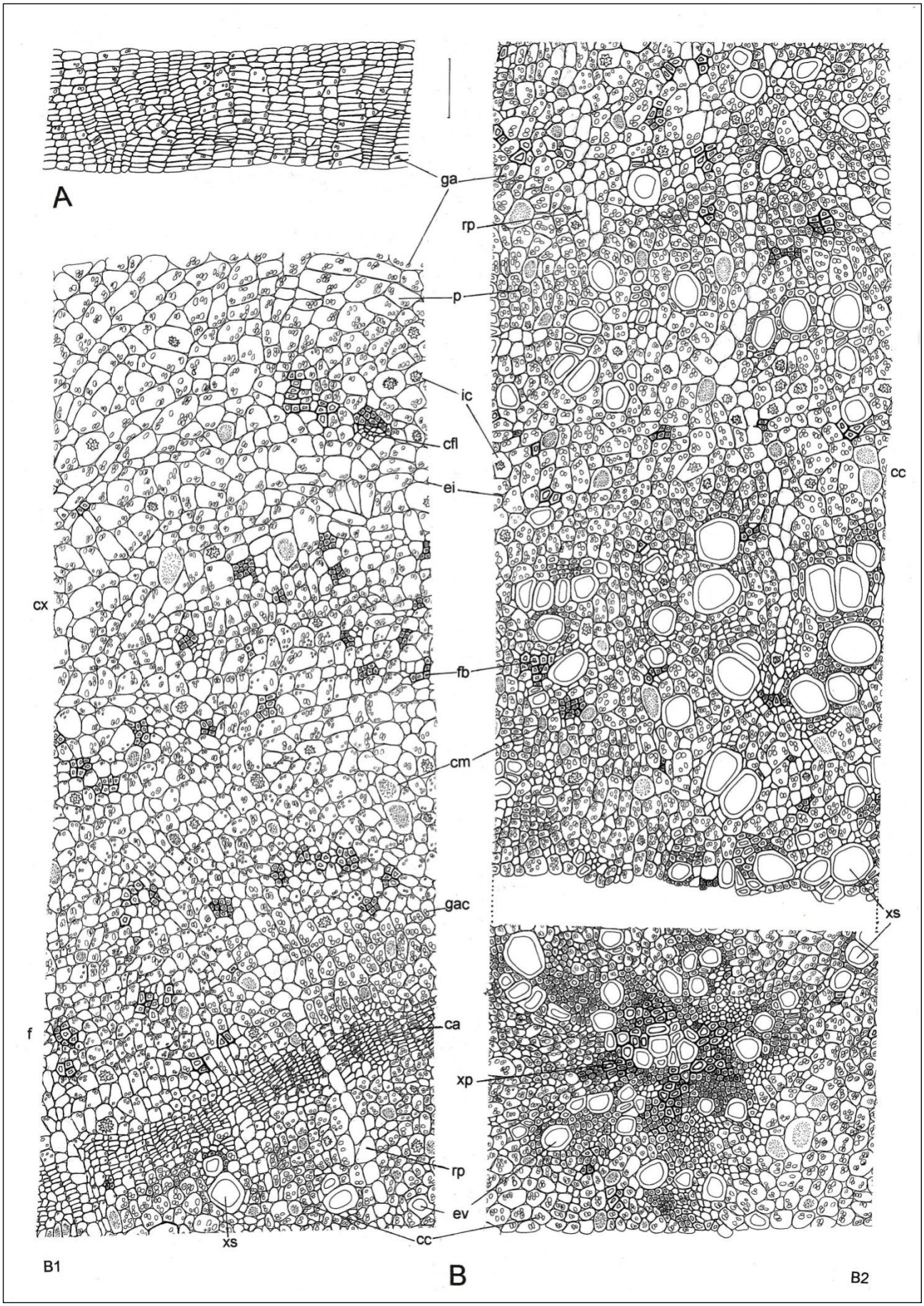



**Figura 3** – **Aspectos microscópicos em *Althaea officinalis* L.**

A escala corresponde a 100 µm.**A** - detalhe parcial do súber, em secção transversal, de uma raiz não mondada; grão de amido (ga). **B** - detalhe parcial de uma raiz mondada, em secção transversal; B1 detalhe parcial do córtex, câmbio e porção externa do cilindro central; câmbio (ca); cilindro central (cc); células condutoras do floema (cfl); célula contendo mucilagem (cm); córtex (cx); espaço intercelular (ei); elemento de vaso (ev); floema (f); fibra (fb); idioblasto cristalífero (ic); grão de amido (ga); grão de amido composto (gac); raio parenquimático (rp); parênquima (p); xilema secundário (xs); B2 continuidade do detalhe parcial de B1, mostrando porção interna do cilindro central; cilindro central (cc); célula contendo mucilagem (cm); espaço intercelular (ei); elemento de vaso (ev); fibra (fb); idioblasto cristalífero (ic); grão de amido (ga); raio parenquimático (rp); parênquima (p); xilema primário (xp); xilema secundário (xs).

# AMEIXA, fruto
## *Prunum fructus*

A droga vegetal consiste de frutos secos de *Prunus domestica* L., contendo, no mínimo, 0,008% de ácido clorogênico ($C_{16}H_{18}O_9$, 354,31), calculado em relação ao material dessecado.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Fruto do tipo drupa, oblongo a elipsoide, com 3 a 4 cm de comprimento, de coloração pardo-arroxeada, muito enrugado pelo dessecamento. A casca ou exocarpo é brilhante e irregularmente rugosa, podendo apresentar porções lisas, e a polpa ou mesocarpo é adocicada e mole.

**B.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$, com espessura de 250 µm.

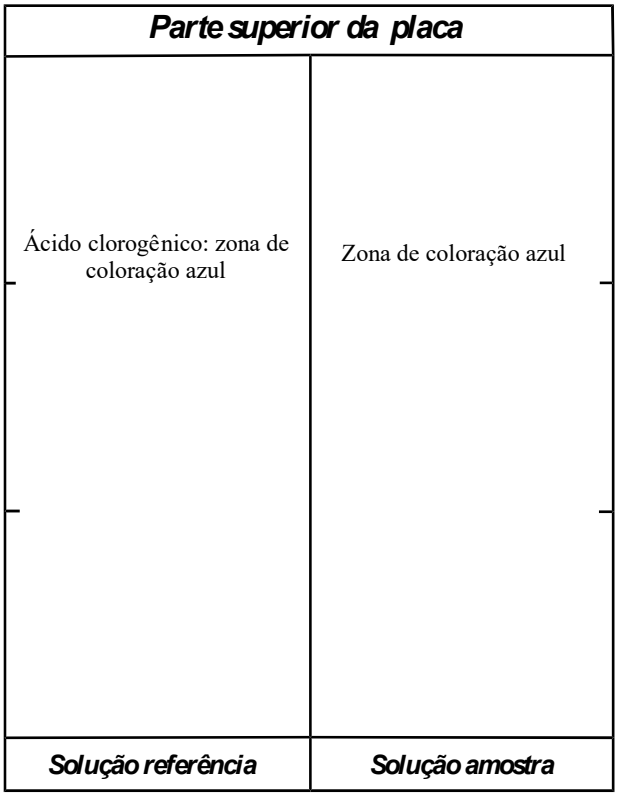
*Fase móvel*: acetato de etila, água, ácido acético e ácido fórmico (100:26:11:11).

*Solução amostra*: pesar 1,0 g da droga vegetal, adicionar 20 mL de álcool etílico a 70% (v/v) e agitar mecanicamente durante 15 minutos. Filtrar e secar o extrato em rotaevaporador até resíduo, em temperatura máxima de 60 °C. Suspender o resíduo em 5 mL de álcool metílico e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de ácido clorogênico em álcool metílico, para obter a concentração de 500 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência.* Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de difenilborato de aminoetanol SR, e, em seguida com solução de macrogol 400 (PEG) a 5% (p/v) em álcool etílico. Aquecer a placa entre 100 °C e 105 °C durante cinco minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Perda por dessecação (5.2.9.1)**. *Método gravimétrico*. No máximo, 54,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo, 2,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo, 0,6%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Ácido clorogênico**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 330 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 μm), mantida à temperatura de 40 °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,2 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido fosfórico (99,5:0,5).

*Eluente (B)*: acetonitrila e ácido fosfórico (99,6:0,4).

*Gradiente da Fase móvel*: adotar o sistema de gradiente descrito na tabela a seguir:

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A)* (%)** | ***Eluente (B)* (%)** | **Eluição** |
|---|---|---|---|
| 0 – 1 | 92 | 8 | isocrática |
| 1 – 20 | 92 → 75 | 8 → 25 | gradiente linear |
| 20 – 33 | 75 | 25 | isocrática |
| 33 – 35 | 75 → 0 | 25 → 100 | gradiente linear |
| 35 – 36 | 75 → 92 | 100 → 8 | gradiente linear |
| 36 – 40 | 92 | 8 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 1,00 g da droga vegetal e transferir para balão de fundo redondo. Adicionar 25 mL de álcool metílico e aquecer sob refluxo por 30 minutos. Após resfriamento, filtrar em algodão para balão de fundo redondo de 100 mL. Extrair mais duas vezes o resíduo da droga no balão de fundo redondo e no algodão com 20 mL de álcool metílico e aquecer, sob refluxo, por mais 15 minutos. Filtrar, reunir todos os filtrados no balão de fundo redondo e secar até resíduo em rotaevaporador, com a temperatura máxima de 60 °C. Dissolver o resíduo em 3 mL de álcool metílico e levar ao ultrassom por cinco minutos. Transferir a solução para balão volumétrico de 5 mL e completar o volume com álcool metílico. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução estoque:* pesar 12,0 mg de ácido clorogênico. Transferir para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com álcool metílico.

*Solução referência*: transferir 1,2 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 10 mL e completar o volume com álcool metílico. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Calcular o teor de ácido clorogênico, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{\mathrm{A}_a \times m_r \times \mathrm{FD}_a}{\mathrm{A}_r \times m_a \times \mathrm{FD}_r} \times 100$$

em que,

TA = teor de ácido clorogênico % (p/p);
$A_a$ = área sob o pico correspondente ao ácido clorogênico na *Solução amostra*;
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao ácido clorogênico na *Solução referência*;
$m_a$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
$m_r$ = massa em gramas do ácido clorogênico, considerando a pureza da substância de referência;
$FD_a$ = Fator de diluição da amostra na *Solução amostra* (5);
$FD_r$ = Fator de diluição do padrão na *Solução referência* (833,33); e
100 = fator para porcentagem.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.
.

# ANGICO, casca
## *Anadenantherae cortex*

A droga vegetal consiste de cascas secas do caule de *Anadenanthera colubrina* (Vell.) Brenan, contendo, no mínimo, 6% de taninos totais e, no mínimo, 0,19% de catequina ($C_{15}H_{14}O_6$, 290,27).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

As cascas caulinares secas apresentam-se em fragmentos levemente curvos e muito rígidos, resinosos, com 6 a 8 cm de comprimento, 0,5 a 2,5 cm de largura e 0,5 a 1,5 cm de espessura. A superfície externa é rugosa, de coloração pardacenta e é geralmente recoberta de placas esbranquiçadas a acinzentadas, com esparsas manchas pretas. A superfície interna é de coloração pardo-avermelhada, apresentando estrias longitudinais devido à presença de grossas fibras estreitas e opostas entre si.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal da casca há periderme bem desenvolvida, com 15 a 30 camadas de células tabulares, enfileiradas radialmente. No córtex, em secção transversal, há de 10 a 22 camadas ou mais de células de parênquima cortical achatadas radialmente, alternadas a faixas de fibras esclerenquimáticas; após as faixas de parênquima ocorrem faixas de feloderme, caracterizadas por células achatadas dispostas radialmente em fileiras sobrepostas. Raios e cordões parenquimáticos são evidentes. Algumas células parenquimáticas do parênquima cortical contêm cristais prismáticos, além de grãos de amido. Na secção longitudinal há camadas de fibras alternadas aos raios parenquimáticos.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanho-clara; porções de células do parênquima; fragmentos de fibras esclerenquimáticas libriformes; células parenquimáticas com cristais prismáticos e com células pétreas.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$, com espessura de 250 µm.

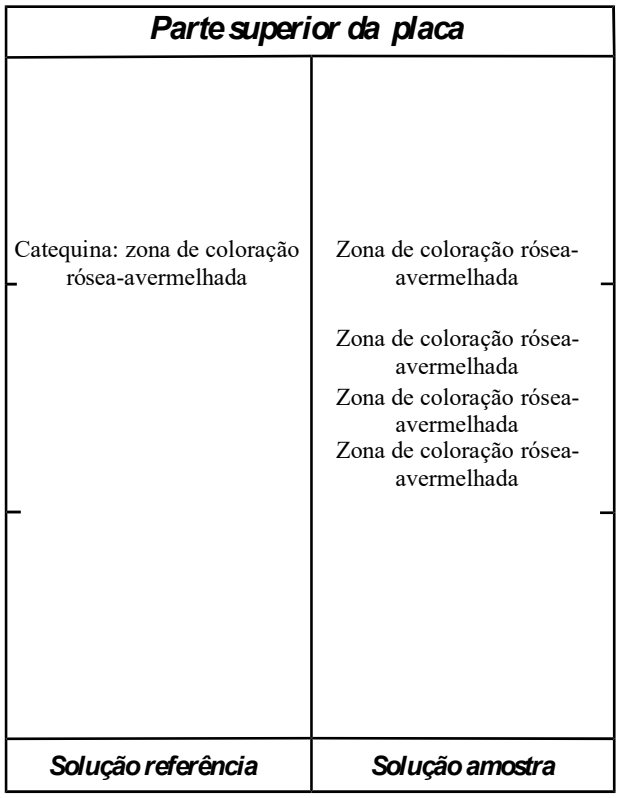
*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico e água (90:5:5).

*Solução amostra*: pesar 1 g da droga pulverizada e colocar em balão de fundo redondo adicionando 10 mL de álcool metílico. Aquecer, sob refluxo, durante 10 minutos. Filtrar em algodão.

*Solução referência*: pesar cerca de 1 mg de catequina e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a placa e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com vanilina a 1% (p/v) em álcool etílico e, em seguida, nebulizar com ácido clorídrico.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 10,0%.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 1,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 6,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Taninos totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,750 g da droga pulverizada e transferir para um balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água e aquecer em banho-maria durante 30 minutos, à temperatura entre 85 °C e 90 °C. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o balão de fundo redondo transferindo as águas de lavagem com todo conteúdo da droga vegetal para o balão volumétrico. Completar o volume

com água destilada. Deixar decantar e filtrar em papel de filtro o líquido sobrenadante. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: diluir 5 mL da *Solução estoque* em balão volumétrico de 25 mL com água. Transferir volumetricamente 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v). Determinar a absorvância em 760 nm ($A_1$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*: a 10 mL da *Solução estoque*, adicionar 0,1 g de pó de pele e agitar mecanicamente em erlenmeyer de 125 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Diluir 5 mL do filtrado em balão volumétrico de 25 mL com água. Transferir volumetricamente 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_2$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, em água, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol e transferir para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_3$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de taninos expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{(A_1 - A_2) \times m_2 \times 62{,}5}{A_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;
$A_3$ = absorvância medida para a *Solução referência*;
$m_1$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
$m_2$ = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

**Catequina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 280 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura de 23 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido fosfórico a 85% (v/v) (99:1).

*Eluente (B)*: álcool metílico e ácido fosfórico a 85% (v/v) (99:1)

| ***Tempo*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|

| ***(minutos)*** | | | |
|---|---|---|---|
| 0 - 15 | 70 → 50 | 30 → 50 | gradiente linear |
| 15 - 16 | 50 → 25 | 50 → 75 | gradiente linear |
| 16 - 17 | 25 → 70 | 75 → 30 | gradiente linear |
| 17 - 18 | 70 | 30 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar 0,750 g da droga pulverizada e transferir para um balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água. Aquecer em banho-maria durante 30 minutos, a temperatura de 85 °C a 90 °C. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o balão de fundo redondo transferindo as águas de lavagem com todo conteúdo de droga vegetal para o balão volumétrico. Completar o volume com água. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de catequina em água, para obter solução a 4,05 µg/mL.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção da catequina na amostra é de aproximadamente 6,1 minutos. Calcular o teor de catequina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TC} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a \times 250 \times 100}{\mathrm{A}_r \times m}$$

em que,

TC = teor de catequina % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à catequina na *Solução referência*;
$A_a$ = área sob o pico correspondente à catequina na *Solução amostra*;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
250 = fator de diluição.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

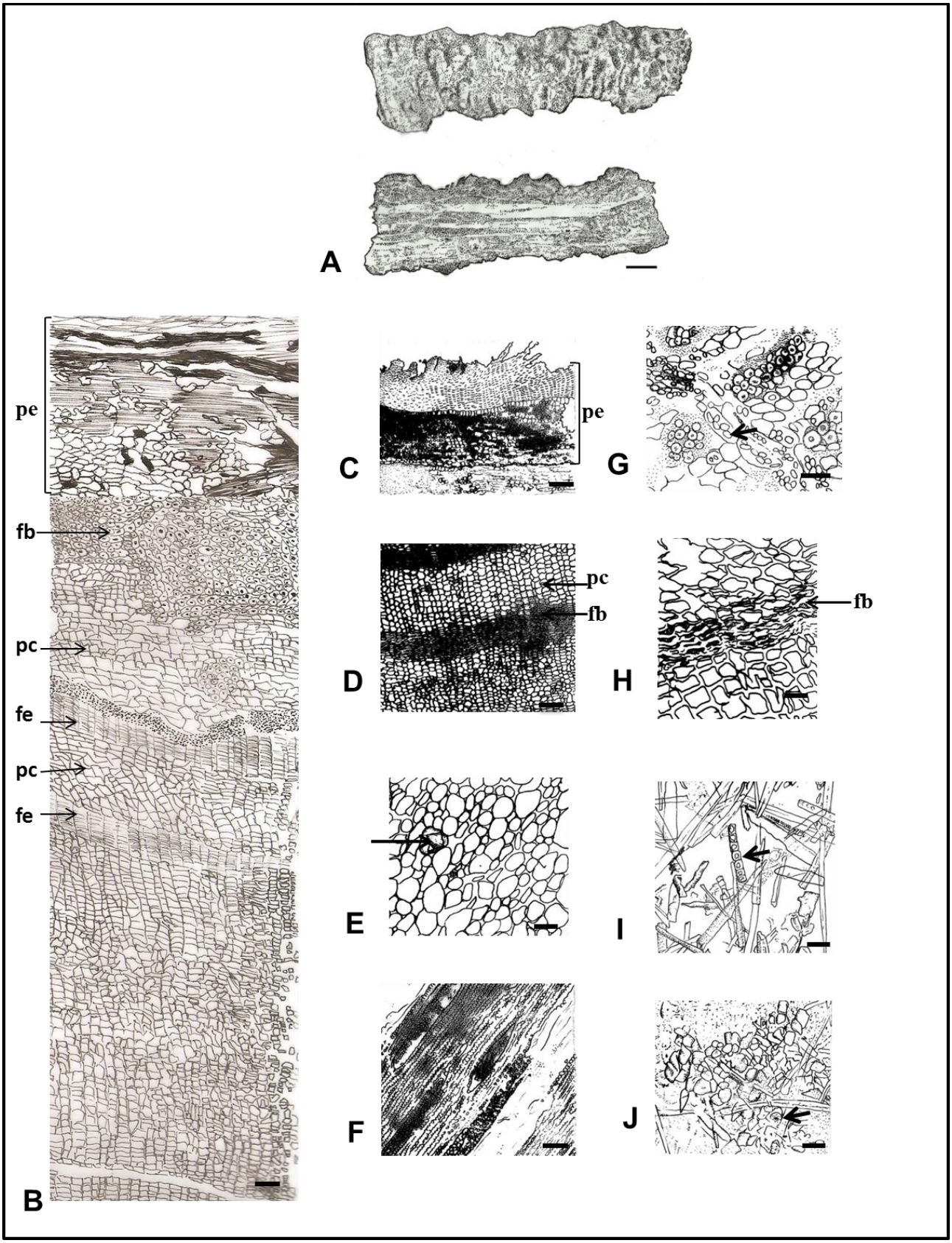



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Anadenanthera colubrina* (Vell.) Brenan**

As escalas correspondem em **A** a 2 cm; **B, C, D, E, F** e **H** a 100 µm; **G, I** e **J** a 25 µm.

**A** - aspecto geral da casca do caule, em vista frontal e interna, respectivamente. **B** - detalhe da distribuição dos tecidos do caule, em secção transversal: feloderme (fe), fibras (fb), parênquima cortical (pc), periderme (pe). **C** - detalhe da secção transversal da casca: periderme (pe). **D** - detalhe da secção transversal da casca: parênquima cortical (pc) e faixas de fibras

(fb). **E** - detalhe da secção transversal da casca: cristal prismático nas células de parênquima cortical (seta). **F** - detalhe da secção longitudinal da casca mostrando um cordão parenquimático e um raio. **G** - detalhe da secção transversal na região dos raios parenquimáticos da casca: grãos de amido nas células de parênquima cortical (seta). **H** - detalhe da secção longitudinal da casca: fibras (fb). **I e J** - detalhes observados no pó. **I** - fibras libriformes e células parenquimáticas com cristais prismáticos (seta). **J** - células pétreas (seta).

# ANIS-DOCE, fruto
## *Anisi fructus*

A droga vegetal consiste de frutos secos de *Pimpinella anisum* L., contendo, no mínimo, 2% de óleo volátil, com, no mínimo, 87% de *trans*-anetol.

NOMES POPULARES

Erva-doce.

CARACTERÍSTICAS

A droga apresenta odor agradável e anisado.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

O fruto é um diaquênio piriforme, constituído de dois mericarpos comprimidos lateralmente, alargado na base e estreitado no ápice, de 0,3 a 0,7 cm de comprimento e 0,2 a 0,3 cm de largura; de coloração castanho-amarelada ou castanho-esverdeada, sendo o ápice coroado por um estilopódio espesso, com dois estiletes curtos, divergentes e reflexos, e a porção basal provida de um pequeno fragmento do pedicelo, delgado, rígido e um tanto arqueado, que se prolonga entre os mericarpos (aquênios) de cada fruto, pelo carpóforo (filamento central), filiforme e bifendido. Os mericarpos (aquênios), unidos pelo ápice na extremidade do carpóforo, apresentam uma face comissural plana e uma face dorsal convexa, essa última recoberta de tricomas simples e curtos, visíveis com lente. Cada mericarpo é percorrido longitudinalmente por cinco arestas primárias filiformes, retilíneas e lisas, três dorsais e duas comissurais pouco salientes e de tom mais claro. Em secção transversal, os dois mericarpos mostram-se quase sempre unidos pelas suas faces comissurais, deixando visível uma linha contínua de canais secretores na porção dorsal, além de dois canais secretores maiores na face comissural ou ventral. Em cada aresta dorsal ocorrem feixes vasculares. O endosperma é oleoso e levemente ondulado na face comissural.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal, cada mericarpo mostra um epicarpo de uma camada de células, onde se encontram numerosos tricomas tectores curtos, geralmente unicelulares, cônicos, com paredes espessas e cutícula verrucosa. Em vista frontal, observam-se esparsos estômatos e uma cutícula fortemente estriada. O mesocarpo é formado por algumas camadas de parênquima, no qual se distingue, ao longo da face dorsal, uma série quase contínua de canais secretores esquizógenos; na face comissural ocorrem dois canais secretores amplos. Na face comissural são encontrados também esclereídes estreitos, alongados longitudinalmente e com numerosas pontoações. Cada aresta contém um estreito feixe vascular circundado por fibras. O endocarpo é composto de uma camada de células, alongadas tangencialmente e de paredes finas, aderida à testa; esta é formada por uma camada de células de paredes internas mais espessas, amarelas ou amarelo-esverdeadas. O endosperma apresenta células poligonais de paredes espessas, contendo gotículas de óleo, grãos de aleurona e microcristais de oxalato de cálcio do tipo drusa. O carpóforo e pedicelo são caracterizados pela presença de vasos e fibras estreitas.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanho-amarelada ou castanho-esverdeada; fragmentos irregulares do pericarpo, que mostram porções de canais secretores; fragmentos castanhos contendo canais secretores; tricomas inteiros ou fragmentados, unicelulares, de paredes espessas às vezes curvados, com pontas atenuadas e cutícula verrucosa; fragmentos do epicarpo com cutícula estriada e escassos estômatos; fragmentos de tecido vascular com elementos de vaso espiralados ou anelares; células da testa de paredes finas; fragmentos de endosperma contendo grãos de aleurona e cristais de oxalato de cálcio; esclereídes quadrangulares, retangulares ou alongados de paredes espessadas, pontoadas; cordões de fibras do carpóforo e do pedicelo. O pó não contém grãos de amido.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

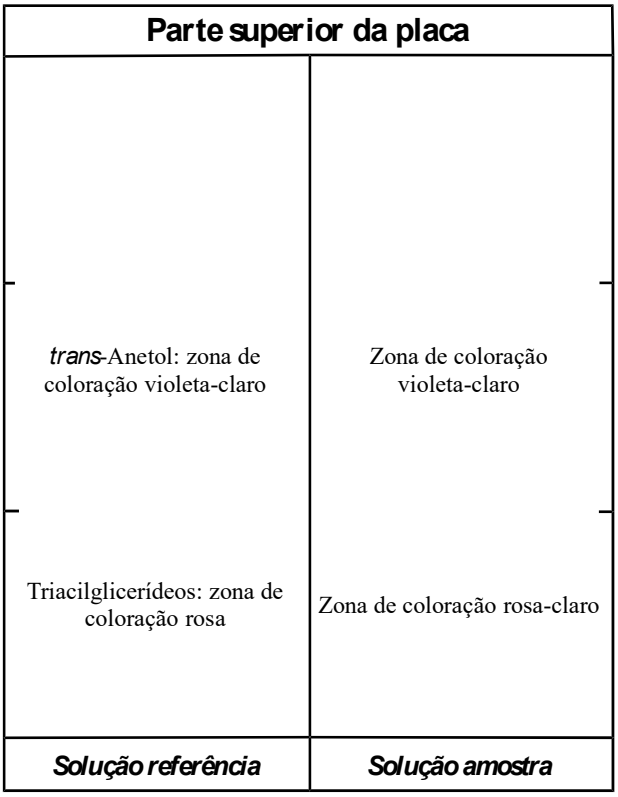
*Fase móvel*: tolueno.

*Solução amostra*: utilizar 0,1 g de frutos secos pulverizados (1 400 µm), adicionar 2 mL de cloreto de metileno. Agitar durante 15 minutos. Filtrar. Concentrar o filtrado à secura, em banho-maria, a temperatura inferior a 60 °C. Dissolver o resíduo em 0,5 mL de tolueno.

*Solução referência*: diluir 3 µL de *trans*-anetol e 40 µL de óleo de oliva em 1 mL de tolueno.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 2 µL e 3 µL da *Solução amostra* e 1 µL, 2 µL e 3 µL da *Solução referência*, com intervalo de 2 cm entre cada aplicação. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com anisaldeído SR e aquecer entre 100 °C a 105 °C, durante cinco minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 7,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 12,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 2,5%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 250 mL contendo 100 mL de água como líquido de destilação. Reduzir o fruto de anis a pó grosseiro. Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil, a partir de 20 g da droga em pó. Destilar por quatro horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

***Trans*-anetol**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, utilizando mistura de nitrogênio, hidrogênio e ar sintético (1:1:10) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 60 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, preenchida com macrogol, com espessura do filme de 0,25 µm. Utilizar hélio purificado como gás de arraste; fluxo do gás de arraste de 1 mL/minuto.

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 5 | 60 |
| | 5 – 80 | 60 → 210 |
| | 80 – 100 | 210 |
| Injetor | | 200 |
| Detector | | 220 |

*Solução amostra*: óleo volátil de anis-doce obtido em xileno, conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**, sem diluição. Armazenar em recipiente hermeticamente fechado, sob refrigeração e ao abrigo da luz.

*Solução referência*: dissolver 60 µL de *trans*-anetol em 1 mL de hexano. Armazenar em recipiente hermeticamente fechado, sob refrigeração e ao abrigo da luz.

*Procedimento*: injetar volume de 1 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:100. Determinar as concentrações relativas por integração manual ou eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o cromatograma da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia a gás, acoplada a detector seletivo de massas, operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama.

## EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

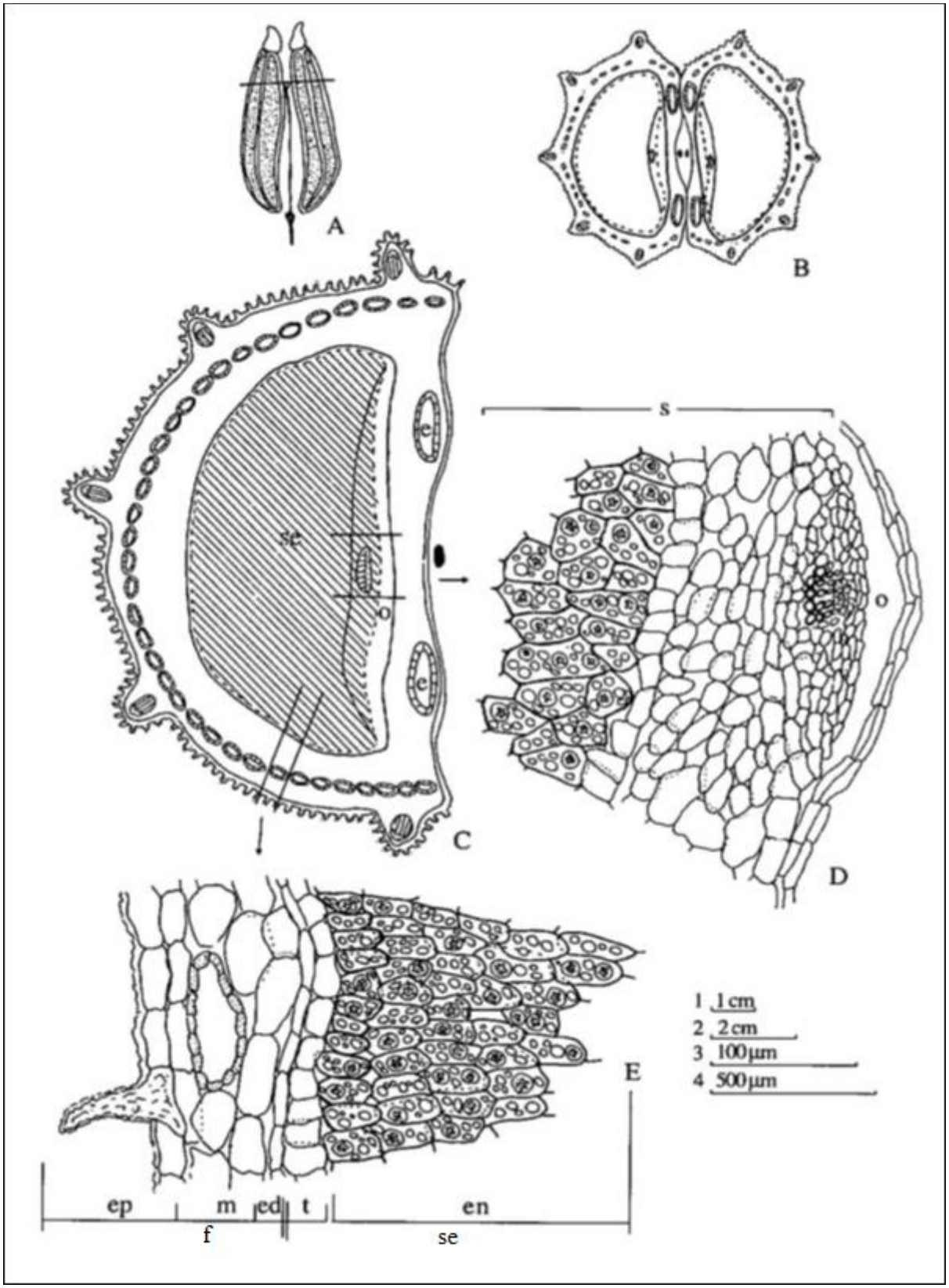



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Pimpinella anisum* L.**

As escalas correspondem em **A** a 1 cm (régua 1); em **B** a 2 cm (régua 2); em **C** a 500 µm (régua 4); em **D** e **E** a 100 µm (régua 3).

**A** – aspecto do diaquênio (fruto). **B** – esquema da secção transversal do diaquênio segundo assinalado em **A**. **C** – esquema da secção transversal em um dos mericarpos: canal esquizógeno (e); oco (o); semente (se). **D** – detalhe da região comissural segundo assinalado em **C;** oco (o); porção da semente (s). **E** – detalhe de porção do fruto e semente segundo assinalado em **C;** secção do pericarpo do fruto (f); endocarpo (ed); epicarpo (ep); mesocarpo (m); secção da porção externa da semente (se); endosperma (en); tegumento (t).

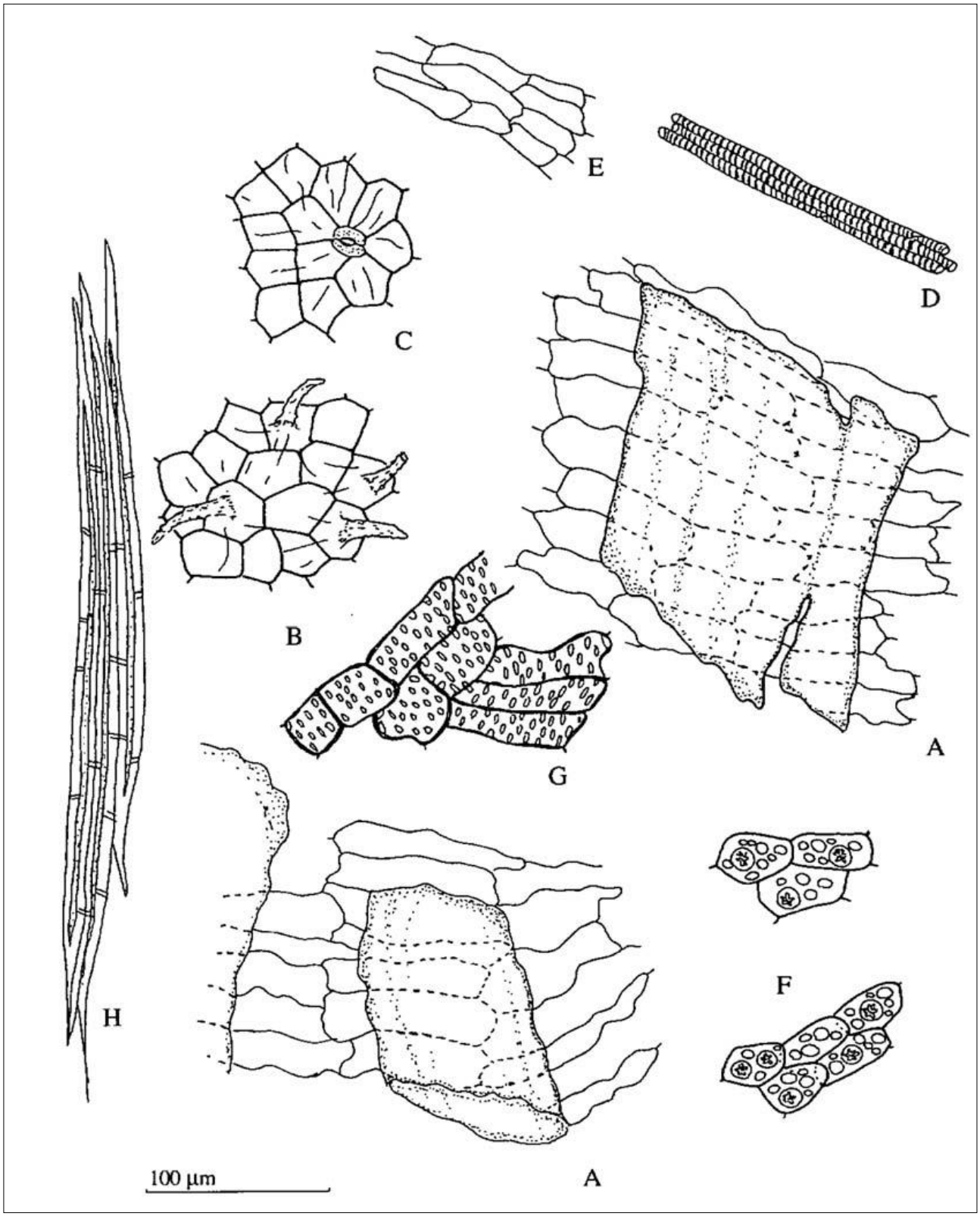



**Figura 2 – Aspectos microscópicos do pó em *Pimpinella anisum* L.**

A escala corresponde a 100 µm.

**A** – porções irregulares do mesocarpo com canais secretores ramificados e não ramificados de coloração castanha. **B** – porção do epicarpo com tricomas inteiros e fragmentados e cutícula estriada. **C** – o mesmo, mostrando cutícula estriada e estômato anomocítico. **D** – fragmentos de elementos de vaso com espessamento helicoidal. **E** – células da testa com paredes delgadas. **F** – fragmentos do endosperma com células poligonais contendo gotas de óleo e grãos de aleurona com 1-2 drusas de oxalato de cálcio. **G** – esclereídes da face comissural. **H** – cordões de fibras do carpóforo e do pedicelo.

# ANIS-ESTRELADO, fruto
## *Anisi stellati fructus*

A droga vegetal consiste dos frutos secos de *Illicium verum* Hook. f., contendo, no mínimo, 7,0% de óleo volátil, com, no mínimo, 80% de *trans*-anetol.

NOMES POPULARES

Badiana, badiana-da-china.

CARACTERÍSTICAS

O pericarpo da droga possui odor aromático agradável; a semente é inodora.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

O fruto é múltiplo, composto de sete ou oito folículos, algumas vezes até 11, dispostos horizontalmente em forma de estrela, ao redor de um eixo central denominado columela. Os folículos têm de 1 a 2 cm de comprimento, coloração castanho-acinzentada e são desigualmente desenvolvidos, lenhosos, careniformes, achatados lateralmente, terminando em ápice obtuso e curvo. A face externa, lateral e inferior de cada folículo é espessa e rugosa e o bordo superior, chamado de sutura ventral, éaberto em dois lábios delgados e lisos de cada lado da fenda da deiscência carpelar, deixando ver suaface interna lisa e brilhante, de coloração castanho-amarelada; as faces laterais externas e rugosas apresentam, perto da base, uma parte mais lisa, clara e semielíptica, pela qual os carpelos estão em contato entre si. Cada folículo possui uma única semente oval, castanho-avermelhada ou castanho-amarelada, dura e brilhante, truncada na base, onde se distinguem o hilo e a micrópila próximos um do outro. A semente apresenta tegumento frágil e endosperma oleoso, que circunda um pequeno embrião.

**B.** Descrição microscópica

O epicarpo, em vista frontal, mostra células poligonais, marrons, irregulares, de paredes pouco espessadas, com estômatos anomocíticos grandes, não muito frequentes, e cutícula com estrias irregulares bem acentuadas. Em secção transversal, o mesocarpo, logo abaixo do epicarpo, apresenta algumas camadas de parênquima de células de paredes castanho-avermelhadas contendo amido, e alguns idioblastos secretores oleíferos esféricos, de paredes finas. Ocorrem pequenos espaços intercelulares em todo o mesocarpo. Mais internamente, o mesocarpo apresenta parênquima de células de paredes castanho-avermelhadas, não lignificadas, mas com numerosos esclereídes e astroesclereides, os quais ocorrem também na columela. Os astroesclereídes da columela e do mesocarpo são muito grandes e usualmente solitários; eles podem ser irregularmente ramificados oupodem ter projeções mais curtas e afiladas. Outros esclereídes do mesocarpo são encontrados em grupos, mas são alongados, com paredes espessadas e pontoadas, sendo denominados de fibroesclereídes. Também no parênquima do mesocarpo ocorrem numerosos idioblastos secretores oleíferos esféricos. As últimas camadas de células do mesocarpo dispõem-se de forma mais compacta, perpendiculares ao restante do mesocarpo e também em relação ao endocarpo. O endocarpo é formado por uma camada de células alongadas radialmente, sob forma de paliçada, de 60 µm de comprimento, em média. O tegumento da semente é formado por camadas distintas. O tegumento externo está representado por um tecido hialino formado por duas ou trêscamadas de células, seguido por um estrato de osteoesclereídes, com células alongadas radialmente, de paredes espessadas e pontoadas; seguem-se várias camadas de células de paredes lignificadas, espessadas e pontoadas,

denominadas macroesclereídes, sendo as camadas interiores de paredes delgadas; o tegumento interno é formado por uma camada de células com cristais de oxalato de cálcio romboédricos ou retangulares. Na zona micropilar ocorrem braquiesclereídes. O endosperma compõe-se de células poligonais com grãos de aleurona com cristaloides e gotas de óleo. O embrião é pequeno.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanho-avermelhada; fragmentos formados por células marrons do epicarpo, com cutícula fortemente estriada; fragmentos de células parenquimáticas do mesocarpo, com idioblastos secretores oleíferos esféricos; esclereídes e astroesclereídes volumosos, irregularmente ramificados, oriundos do mesocarpo e da columela; fibroesclereídes alongados, oriundos do mesocarpo, com paredes espessadas e pontoadas; fragmentos formados por células colunares do endocarpo, com paredes levemente espessadas, lignificadas, com pigmentos nas paredes terminais; massas amareladas de células pequenas, de paredes bastante espessadas e pontoadas, provenientes da zona da sutura ventral; esclereídes isolados (osteoesclereídes, macroesclereídes e braquiesclereídes), oriundos do tegumento da semente; fragmentos hialinos do tegumento externo da semente; cristais tabulares ou rombóideos de oxalato de cálcio; porções de endosperma com grãos de aleurona contendo cristaloides.

**D.** Falsificações e adulterantes

Difere de *Illicium anisatum* L. (syn. *Illicium religiosum* Sieb. & Zucc.) por essa apresentar folículos menores e mais ovalados, sutura ventral mais larga e columela reta, não claviforme e microscopicamente raros astroesclereídes, sendo esses não ramificados; os esclereídes do mesocarpo são arredondados, nunca alongados.

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, água, ácido fórmico anidro e ácido acético glacial (100:26:11:11)

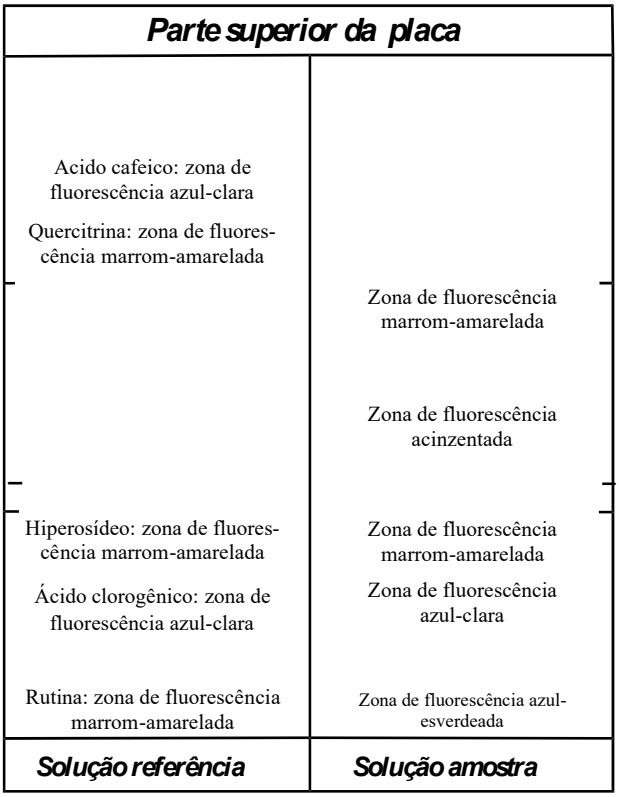
*Solução amostra*: aquecer, sob refluxo, 2 g de folículos pulverizados (355 µm) **(5.2.11)**, sem sementes, com 10 mL de álcool metílico, em banho-maria, a 60 ºC durante cinco minutos. Deixar esfriar e filtrar.

*Solução referência*: dissolver 1 mg de ácido cafeico, 1 mg de ácido clorogênico, 2,5 mg de quercitrina, 2,5 mg de rutina e 2,5 mg de hiperosídeo, em 10 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 5 µL da *Solução amostra*, 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. A seguir, nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR (Reagente Natural A) a 1% (p/v) em álcool metílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem. Cromatograma de amostras de *Illicium anisatum* não apresentam zonas de fluorescência marrom-amareladas na mesma região ou abaixo da posição da zona de quercitrina, não apresentam fluorescência amarela na posição, ou

abaixo, da zona referente ao ácido cafeico e nenhuma zona de fluorescência marrom-amarelada referente à zona do hiperosídeo.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Água (5.2.20.2).** *Método azeotrópico.* No máximo 10,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 6,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 250 mL contendo 100 mL de água como líquido de destilação. Reduzir o fruto a pó grosseiro. Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil, a partir de 20 g da droga pulverizada. Destilar por duas horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

***Trans*-anetol**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, utilizando mistura de nitrogênio, ar sintético e hidrogênio (1:1:10) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 30 m de comprimento e 250 µm de diâmetro interno, revestida com polidifenildimetilsiloxano, com espessura do filme de 0,25 µm. Utilizar hélio a uma pressão de 80 kPa como gás de arraste; fluxo do gás de arraste de 1,0 mL/minuto.

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 80 | 60→ 300 |
| Injetor | | 220 |
| Detector | | 250 |

*Solução amostra*: mistura de óleo volátil e éter etílico (2:100).

*Procedimento*: injetar volume de 1 µL da *Solução amostra* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. O índice de retenção linear dos constituintes do óleo é calculado em relação a uma série homóloga de hidrocarbonetos ($C_8 – C_{22}$) e comparados com a amostra. O *trans*-anetol apresenta tempo de retenção linear (Índice de Retenção Relativo) de 1277. Determinar as concentrações relativas por integração manual ou eletrônica pelo método de normalização.

Calcular o Índice de Retenção Relativa, segundo a expressão:

$$\mathrm{IRR} = 100 \times \mathrm{n} + \frac{100 \times (\mathrm{tr}_x + \mathrm{tr}_z)}{(\mathrm{tr}_{z+1} + \mathrm{tr}_z)}$$

em que,

IRR = Índice de Retenção Relativa;
n = número de átomos de carbono do alcano de menor peso molecular;
$tr_x$ = tempo de retenção do composto "x" (intermediário a a trz e trz+1);
$tr_z$ = tempo de retenção do alcano com "n" carbonos;
$tr_{z+1}$ = tempo de retenção do alcano com "n +1" carbonos.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

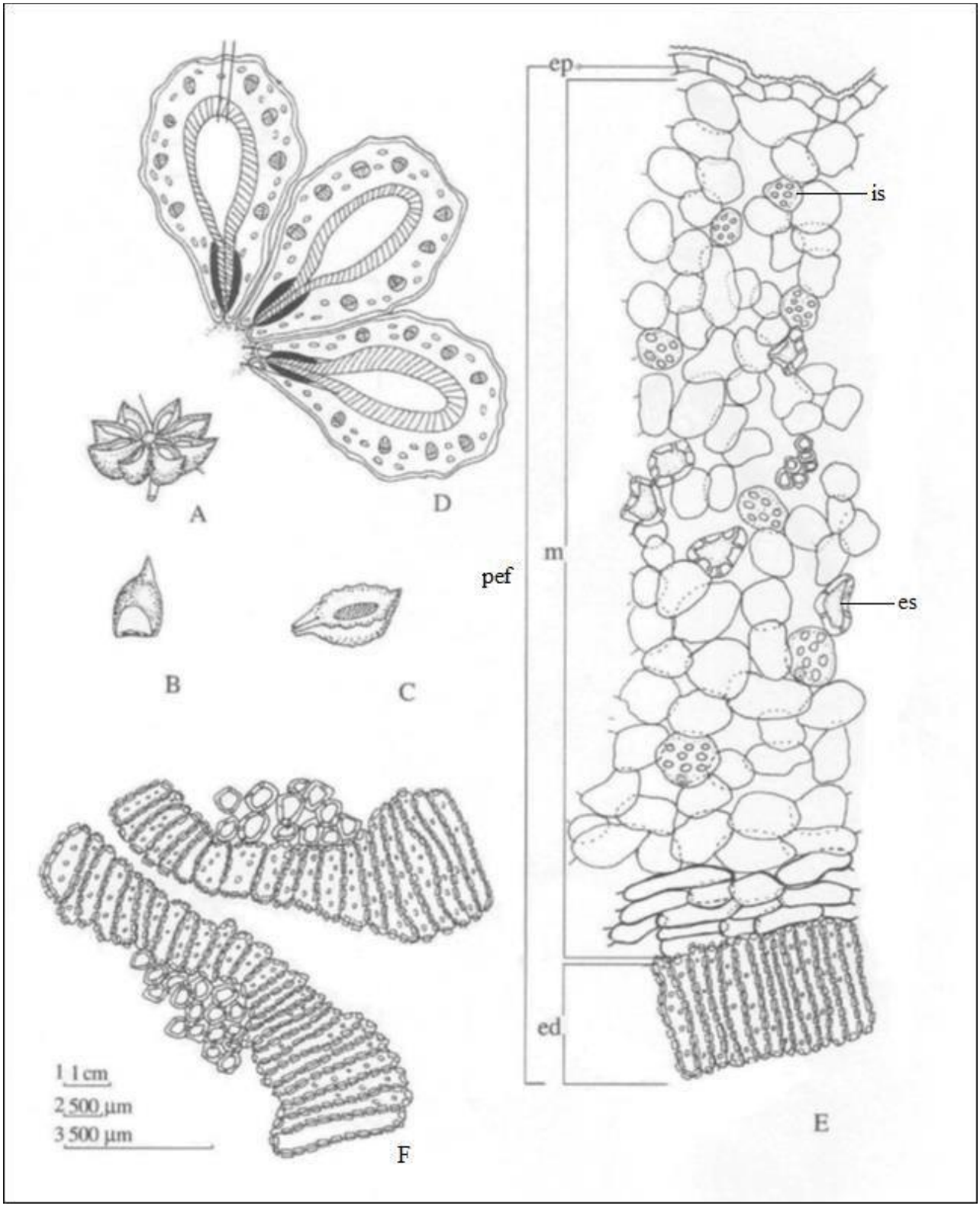



**Figura 1 - Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Illicium verum* Hook. f.**

As escalas correspondem: em **A**, **B**, **C** (1) a 1 cm; em **D** (2) a 500 µm; em **E**, **F** (3) a 500 µm.
**A.** aspecto do fruto, em vista frontal/lateral, mostrando oito folículos e a columela. **B.** detalhe de um folículo em vista dorsal. **C.** detalhe de um folículo em vista ventral, mostrando a sutura ventral e uma semente. **D.** detalhe de três folículos vistos em **A**. **E.** secção transversal do pericarpo do fruto na porção indicada em **D**; pericarpo do fruto (pef); endocarpo (ed); epicarpo (ep); mesocarpo (m); esclereídes (es); idioblastos secretores oleíferos esféricos (is.). F. detalhe do endocarpo na região comissural.

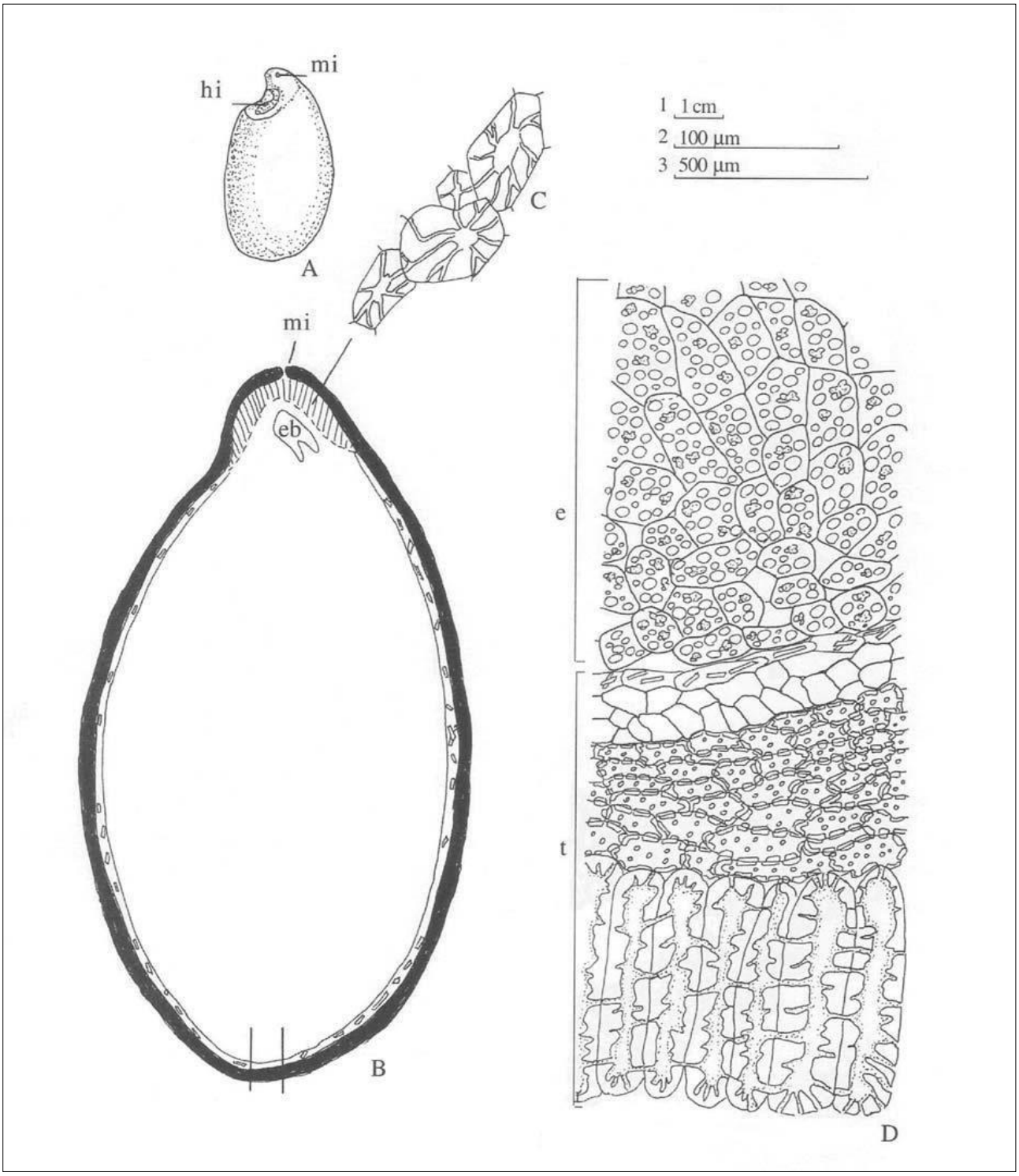



**Figura 2 - Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Illicium verum* Hook. f.**

As escalas correspondem: em **A** (1) a 1 cm; em **B** (2) a 100 µm; em **C**, **D** (3) a 500 µm.
**A.** semente em vista lateral; hilo (hi); micrópila (mi). **B.** semente em secção longitudinal; embrião (eb); micrópila (mi). **C.** braquiesclereídes da zona micropilar, mostrada em B. **D.** secção transversal da semente na porção indicada em B; endosperma (e); tegumento (t).

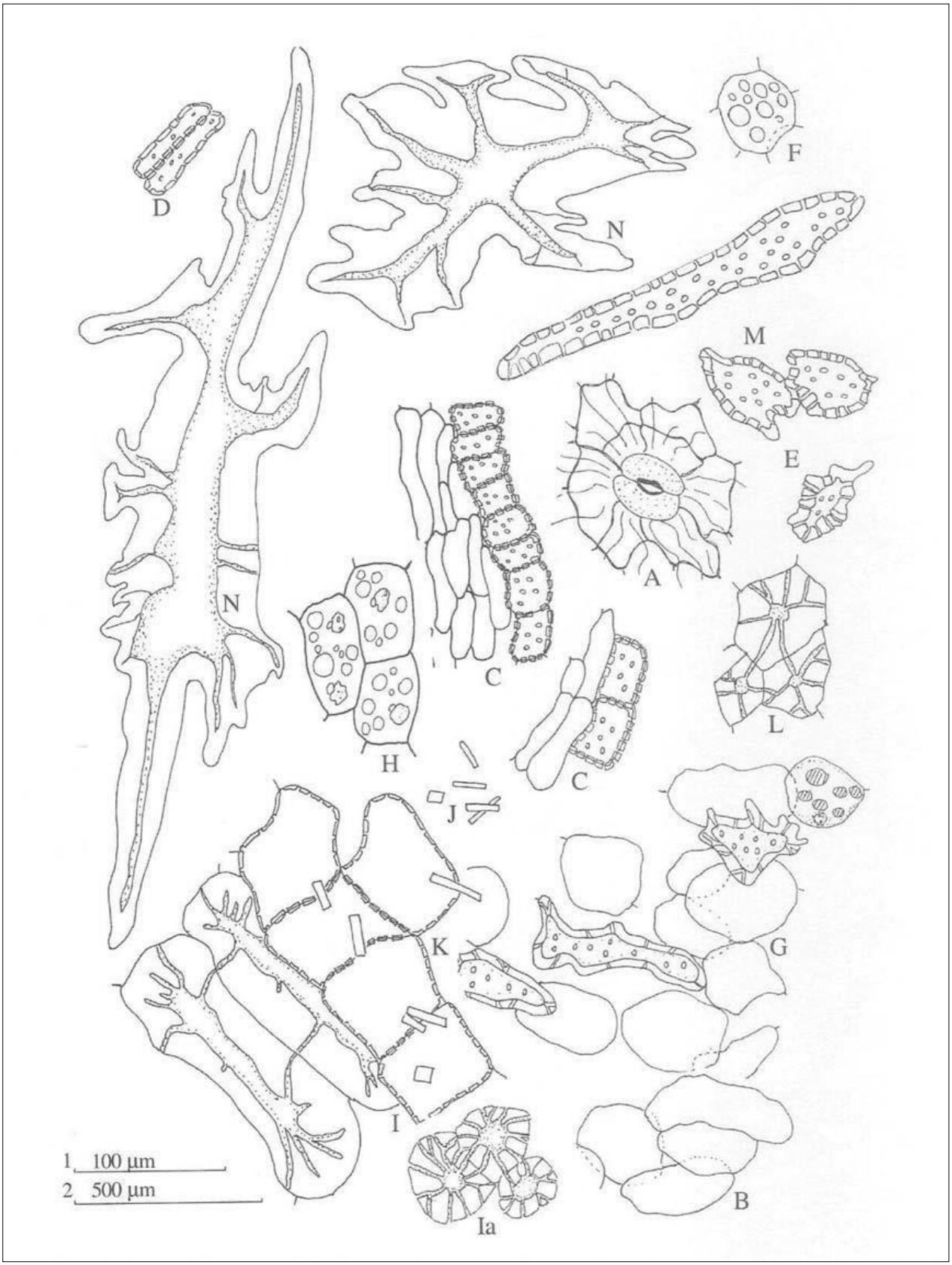



**Figura 3 - Aspectos microscópicos do pó em *Illicium verum* Hook. f.**

As escalas correspondem em: em **A-K** (1) a 100 µm; em **L-N** (2) a 500 µm.

**A.** epicarpo com estômato anomocítico e cutícula estriada. **B.** células do parênquima do mesocarpo. **C.** células da zona comissural com paredes espessadas. **D.** célula do endocarpo fora da zona comissural. **E.** esclereíde. **F.** idioblasto com gotas de óleo. **G.** porção do mesocarpo com idioblastos oleíferos e esclereides. **H.** células do endosperma com glóbulos lipídicos e grãos de aleurona. **I.** osteoesclereídes em secção transversal; os mesmos em secção tangencial (Ia). **J.** cristais

prismáticos de oxalato de cálcio. **K.** células da camada cristalífera. **L.** braquiesclereídes da região comissural. **M.** macroesclereíde alargado do mesocarpo, com paredes espessadas e pontoadas. **N.** esclereídes volumosos e ramificados do pedicelo.

# ARNICA, flor
## *Arnicae flos*

A droga vegetal consiste de inflorescências secas, inteiras ou parcialmente fragmentadas de *Arnica montana* L., contendo, no mínimo, 0,4% (p/p) de sesquiterpenos lactônicos totais expressos em tiglato de diidrohelenalina ($C_{20}H_{26}O_5$, 346,42).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

As flores estão agrupadas em inflorescências do tipo capítulo heteromorfo, de coloração amarelo-alaranjada. O capítulo é constituído por um pedúnculo, um receptáculo, flores radiais liguladas e flores do disco tubulosas. O capítulo fechado mede cerca de 2 cm de diâmetro e quando com as flores radiais distendidas, mede de 5 a 6 cm de diâmetro. O pedúnculo, quando presente, mede de 2 a 3 cm de comprimento. O receptáculo, quando privado das flores, tem um diâmetro entre 6 e 10 mm e uma profundidade de 15 mm e é levemente convexo, alveolado e recoberto de tricomas brancos, curtos e duros. O receptáculo é envolvido por 18 a 24 brácteas ovalado-lanceoladas. Cada bráctea involucral apresenta ápice agudo e bordo inteiro, ciliado, medindo de 8 a 10 mm, mais raramente até 15 mm de comprimento; as brácteas internas têm coloração verde-parda e são mais curtas; as brácteas externas são verdes. As flores liguladas radiais são zigomorfas e femininas, em número de 14 a 20, e medem de 20 a 30 mm de comprimento. Cada flor ligulada apresenta um cálice reduzido, denominado papus, que é formado por uma série de cerdas esbranquiçado-amareladas grossas, rígidas, medindo de 4 a 8 mm de comprimento; o limbo da corola é oblongo, de coloração amarelo-alaranjada e apresenta de sete a 10 nervuras paralelas, culminando em três lóbulos pequenos e desiguais; os estames não são completamente desenvolvidos e apresentam anteras livres e o ovário é ínfero, estreito, de coloração parda, medindo de 4 a 5 mm de comprimento. As flores tubulosas do disco são actinomorfas e perfeitas, em número muito maior do que as flores liguladas e medem até 15 mm de comprimento; cada uma apresenta um cálice reduzido, denominado papus, queé formado por uma série de cerdas esbranquiçado-amareladas rígidas, com até 8 mm de comprimento; a corola é curta, de coloração amarelo-alaranjada, mede cerca de 8 mm de comprimento e tem cinco lobos triangulares reflexos; os estames são cinco, férteis e estão soldados pelas anteras formando um tubo; as tecas são elipsoidais e o conetivo prolonga-se numa escama triangular e o ovário é ínfero, estreito, de coloração parda, medindo de 4 a 8 mm de comprimento e apresenta quatro ou cinco arestas longitudinais visíveis. Os frutos, quando presentes, são aquênios pardos, coroados ou não pelo papus.

**B.** Descrição microscópica

As brácteas involucrais e flores apresentam em suas faces abaxiais, ou raramente nas adaxiais, tricomas tectores e glandulares. Os tricomas tectores são unicelulares ou bicelulares, com célula apical mais longa, aguda, ou ainda pluricelulares, unisseriados, com três a 10 células, das quais uma ou algumas células distais são mais longas, sendo as células proximais às vezes de paredes espessas. Os tricomas glandulares apresentam pedicelo pluricelular, uni ou bisseriado, com cabeça glandular globosa, ovoide ou claviforme, unisseriada ou bisseriada, unicelular ou pluricelular. Brácteas involucrais e flores apresentam em suas faces abaxiais estômatos anomocíticos. As brácteas involucrais, em vista frontal, apresentam a face abaxial da epiderme com células de paredes anticlinais onduladas e a face adaxial com células de paredes anticlinais poligonais a pouco onduladas e, em secção transversal, um parênquima fundamental frouxo, com feixes vasculares correspondentes às nervuras de cada bráctea. As cerdas do cálice, na forma de papus, são compostas cada uma por duas a três fileiras de células alongadas, agudas na porção distal, e por um maior número de fileiras de células na porção proximal. A corola da flor ligulada, em vista frontal, apresenta epiderme da face adaxial com células de paredes anticlinais poligonais, papilosas, sendo visíveis estrias epicuticulares

e gotas lipídicas; a epiderme da face abaxial apresenta células de paredes anticlinais alongadas, quase retas, mas visivelmente onduladas na porção distal. A corola da flor tubulosa, em vista frontal, apresenta epiderme com células de paredes anticlinais levemente onduladas nas duas faces da porção distal das pétalas, e mais poligonais na porção mediana, as células da região do tubo têm paredes anticlinais poligonais; na porção distal e triangular de cada pétala ocorrem papilas digitiformes; gotas lipídicas podem estar presentes. As anteras, em secção transversal, mostram um endotécio espessado nas paredes laterais. Os grãos de pólen são triporados, arredondados, com exina equinada, e medem cerca de 30 µm. O ovário, em vista frontal, apresenta epiderme com células alongadas, com placas reticuladas de coloração escura, pela presença de fitomelanina. Os ramos estigmáticos do estilete apresentam em sua porção distal tricomas unicelulares cônicos e pontiagudos e sob o tapete formado por estes tricomas observam-se papilas arredondadas. O fruto, quando presente, tem as mesmas características epidérmicas do ovário, principalmente os tricomas glandulares e as placas de fitomelanina evidentes.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. Examinar ao microscópio utilizando solução de hidrato de cloral SR. São características: porções de epiderme das brácteas involucrais com estômatos e tricomas como os descritos, mais abundantes na face abaxial; tricomas ou seus fragmentos, conforme descritos; fragmentos de corolas liguladas, com tricomas conforme descritos; fragmentos da porção distal da corola ligulada cobertos de papilas arredondadas; fragmentos de corolas tubulosas com tricomas conforme descritos; fragmentos da porção distal da corola tubulosa cobertos de papilas digitiformes; fragmentos de ovário com os dois tipos de tricomas característicos, como descritos e às vezes com placas de fitomelanina; porções do papus ou fragmentos de cerdas do papus conforme descritos; grãos de pólen triporados, arredondados, com exina equinada.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

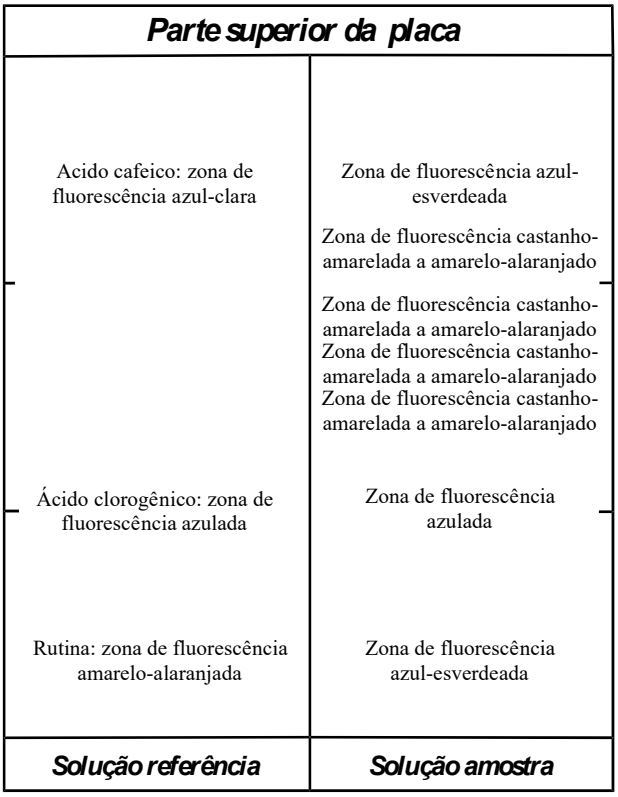
*Fase móvel*: acetato de etila, metil-etil-cetona, ácido fórmico anidro e água (50:30:10:10).

*Solução amostra*: a 2 g da amostra pulverizada, adicionar 10 mL de álcool metílico e aquecer, em banho-maria, a 60 °C, sob agitação, durante cinco minutos. Resfriar a solução e, em seguida, filtrar.

*Solução referência:* dissolver 2 mg de ácido cafeico, 2 mg de ácido clorogênico e 5 mg de rutina em álcool metílico e ajustar o volume para 30 mL com álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de bandas de 20 mm, a 1 cm de distância, 15 µL da *Solução amostra* e 15 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR, a seguir, com solução de macrogol 400 a 5% (p/v) em álcool metílico e aquecer entre 100 °C e 105 ºC durante cinco minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem. O cromatograma obtido coma *Solução amostra* não deve apresentar zona de coloração amarelo-alaranjada correspondente à rutina e, abaixo desta, não deve ser observada outra zona.




TESTES

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico.* No máximo 10,0%.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo, 5,0% de caules com um diâmetro superior a 5 mm.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 10,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Sesquiterpenos lactônicos totais**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 225 nm; coluna de 0,12 m de comprimento e 4 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (4 μm); fluxo da *Fase móvel* de 1,2 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água.

*Eluente (B):* álcool metílico.

*Gradiente da Fase móvel:* adotar o sistema de gradiente descrito na tabela a seguir:

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0-3 | 62 | 38 | isocrática |
| 3-20 | 62 → 55 | 38 → 45 | gradiente linear |
| 20-30 | 55 | 45 | isocrática |
| 30-55 | 55 → 45 | 45 → 55 | gradiente linear |
| 55-57 | 45 → 0 | 55 → 100 | gradiente linear |
| 57-70 | 0 → 62 | 100 → 38 | gradiente linear |
| 70-90 | 62 | 38 | isocrática |

*Solução de padrão interno*: dissolver, imediatamente antes do uso, 0,01 g de santonina exatamente pesado em 10 mL de álcool metílico.

*Solução amostra*: em balão de fundo redondo de 250 mL, introduzir 1 g da amostra pulverizada. Adicionar 50 mL de uma mistura de volumes iguais de álcool metílico e água e aquecer, sob refluxo, em banho-maria entre 50 °C e 60 ºC, durante 30 minutos agitando frequentemente. Deixar esfriar e em seguida, filtrar utilizando filtro de papel. Transferir o filtro cortado em pedaços grandes e o resíduo para o balão de fundo redondo, adicionar 50 mL de uma mistura de volumes iguais de álcool metílico e água e aquecer, sob refluxo, em banho-maria entre 50 ºC e 60 ºC, durante 30 minutos, agitando frequentemente. Repetir a operação duas vezes. Reunir os filtrados, adicionar 3 mL da *Solução de padrão interno* e evaporar, a pressão reduzida, até a obtenção de um volume de 18 mL. Lavar o balão de fundo redondo com água e completar 20 mL com as águas de lavagem. Transferir a solução para uma coluna cromatográfica com cerca de 0,15 m de comprimento e cerca de 30 mm de diâmetro interno, contendo 15 g de sílica para cromatografia. Deixar em repouso durante 15 minutos e, a seguir, eluir com 200 mL de uma mistura de volumes iguais de acetato de etila e cloreto de metileno. Evaporar o eluato à secura, num balão de fundo redondo de 250 mL. Dissolver o resíduo em 10 mL de álcool metílico, adicionar 10 mL de água e, em seguida, 7 g de óxido de alumínio neutro. Agitar durante dois minutos, centrifugar durante 10 minutos a 6.000 × *g* e filtrar utilizando filtro de papel. Evaporar à secura 10 mL do filtrado. Dissolver o resíduo em 3 mL de uma mistura de iguais volumes de álcool metílico e água e filtrar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento:* injetar separadamente, 20 µL da *Solução de padrão interno* e 20 µL da *Solução amostra.* Calcular o teor de sesquiterpenos lactônicos totais, expressos em tiglato de helenalina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TSLT} = \frac{\mathrm{A}_a \times \mathrm{C}_r \times \mathrm{V} \times 1{,}187}{\mathrm{A}_r \times m_a \times 10}$$

em que,

TSLT = teor de sesquiterpenos lactônicos totais expressos em tiglato de helenalina % (p/p);
$A_a$ = área total sob os picos correspondentes aos sesquiterpenos lactônicos que aparecem depois do pico da santonina na *Solução amostra*;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à santonina na *Solução amostra*;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
$C_r$ = concentração da santonina na *Solução de padrão interno* em mg/mL, considerando a pureza da substância de referência;
V = volume em mililitros da *Solução de padrão interno* utilizado na *Solução amostra*;
1,187 = fator de correção entre o tiglato de diidrohelenalina e a santonina.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado, ao abrigo da luz e do calor.

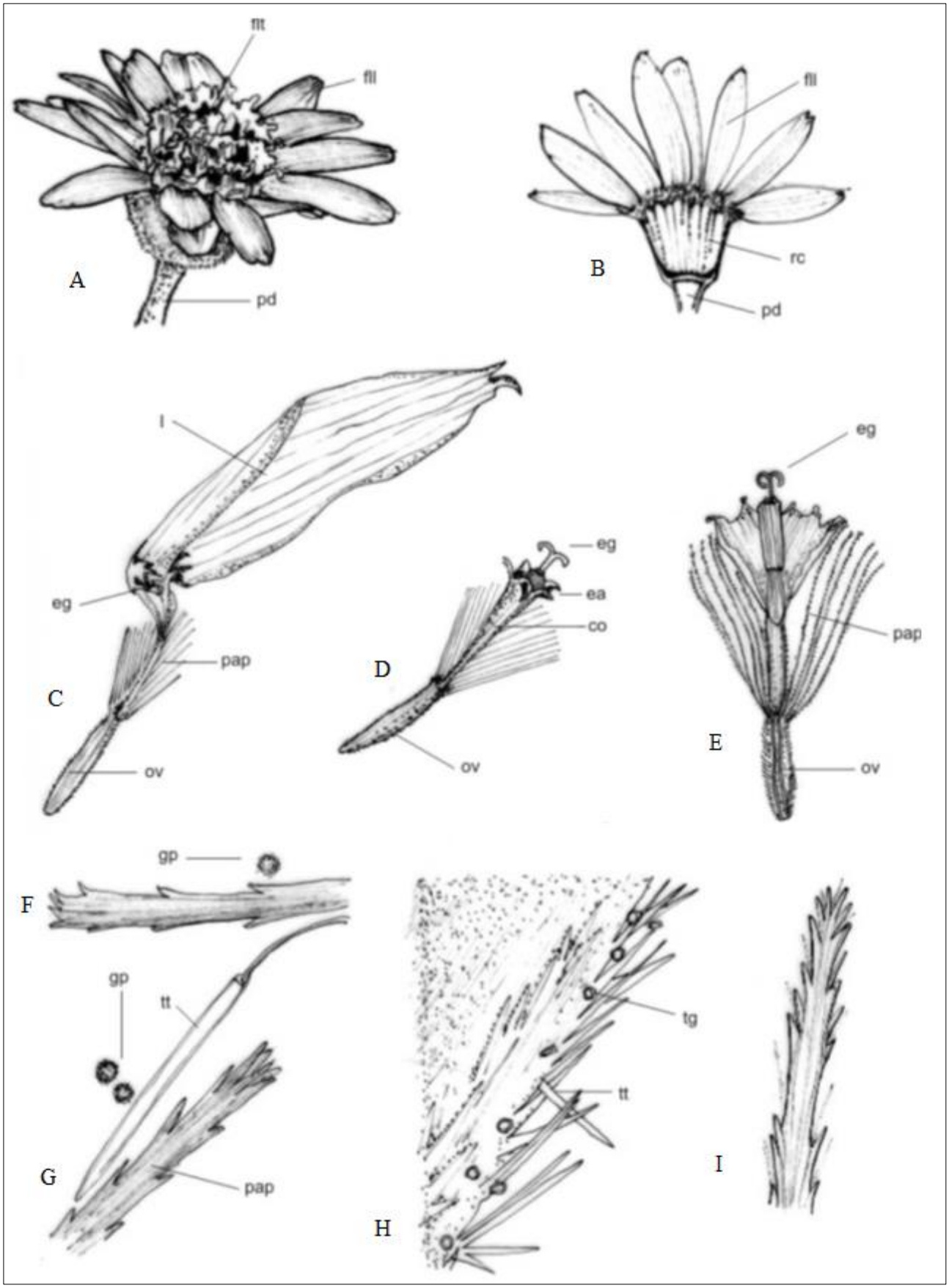


**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Arnica montana* L.**

**A.** capítulo floral; flor tubular (flt); flor ligulada (fll); pedúnculo (pd). **B.** capítulo floral com flores tubulosas retiradas, para observação do receptáculo; flor ligulada (fll); receptáculo (rc); pedúnculo (pd). **C.** flor ligulada; ovário (ov); papus (pap); estigma bífido (eg); lígula (l). **D.** flor tubulosa; ovário (ov); estame com antera soldada (ea); estigma bífido (eg); corola (co). **E.** flor tubulosa; ovário (ov); papus (pap); estigma bífido (eg). **F.** detalhe de uma cerda do papus: grão de pólen (gp). **G.** detalhe de uma cerda do papus; grão de pólen (gp); papus (pap); tricoma tector (tt). **H.** superfície externa do ovário; tricoma glandular (tg); tricoma tector (tt). **I.** fragmento do papus.

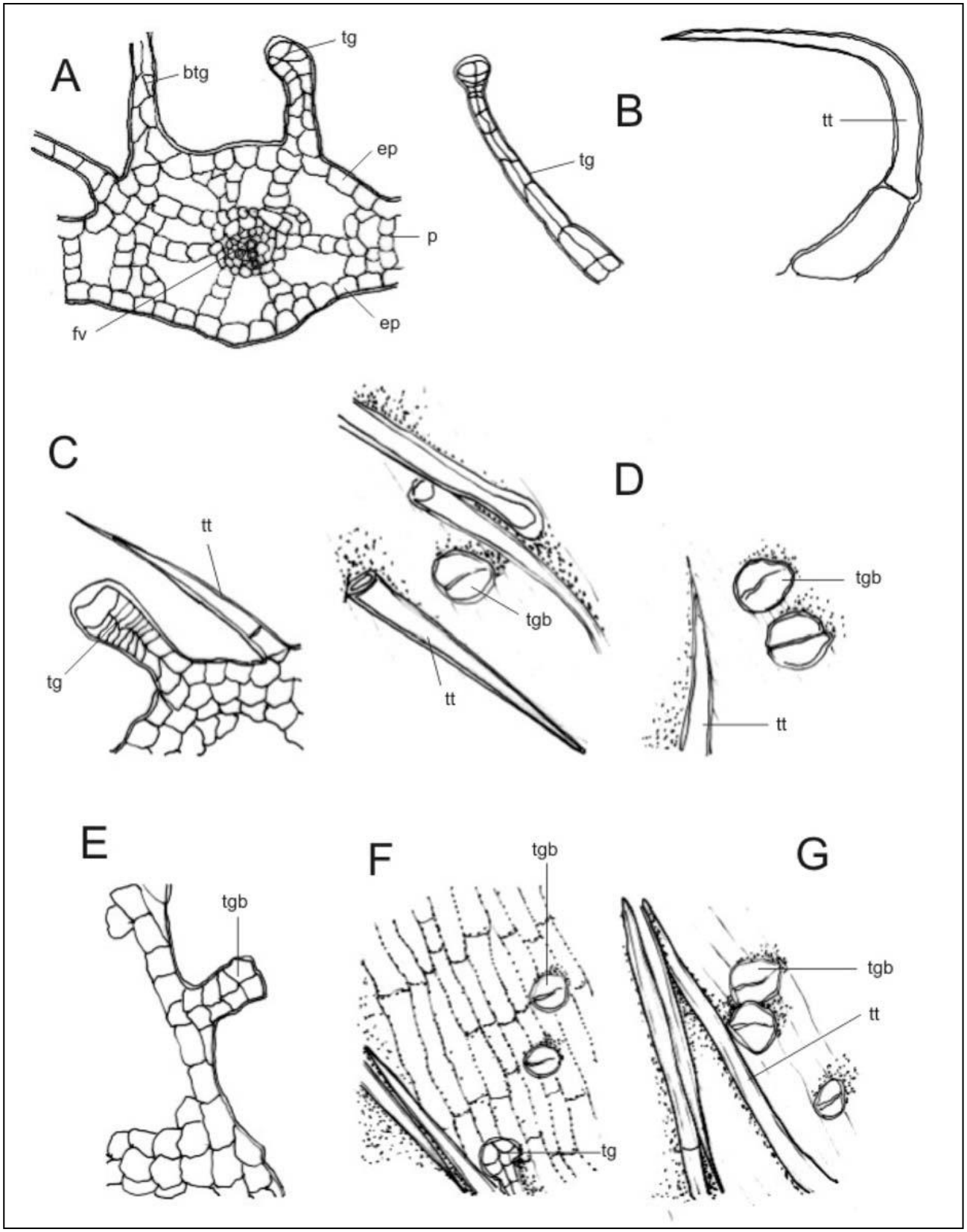



**Figura 2 – Aspectos microscópicos do pó em *Arnica montana* L.**

**A** – corte transversal da bráctea: epiderme (ep); parênquima (p); feixe vascular (fv); tricoma glandular (tg); base do tricoma glandular (btg). **B** e **C** – detalhes dos tricomas glandular e tector: tricoma glandular (tg); tricoma tector (tt). **D** – superfície externa do ovário vista de cima: tricoma glandular com cabeça bicelular (tgb), com corpo bisseriado. **E** – aspectos dos tricomas glandulares. **F** e **G** – fragmento da epiderme inferior: tricoma glandular (tg); tricoma glandular com cabeça bicelular (tgb)

# AROEIRA, casca
## *Schinus terebinthifolii cortex*

A droga vegetal consiste de cascas secas do caule de *Schinus terebinthifolia* Raddi, contendo, no mínimo, 8% de taninos totais, no mínimo, 0,20% de ácido gálico ($C_7H_6O_5$, 170,12), e, no mínimo, 0,65% de catequina ($C_{15}H_{14}O_6$, 290,27).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

As cascas caulinares secas apresentam-se em fragmentos ligeiramente curvos, rígidos e pouco quebradiços, de 10 a 15 cm de comprimento, 2 a 2,5 cm de largura e 0,2 a 0,5 cm de espessura. Externamente a casca apresenta ritidoma rugoso, marcado por fendas irregulares, de coloração pardo-acinzentada e com manchas esbranquiçadas, devido à presença de líquens. Internamente os fragmentos apresentam coloração pardo-avermelhada, de aparência resinosa e com estrias longitudinais.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal, o córtex apresenta súber composto por aproximadamente 15 camadas de células achatadas radialmente, com lenticelas visíveis, seguido pela periderme de felogênio indistinto e feloderme, em cujas células parenquimáticas corticais são visíveis várias calotas de fibras esclerenquimáticas e canais secretores. É possível observar os raios parenquimáticos atravessando toda a espessura do córtex. Ao redor dos canais secretores ocorrem células contendo grãos de amido. Em secção longitudinal radial é visível o súber com células achatadas radialmente e as células do parênquima cortical com formatos irregulares e fibras esclerenquimáticas presentes. Faixas de células parenquimáticas se alternam com faixas floemáticas, essas com fibras abundantes, que dificultam a visualização das células do floema. Os raios são heterocelulares, constituídos por células parenquimáticas procumbentes, que são alongadas no sentido radial, e células eretas, essas localizadas nas margens superior e inferior do raio. As células das faixas parenquimáticas mostram-se em sua maioria alongadas longitudinalmente e algumas são arredondadas. No floema é possível observar células parenquimáticas contendo cristais prismáticos. Em secção longitudinal tangencial os raios são bisseriados e os canais secretores são ramificados.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanha; presença de células pétreas; presença de fragmentos de súber; cristais prismáticos e fragmentos de parênquima.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$, com espessura de 250 µm.

*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico e água (90:5:5).

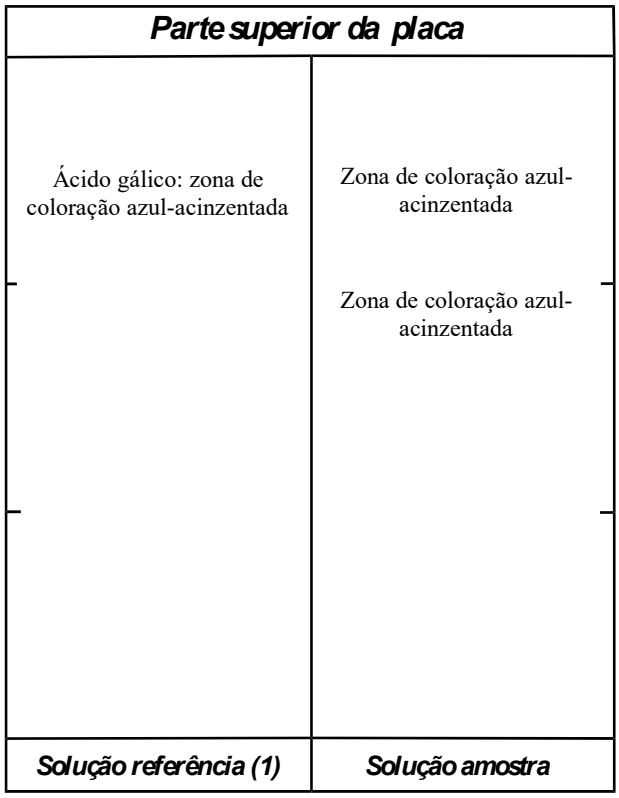
*Solução amostra*: pesar 1 g da droga pulverizada e colocar em balão de fundo redondo adicionando 10 mL de álcool metílico. Aquecer, sob refluxo, durante 10 minutos. Filtrar em algodão.

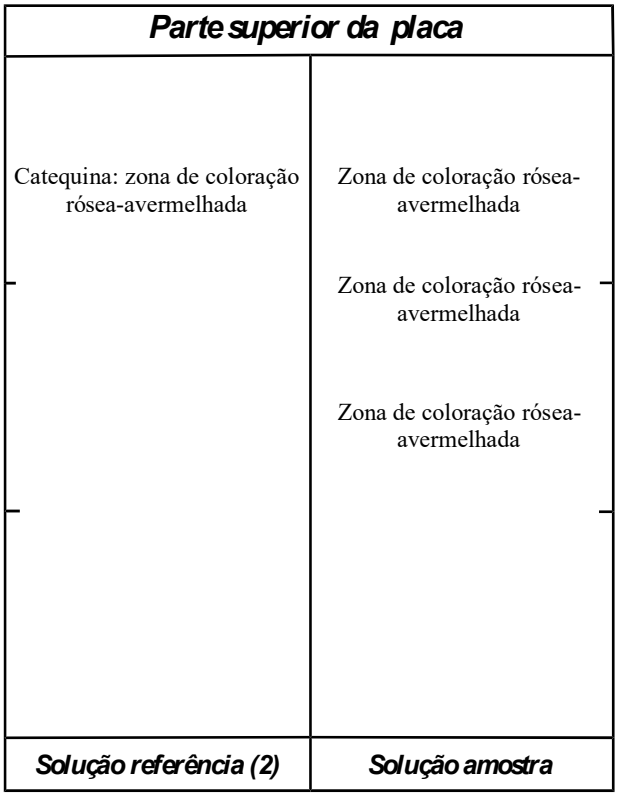
*Solução referência (1)*: pesar cerca de 1 mg de ácido gálico e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Solução referência (2)*: pesar cerca de 1 mg de catequina e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência (1)*. Em outra cromatoplaca, aplicar, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver os cromatogramas. Remover as cromatoplacas e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa contendo a *Solução referência (1)* com cloreto férrico a 1% (p/v); e, a placa contendo a *Solução referência (2)*, com vanilina a 1% (p/v) em álcool etílico e, em seguida, nebulizar com ácido clorídrico.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução amostra*, a *Solução referência (1)* e a *Solução referência (2)*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.






TESTES

**Perda por dessecação (5.2.9.1)**. *Método gravimétrico*. No máximo 11,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 1,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 9,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 8,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Taninos totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,750 g da droga pulverizada e transferir para um balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água destilada e aquecer em banho-maria durante 30 minutos, à temperatura entre 85 °C e 90 °C. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o balão de fundo redondo

transferindo as águas de lavagem com todo conteúdo da droga vegetal para o balão volumétrico. Completar o volume com água destilada. Deixar decantar e filtrar em papel de filtro o líquido sobrenadante. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir, volumetricamente, 5 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_1$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*: a 10 mL da *Solução estoque*, adicionar 0,1 g de pó de pele e agitar mecanicamente em erlenmeyer de 125 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Transferir, volumetricamente, 5 mL desse filtrado para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_2$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, em água, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol, transferir para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_3$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de taninos expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{(A_1 - A_2) \times m_2 \times 62{,}5}{A_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;
$A_3$ = absorvância medida para a *Solução referência*;
$m_1$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
$m_2$ = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

**Ácido gálico e catequina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 280 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura de 24 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

*Eluente (A)*: ácido trifluoracético a 0,05% (v/v).

*Eluente (B)*: ácido trifluoracético a 0,05% em álcool metílico (v/v).

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0-10 | 90 → 75 | 10 → 25 | gradiente linear |
| 10-20 | 75 → 60 | 25 → 40 | gradiente linear |
| 20-25 | 60 → 25 | 40 → 75 | gradiente linear |
| 25-28 | 25 → 90 | 75 → 10 | gradiente linear |
| 28-30 | 90 | 10 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,750 g da droga pulverizada e transferir para um balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água. Aquecer em banho-maria durante 30 minutos, à temperatura de 85 °C a 90 °C. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o balão de fundo redondo e transferir as águas de lavagem com todo conteúdo da droga vegetal para o balão volumétrico. Completar o volume com água. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado. Filtrar em unidade filtrante 0,45 µm.

*Solução referência (1)*: dissolver quantidade, pesada com exatidão, de ácido gálico em água, para obter solução a 6,48 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (2)*: dissolver quantidade, pesada com exatidão, de catequina em água, para obter solução a 18 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência (1)*, 20 µL da *Solução referência (2)* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção do ácido gálico e catequina na amostra é de aproximadamente 9,9 e 17,7 minutos, respectivamente. Calcular os teores de ácido gálico e de catequina, em porcentagem, separadamente, segundo a expressão:

$$\mathrm{TC} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a \times 250 \times 100}{\mathrm{A}_r \times m}$$

em que,

TC = teor de ácido gálico ou de catequina % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência (1)* ou *(2)* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao ácido gálico ou à catequina na *Solução referência (1)* ou *(2)*, respectivamente;
$A_a$ = área sob o pico correspondente ao ácido gálico ou à catequina na *Solução amostra*;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
250 = fator de diluição.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

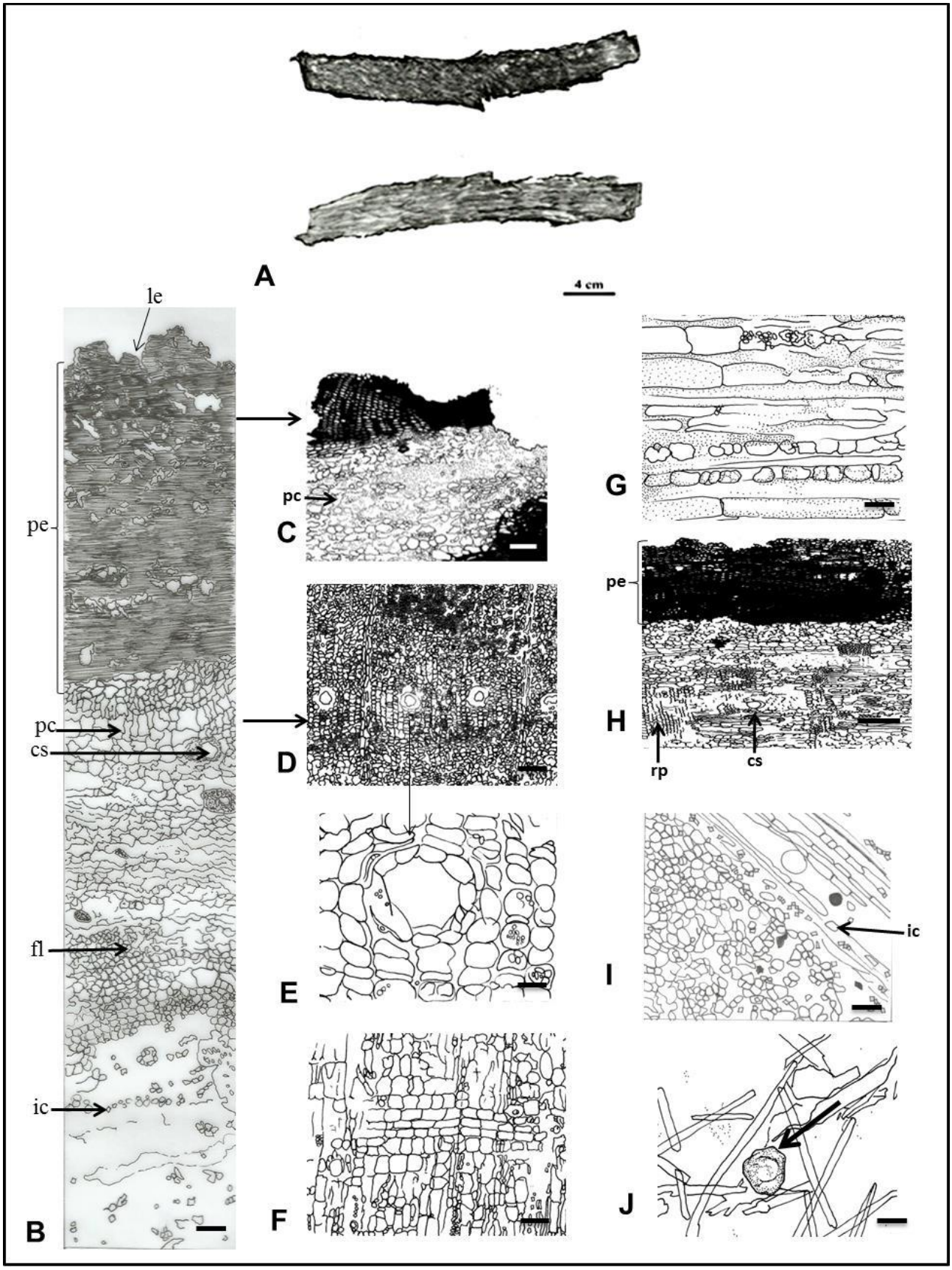



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Schinus terebinthifolia* Raddi**

As escalas correspondem em **A** a 4 cm; B a 25 µm, C e J a 100 µm; D, F, G e I a 200 µm; e E e H a 50 µm.

**A** - aspecto geral da casca do caule, em vista frontal e interna, respectivamente. **B** - detalhe da distribuição dos tecidos da casca do caule, em secção transversal: lenticela (le); periderme (pe); célula do parênquima cortical (pc); canal secretor (cs); floema (fl); idioblasto cristalífero (ic). **C** - detalhe de secção transversal da casca, mostrando periderme; parênquima

cortical (pc). **D** - detalhe de secção transversal da casca, mostrando floema, faixa de parênquima cortical, raios parenquimáticos e canal secretor. **E** - detalhe de secção transversal da casca, mostrando um canal secretor na região cortical. **F** - detalhe de secção longitudinal da casca, com faixas de parênquima cortical e de floema com fibras abundantes. **G** - detalhe de secção longitudinal da casca, com faixas parenquimáticas mostrando células alongadas e algumas arredondadas. **H** - detalhe de secção longitudinal radial da casca mostrando a periderme (pe), canal secretor (cs) e as células parenquimáticas dos raios (rp). **I** - detalhe de secção longitudinal radial da casca com cristais prismáticos em células do floema; idioblasto cristalífero (ic). **J** - célula pétrea (seta).

# BABOSA, folha
## *Aloe vera folium*

A droga vegetal consiste do gel incolor, mucilaginoso, obtido das células parenquimáticas de folhas frescas de *Aloe vera* (L.) Burm. f. contendo, no mínimo, 0,3% de carboidratos totais.

CARACTERÍSTICAS

A droga é incolor e inodora.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas suculentas, lanceoladas, agudas, verde-glaucas, com manchas esbranquiçadas quando jovens, medindo de 15 a 60 cm de comprimento e cerca de 7 cm de largura na base na face adaxial e 10 cm na face abaxial, quando adultas. A face adaxial, vista em secção transversal, é côncava e a face abaxial convexa. Os bordos foliares são dentado-espinhosos, apresentando acúleos esbranquiçados pequenos, perpendiculares à lâmina.

**B.** Descrição microscópica

A folha, em secção transversal, mostra estrutura isobilateral e é anfiestomática, com estômatos numerosos, do tipo tetracítico. Apresenta uma única camada epidérmica, recoberta por espessa cutícula ondulada. A secção transversal da lâmina foliar mostra duas zonas distintas, a mais externa verde, correspondente ao clorênquima e a mais interna incolor e mucilaginosa, correspondente ao parênquima aquífero. Abaixo da epiderme pode ocorrer uma primeira camada distinta de células clorenquimáticas, em paliçada, seguida de 10 a 18 camadas de células clorenquimáticas, ricas em amido, além de idioblastos contendo feixes de ráfides de oxalato de cálcio. Na zona de contato entre o clorênquima e o parênquima aquífero ocorrem feixes vasculares do tipo colateral, em linha paralela à epiderme, alternados com três a cinco células de clorênquima. A porção superior de cada feixe encontra-se em contato com o clorênquima e as porções mediana e inferior penetram no parênquima aquífero. Os feixes vasculares são envolvidos por uma bainha parenquimática contendo amido. Internamente a essa camada e próximo ao floema, encontra-se um agrupamento de três a cinco células muito grandes, além de outras menores, poliédricas, um pouco alongadas em direção ao eixo da folha, e de paredes finas, chamadas células aloéticas, repletas de látex amarelo, viscoso, denominado de líquido aloético ou suco de aloe. No momento em que a folha é seccionada transversalmente há o extravasamento do líquido aloético proveniente de cada feixe. O floema é externo e pouco desenvolvido, e o xilema é formado por dois a quatro elementos traqueais com algumas fibras. O parênquima aquífero ocupa geralmente 75% da espessura da lâmina, sendo formado por células muito grandes em relação às do clorênquima, incolores, de paredes finas, cheias de mucilagem, dispostas perpendicularmente à epiderme. Idioblastos contendo ráfides de oxalato de cálcio também ocorrem nesse parênquima.

**C.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

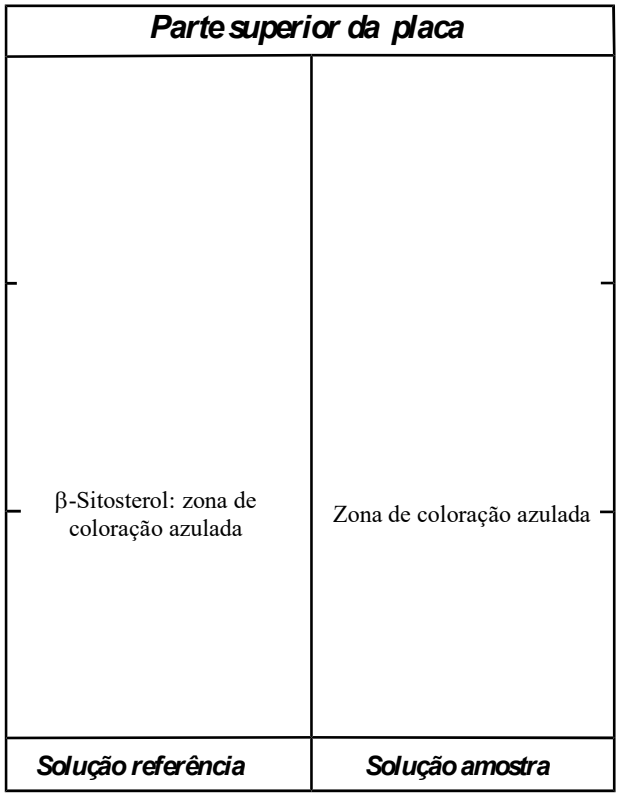
*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (90:10).

*Solução amostra*: transferir 2 mL de gel líquido de aloe para balão volumétrico de 5 mL, completar o volume com álcool metílico e aquecer em banho-maria a 60 °C sob agitação durante 10 minutos.

*Solução referência*: dissolver 2 mg de β-sitosterol em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de barra, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência.* Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com anisaldeído SR e aquecer em estufa entre 100 °C e 105 °C, durante 5 a 10 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Carboidratos totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque:* transferir 3 mL de gel líquido de aloe para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água. Homogeneizar por turbolização durante cinco minutos.

*Solução amostra*: transferir 0,2 mL da *Solução estoque* para tubo de ensaio, completar o volume para 0,5 mL com água e deixar em banho de gelo. Adicionar 0,5 mL de solução de fenol a 5% (p/v) e 2 mL de ácido sulfúrico concentrado. Agitar bem e deixar em repouso, à temperatura ambiente, por 30 minutos.

*Solução branco*: transferir 0,5 mL de água para tubo de ensaio e deixar em banho de gelo. Adicionar 0,5 mL de solução de fenol a 5% (p/v) e 2 mL de ácido sulfúrico concentrado. Agitar bem e deixar em repouso, à temperatura ambiente, por 30 minutos.

*Soluções para curva analítica:* preparar solução de glicose a 0,2 mg/mL. Transferir alíquotas de 25 µL, 50 µL, 100 µL, 150 µL, 200 µL e 250 µL dessa solução para tubos de ensaio e completar o volume para 0,5 mL com água, obtendo-se as concentrações de 10 µg/mL, 20 µg/mL, 40 µg/mL, 60 µg/mL, 80 µg/mL e 100 µg/mL, e deixar em banho de gelo. Adicionar 0,5 mL de solução de fenol a 5% (p/v) e 2 mL de ácido sulfúrico concentrado. Agitar bem e deixar em repouso, à temperatura ambiente, por 30 minutos.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* e das *Soluções para curva analítica* em 490 nm, 30 minutos após o seu preparo, utilizando a *Solução branco* para o ajuste do zero. Calcular o teor de carboidratos totais da amostra a partir da curva analítica obtida com as *Soluções para curva analítica*. O resultado é expresso em porcentagem de carboidratos totais, expressos como glicose, por 100 mL de droga.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

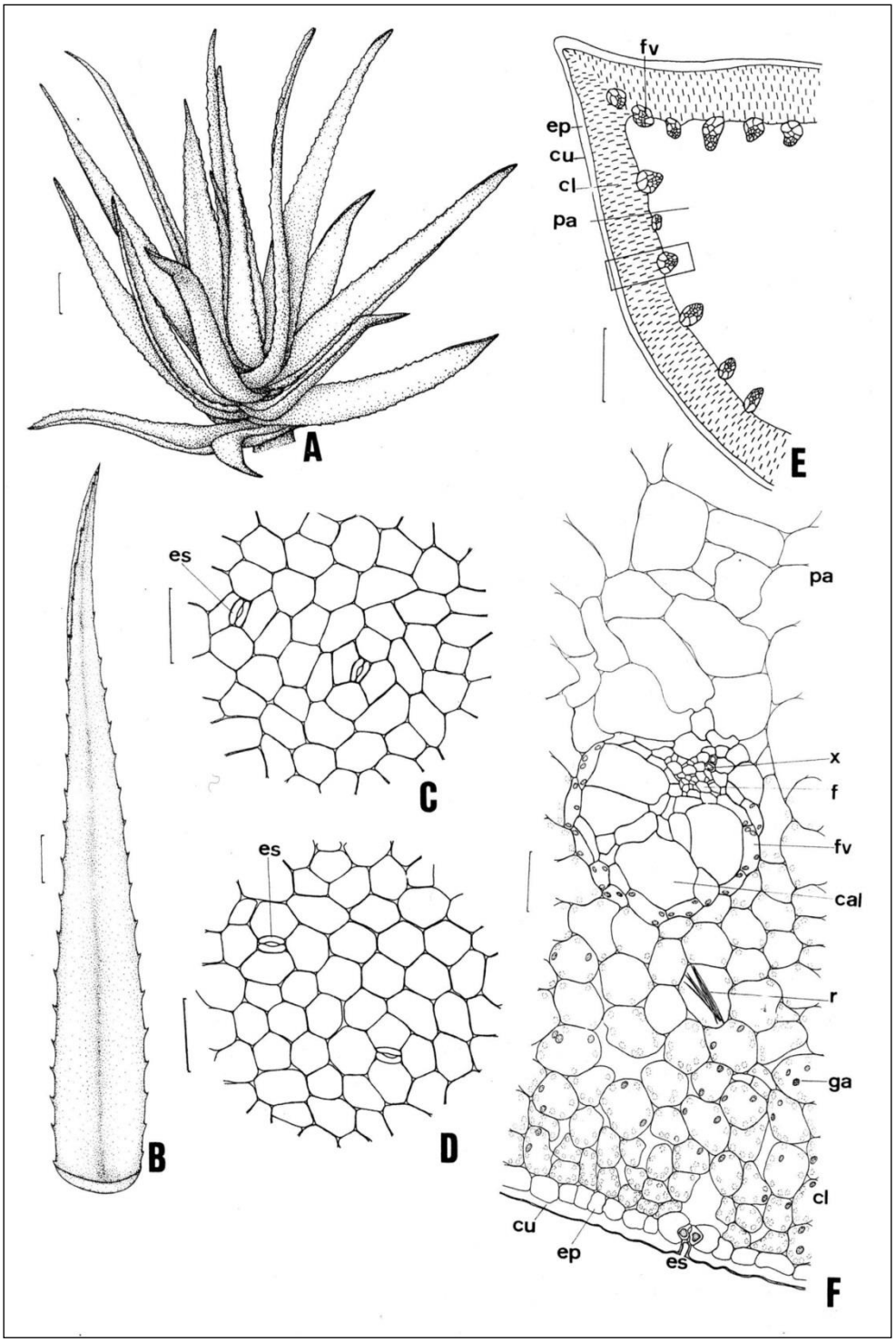



**Figura 1 - Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Aloe vera* (L.) Burm. f.**

As escalas correspondem em **A** a 6 cm, em **B** a 2 cm; em **C**, **D** e **F** a 100 μm e em **E** 1 mm.
A - aspecto geral da planta sem a inflorescência. B - aspecto geral de uma folha. C - vista frontal da epiderme voltada para a face adaxial; estômatos (es). D - vista frontal da epiderme voltada para a face abaxial; estômatos (es). E - aspecto geral da folha em secção transversal; clorênquima (cl); cutícula (cu); epiderme (ep); parênquima aqüífero (pa); feixe vascular (fv). F - detalhe da porção assinalada em E; célula aloética (cal); clorênquima (cl); cutícula (cu); epiderme (ep); estômato (es); floema (f); feixe vascular (fv); grão de amido (ga); parênquima aquífero (pa); ráfides (r); xilema (x)

# BÁLSAMO-DE-TOLU
## *Balsamum tolutanum*

O bálsamo-de-tolu consiste de oleorresina obtido do tronco de *Myroxylon balsamum* (L.) Harms var. *balsamum*. Contém, no mínimo, 25% e, no máximo, 50% de ácidos livres ou combinados, expressos em ácido cinâmico ($C_9H_8O_2$, M 148,16).

CARACTERÍSTICAS

Massa acastanhada a castanho-avermelhada, dura, friável e cujos fragmentos finos apresentam cor amarelo-acastanhada por transparência. Odor semelhante ao da baunilha.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

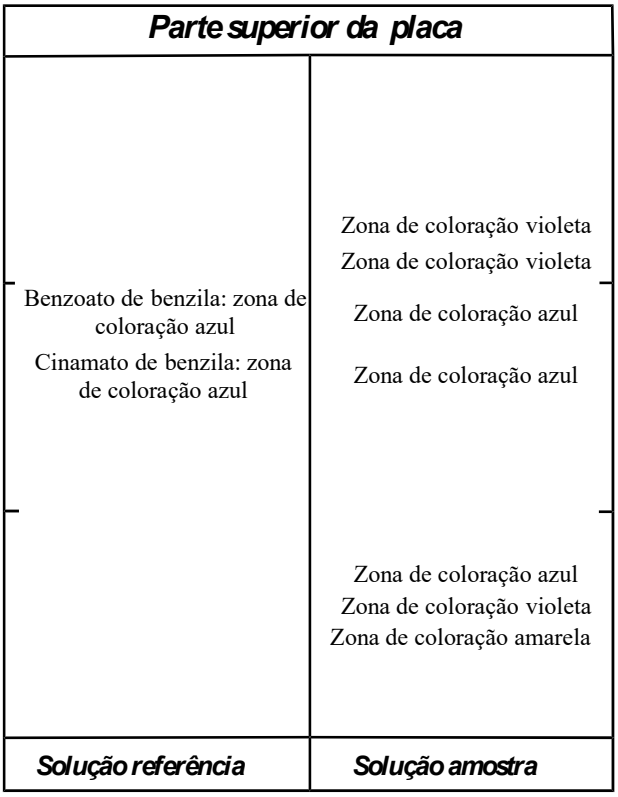
*Fase móvel*: tolueno e éter de petróleo (95:5).

*Solução amostra*: agitar 0,4 g da amostra fragmentada com 10 mL de cloreto de metileno durante cinco minutos. Filtrar em papel de filtro pregueado.

*Solução referência*: dissolver 50 mg de cinamato de benzila em 1 mL de cloreto de metileno, adicionar 50 µL de benzoato de benzila, completar o volume para 10 mL com cloreto de metileno e homogeneizar.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. A seguir, nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR e aquecer em estufa entre 100 ºC e 105 ºC, durante cinco minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Solubilidade.** Praticamente insolúvel em água e éter de petróleo, muito solúvel em álcool etílico, solúvel em acetona e clorofórmio.

**Índice de acidez (5.2.29.7).** 100 a 160. Dissolver 1 g da amostra fragmentada em 50 mL de álcool etílico neutralizado. Adicionar 1 mL de fenolftaleína SI e titular com hidróxido de potássio etílico 0,5 *M* SV.

**Índice de saponificação (5.2.29.8).** 154 a 220.

**Limite de substâncias insolúveis em álcool.** No máximo, 5,0%. Aquecer à ebulição 2 g da amostra fragmentada com 25 mL de álcool etílico a 90% (v/v). Filtrar em filtro de vidro poroso, previamente tarado. Lavar o recipiente e o resíduo contido no funil com álcool etílico a 90% (v/v) a quente, até a extração completa. Aquecer o funil de vidro e o seu conteúdo em estufa a 105 ºC, durante duas horas. Resfriar em dessecador e pesar.

**Colofônia.** Triturar 1 g da amostra com 10 mL de éter de petróleo durante um a dois minutos. Filtrar para tubo de ensaio e adicionar 10 mL de solução de acetato de cobre a 0,5% (p/v) recentemente preparada. Agitar, energicamente, e deixar separar as fases. A camada etérea não deve apresentar coloração verde.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 5,0%. Espalhar 2 g da amostra fragmentada na superfície de um cristalizador plano de 9 cm de diâmetro e deixar secar à pressão reduzida, durante quatro horas.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 0,3%.

DOSEAMENTO

**Ácidos livres ou combinados expressos em ácido cinâmico**

Aquecer, sob refluxo, em banho-maria, 1,5 g da amostra com 25 mL de hidróxido de potássio 0,5 *M* em álcool etílico SV, durante uma hora. Evaporar o álcool etílico e aquecer o resíduo com 50 mL de água até que a solução fique homogênea. Após o resfriamento à temperatura ambiente, adicionar 80 mL de água e 50 mL da solução de sulfato de magnésio a 30 mg/mL. Misturar e deixar em repouso durante 10 minutos. Filtrar, em papel de filtro, e lavar o resíduo com 20 mL de água. Reunir o filtrado e a água de lavagem, acidificar com ácido clorídrico concentrado e extrair quatro vezes com 40 mL de éter etílico. Desprezar a fase aquosa. Reunir os extratos orgânicos e extrair duas vezes com 20 mL, cada, e três vezes com 10 mL, cada, de solução de bicarbonato de sódio a 5% (p/v). Desprezar a fase etérea. Reunir os extratos aquosos, acidificar com ácido clorídrico concentrado e extrair uma vez com 30 mL, duas vezes com 20 mL, cada, e uma vez com 10 mL de cloreto de metileno. Reunir os extratos de cloreto de metileno e dessecar com 10 g de sulfato de sódio anidro. Filtrar, em papel de filtro, e lavar o resíduo com 10 mL de cloreto de metileno. Concentrar os extratos reunidos, sob pressão reduzida, até 10 mL e eliminar o restante do cloreto de metileno, em corrente de ar, na capela. Dissolver, à quente, o resíduo com 10 mL de álcool etílico neutralizado previamente em presença de solução de vermelho de fenol SI. Após resfriamento, titular com hidróxido de sódio 0,1 *M* SV, utilizando o mesmo indicador. Cada mL de hidróxido de sódio 0,1 *M* SV equivale a 14,816 mg de ácido cinâmico ($C_9H_8O_2$).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor, não conservar na forma de pó.

# BÁLSAMO-DO-PERU
## *Balsamum peruvianum*

A droga vegetal consiste do bálsamo obtido a partir do tronco escarificado à quente de *Myroxylon balsamum* (L.) Harms var. *pereirae* (Royle) Harms, contendo, no mínimo, 45,0% e, no máximo, 70,0% de ésteres, principalmente benzoato de benzila e cinamato de benzila.

CARACTERÍSTICAS

Líquido viscoso, límpido, castanho-escuro a castanho-avermelhado. Quando examinado em camada fina apresenta cor castanho-amarelada. Possui odor característico, aromático, que lembra o da baunilha. Não se solidifica em exposição ao ar, nem por tempo prolongado ou por aquecimento, e não produz filamentos.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

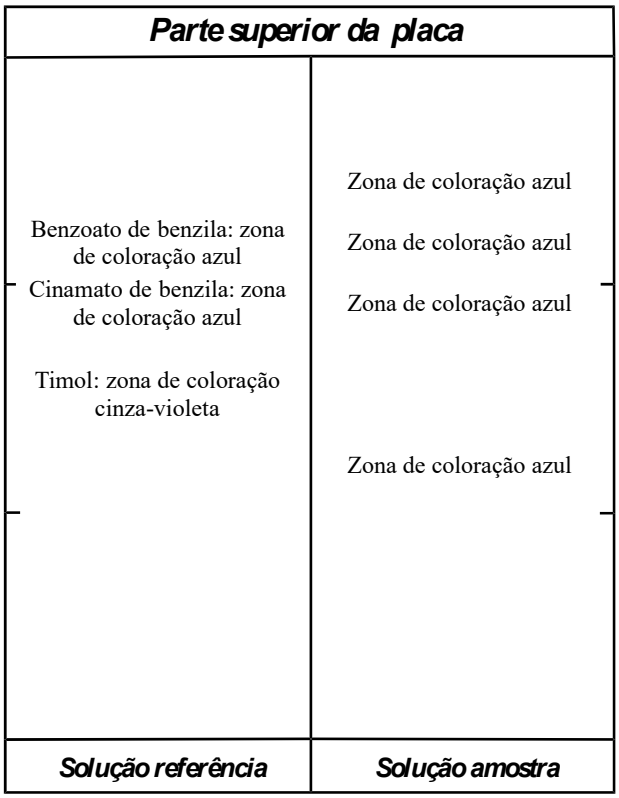
*Fase móvel*: hexano, acetato de etila e ácido acético glacial (90:10:0,5).

*Solução amostra*: dissolver 0,5 g da amostra em 10 mL de acetato de etila.

*Solução referência*: dissolver 4 mg de timol, 30 mg de cinamato de benzila e 80 µL de benzoato de benzila em 5 mL de acetato de etila.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com solução recém preparada de ácido fosfomolíbdico a 20% (p/v) em álcool etílico, utilizando 10 mL para uma placa com dimensões 20 mm × 20 mm, aquecer entre 100 °C e 105 ºC, durante cinco a 10 minutos. Examinar o cromatograma à luz do dia. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Solubilidade.** Praticamente insolúvel em água, muito solúvel em álcool etílico, solúvel em clorofórmio e ácido acético, pouco solúvel em éter etílico e éter de petróleo, imiscível nos óleos graxos, exceto em óleo de rícino.

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,14 a 1,17.

**Índice de acidez (5.2.29.7).** 56 a 84. Dissolver 1 g da amostra em 100 mL de álcool etílico neutralizado, adicionar 1 mL de fenolftaleína SI e titular com hidróxido de potássio 0,5 *M* em álcool etílico SV.

**Índice de saponificação (5.2.29.8).** 230 a 255. Determinar no resíduo obtido em *Doseamento*.

**Bálsamos artificiais.** Agitar, vigorosamente, 0,2 g da amostra com 6 mL de éter de petróleo. A solução de éter de petróleo deverá permanecer transparente e incolor e todas as partes insolúveis do bálsamo estarão aderidas nas paredes do tubo de ensaio.

**Terebintina.** Evaporar 4 mL da solução obtida em *Bálsamos artificiais*. O resíduo não apresenta odor de terebintina.

**Óleos graxos.** Agitar 1 g da amostra com 3 mL de uma solução de hidrato de cloral a 1000 g/L. A solução obtida é transparente assim como a solução de hidrato de cloral a 1000 g/L.

DOSEAMENTO

**Ésteres**

Em funil de separação, adicionar 2,5 g da amostra, 7,5 mL de solução de hidróxido de sódio a 8,5% (p/v) e 40 mL de éter etílico isento de peróxidos. Agitar, vigorosamente, durante 10 minutos. Separar a fase etérea e agitar a fase básica por um minuto com três porções de 15 mL de éter etílico isento de peróxidos. Reunir as fases etéreas, dessecar com 10 g de sulfato de sódio anidro e filtrar. Lavar o resíduo de sulfato de sódio duas vezes com 10 mL de éter etílico isento de peróxidos. Reunir as fases etéreas e evaporar à secura. Dessecar o resíduo (ésteres) entre 100 °C e 105 ºC, durante 30 minutos, resfriar em dessecador e pesar.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# BARBATIMÃO, casca
## *Barbadetimani cortex*

A droga vegetal consiste de cascas caulinares secas de *Stryphnodendron adstringens* (Mart.) Coville [syn. *Stryphnodendron barbatimam* (Vell.) Mart.], contendo, no mínimo, 8% de taninos totais, expressos em pirogalol ($C_6H_6O_3$; 126,11), dos quais, no mínimo, 0,2 mg/g equivalem a ácido gálico ($C_7H_6O_5$; 170,12) e 0,3 mg/g correspondem a galocatequina ($C_{15}H_{14}O_7$; 306,27), em relação à droga seca. Entende-se por casca do caule todos os tecidos situados externamente ao câmbio vascular desse órgão.

CARACTERÍSTICAS

Cascas secas inodoras.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

As cascas caulinares, quando secas, apresentam-se em fragmentos arqueados, com dimensões e formatos muito variados. Em secção transversal apresentam, em média, 6 mm de espessura quando secas, e 10 mm a 12 mm de espessura quando hidratadas, tendo a região floemática, mais interna, coloração marrom mais clara, quando comparada à região do súber, mais externa e de intensa coloração marrom-avermelhada. Nos caules jovens o súber apresenta-se, em vista frontal, de coloração escura e aspecto granuloso, homogêneo, portando fissuras estreitas e profundas no sentido transversal. Nas porções caulinares mais velhas, apresenta coloração marrom-escura ou marrom-acinzentada, quando da presença de líquens, sempre com profundas fendas, predominantes no sentido transversal, ou com cinturas consecutivas, desprendendo-se em placas de dimensões e formatos variados, irregulares, deixando depressões profundas no local. A fratura da casca é do tipo granulosa em relação à região do súber e fibrosa, estriada longitudinalmente na região floemática.

**B.** Descrição microscópica

A porção externa da casca apresenta súber com 20 a 30 estratos de células tabulares enfileirados radialmente, com paredes delgadas e conteúdo marrom, seguidos por muitos estratos de células parenquimáticas de formato isodiamétrico ou pouco alongado periclinalmente, também com paredes delgadas. A maioria dessas células possui conteúdo marrom-avermelhado, que não se descora facilmente com hipoclorito de sódio a 30% (p/v) e não altera a cor na presença do cloreto férrico SR. Nessa porção parenquimática ocorrem células pétreas (maioria) e macroesclereídes, posicionados em diversos planos, em grupos de vários elementos ou isolados, com paredes muito espessadas com lignina, apresentando lamelações evidentes e pontoações simples, por vezes ramificadas. Nas porções mais externas do súber, tanto as células parenquimáticas quanto os esclereídes podem ser visualizados, compactados e deformados pela ação mecânica nos tecidos internos. Na região do floema ocorrem conjuntos de poucos elementos de fibras gelatinosas, relativamente estreitas, sempre com idioblastos adjuntos, contendo um grande cristal de oxalato de cálcio, prismático, com variado número de lados, inteiro ou superficialmente erodido. Os conjuntos de fibras, quando observados em secções longitudinais, acompanham os raios parenquimáticos do floema, os quais são, em geral, unisseriados, mas tornam-se bi-multisseriados nas porções mais externas. Os elementos de tubo crivado apresentam placas crivadas compostas, estando colapsados nas regiões mais externas do floema. Células pétreas isoladas, semelhantes às do súber, e grãos de amido esféricos são abundantes no tecido parenquimático do floema. As células ao redor dos raios parenquimáticos reagem positivamente à presença do cloreto férrico SR, adquirindo coloração verde-escura. Ainda na região

floemática podem ser encontradas células volumosas de conteúdo hialino, dispostas em conjuntos de cinco a sete elementos.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: fragmentos do súber com células tabulares; grupos de células parenquimáticas com conteúdo marrom-avermelhado, justapostas com células pétreas ou macroesclereídes, em grupos ou isolados, de paredes fortemente lignificadas, com pontoações simples, por vezes ramificadas; conjuntos de fibras com idioblastos cristalíferos adjuntos, delimitando fragmentos de raios parenquimáticos do floema; células parenquimáticas com grãos de amido esféricos.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico e água (75:5:5).

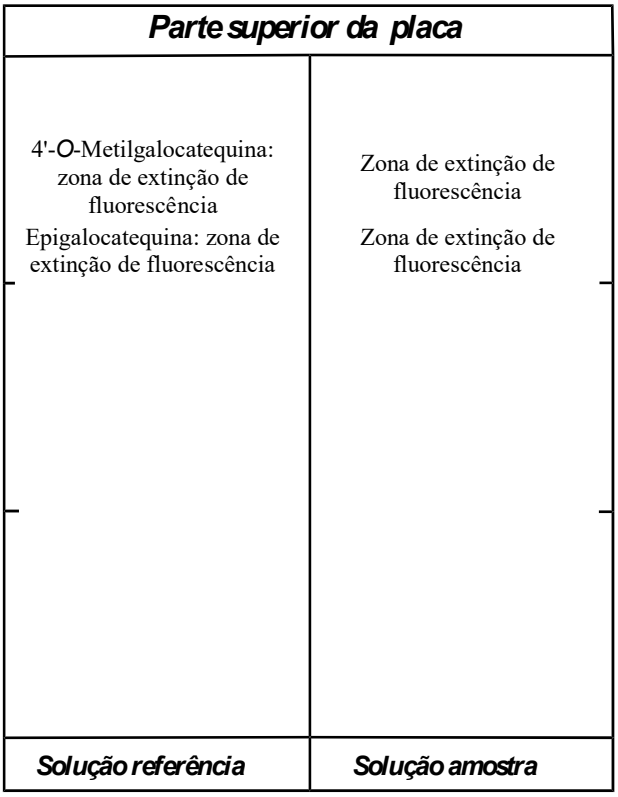
*Solução amostra*: extrair, por turbólise, cerca de 10 g da droga vegetal pulverizada, pesada com exatidão, em 90 mL de mistura acetona e água (7:3) durante 15 minutos, com intervalos de cinco minutos para que a temperatura não exceda 40 °C. Filtrar, eliminar a acetona em rotaevaporador sob pressão reduzida. Extrair a fase aquosa resultante com três porções de 20 mL de acetato de etila em funil de separação (125 mL). Deixar em repouso à temperatura de -18 °C durante 15 minutos, para total separação das fases. Reunir e filtrar as frações orgânicas com 5 g de sulfato de sódio anidro. Evaporar a fração orgânica em rotaevaporador sob pressão reduzida até resíduo, suspendendo-o em 1 mL de álcool metílico.

*Solução referência (1)*: pesar cerca de 1 mg de epigalocatequina e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Solução referência (2)*: pesar cerca de 1 mg de 4'-*O*-metilgalocatequina e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra*, 3 µL da *Solução referência (1)* e 3 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar em capela de exaustão. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. A seguir, nebulizar a placa com cloreto férrico a 1% (p/v) em álcool metílico.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 14,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 2,0%.

**Cinzas sulfatadas (5.4.1.5.2).** No máximo 3,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Taninos totais**

***Nota:*** *proteger as amostras da luz durante a extração e a diluição. Utilizar água isenta de dióxido de carbono em todas as operações.*

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque:* pesar, com exatidão, cerca de 0,750 g da droga pulverizada (250 μm) **(5.2.11)** e transferir para um erlenmeyer de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água. Aquecer em banho-maria durante 30 minutos, à temperatura de 60 °C. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o erlenmeyer e transferir as águas de lavagem com todo conteúdo de droga vegetal para o mesmo balão volumétrico. Completar o volume com água e homogeneizar. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir, volumetricamente, 5 mL do filtrado para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_1$), após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*: a 10 mL do filtrado adicionar 0,1 g de pó de pele SQR e agitar, mecanicamente, em erlenmeyer de 125 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Transferir, volumetricamente, 5 mL desse filtrado para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_2$), após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, em água, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol, transferir, quantitativamente, para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_3$), após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero. Calcular o teor de taninos, expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{(A_1 - A_2) \times m_2 \times 62{,}5}{A_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;
$A_3$ = absorvância medida para a *Solução referência*;
$m_1$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado;
$m_2$ = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

**Ácido gálico e galocatequina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta ajustado em comprimento de onda de 210 nm; pré-coluna empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 μm); fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

*Eluente (A)*: ácido trifluoracético a 0,05% (v/v) em água.

*Eluente (B)*: ácido trifluoracético a 0,05% (v/v) em acetonitrila.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 10 | 95 → 80,7 | 5 → 19,3 | gradiente linear |
| 10 - 13,5 | 80,7 → 75 | 19,3 → 25 | gradiente linear |
| 13,5 - 23 | 75 → 62 | 25 → 38 | gradiente linear |
| 23 - 25 | 62 → 25 | 38 → 75 | gradiente linear |
| 25 - 28 | 25 →95 | 75 → 5 | gradiente linear |
| 28 - 32 | 95 | 5 | isocrática |

*Solução amostra:* extrair, por turbólise, 10 g da droga vegetal pulverizada (250 µm) **(5.2.11)** em 90 mL da mistura acetona e água (7:3) durante 15 minutos, com intervalos de cinco minutos para que a temperatura não exceda a 40 °C. Filtrar em algodão e eliminar a acetona em rotaevaporador sob pressão reduzida. Extrair a fase aquosa resultante com três porções de 20 mL de acetato de etila em funil de separação (125 mL). Deixar em repouso em temperatura de -18 °C durante 15 minutos, para total separação das fases. Reunir as fases orgânicas e filtrar em papel de filtro com 5 g de sulfato de sódio anidro. Evaporar a fração orgânica obtida em rotaevaporador sob pressão reduzida até resíduo. Suspender o resíduo com 5 mL da mistura álcool metílico e água (2:8). Extrair em cartucho de extração em fase sólida, empacotado com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (55 mm, 70 Å), previamente acondicionado com 10 mL da mistura de álcool metílico e água (2:8), em balão volumétrico de 100 mL. Eluir, em seguida, 10 mL da mistura álcool metílico e água (2:8) para o mesmo balão e completar o volume ($S_1$) com a mistura álcool metílico e água (2:8). Transferir volumetricamente 5 mL da $S_1$ para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com a mistura álcool metílico e água (1:1) e homogeneizar ($S_2$). Filtrar a solução $S_2$ em unidade filtrante 0,45 µm.

*Solução referência (1)*: dissolver quantidade exatamente pesada de galocatequina SQR em mistura de álcool metílico e água (1:1), para obter solução a 0,152 mg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (2)*: dissolver quantidade exatamente pesada de ácido gálico SQR em mistura de álcool metílico e água (1:1), para obter solução a 0,100 mg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Soluções para curva analítica (1)*: diluir uma alíquota de 600 µL da *Solução referência (1)* em balão volumétrico de 5 mL, com a mistura álcool metílico e água (1:1). Proceder a diluições para obter concentrações de 1,14 µg/mL, 2,28 µg/mL, 4,56 µg/mL, 9,12 µg/mL e 18,24 µg/mL.

*Soluções para curva analítica (2)*: diluir uma alíquota de 800 µL da *Solução referência (2)* em balão volumétrico de 5 mL, com a mistura álcool metílico e água (1:1). Proceder a diluições para obter concentrações de 2 µg/mL, 4 µg/mL, 8 µg/mL, 14 µg/mL e 16 µg/mL.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL das *Soluções para curva analítica (1)*, 20 µL das *Soluções para curva analítica (2)* e 20 µL da *Solução amostra.* Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção relativo para ácido gálico e galocatequina é cerca de 8,4 e 10,8 minutos, respectivamente. Calcular os teores de ácido gálico e de galocatequina, em mg/g, segundo a expressão:

$$T = \frac{C \times 500}{m_a \times 1000}$$

em que,

T = teor de ácido gálico ou de galocatequina em mg/g;
C = concentração de ácido gálico ou de galocatequina em µg/mL em $S_2$, determinada a partir das equações das retas obtidas, considerando a pureza da substância de referência;
500 = fator de diluição;
1000 = valor de conversão de µg para mg;
$m_a$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

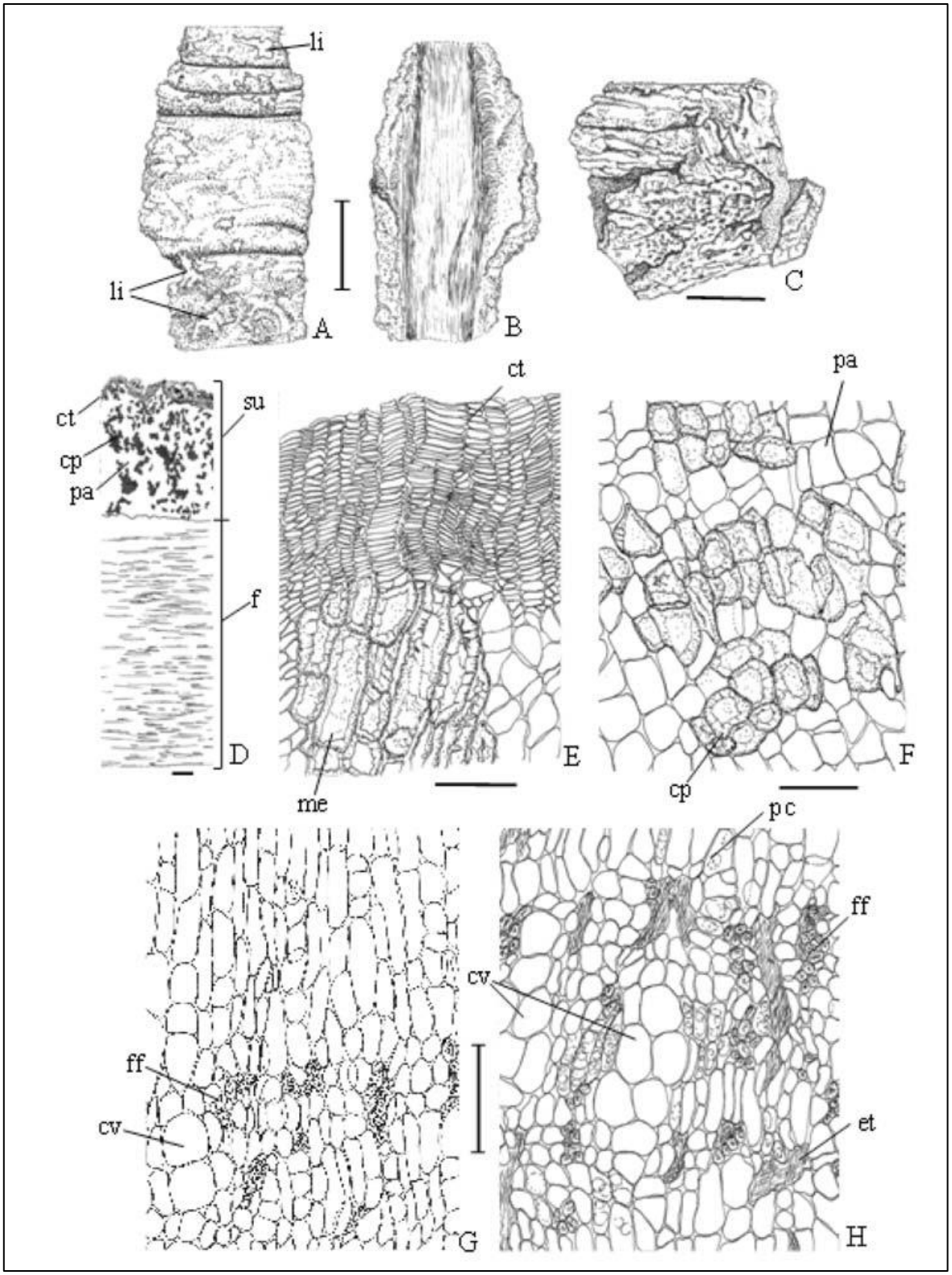



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Stryphnodendron adstringens* (Mart.) Coville**

As escalas correspondem em **A**, **B** e **C** a 1 cm; em **D** a 2 mm e em **E**, **F**, **G** e **H** a 100 µm.

**A** e **B** – aspecto parcial da superfície externa e interna da casca de ramo mais novo, respectivamente: líquens (li). **C** – aspecto parcial da superfície externa de ramo mais velho. **D** – diagrama da distribuição dos tecidos da casca: células tabulares (ct), célula pétrea (cp); parênquima (pa); súber (su); floema (f). **E** e **F** – detalhes parciais da região do súber, em secções transversais: células tabulares (ct); macroesclereídes (me); parênquima (pa); célula pétrea (cp). **G** e **H** – detalhes parciais da região do floema, em secções transversais: fibras do floema (ff); células volumosas (cv); placa crivada (pc); elemento de tubo crivado obliterado (et).

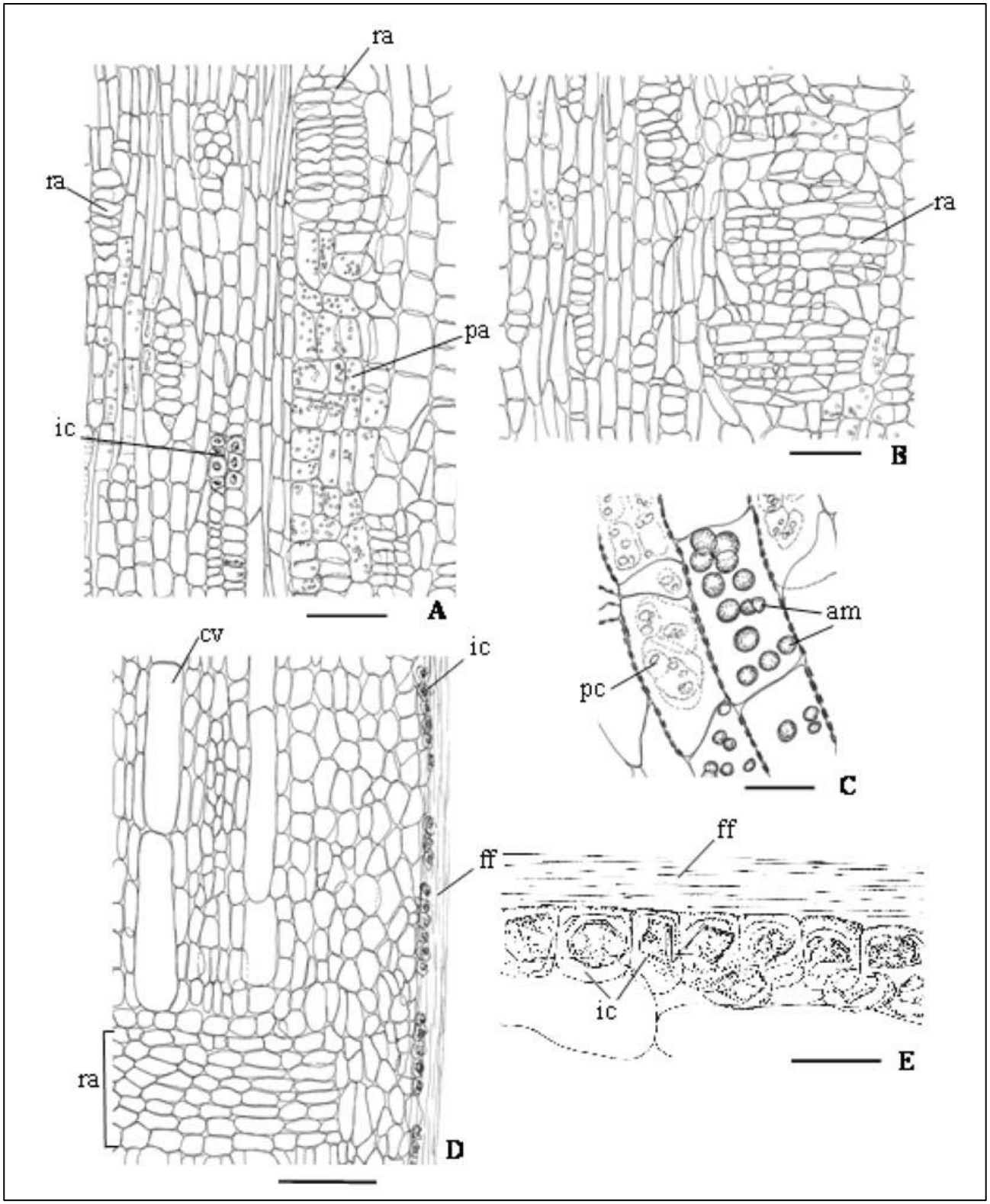



**Figura 2 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Stryphnodendron adstringens* (Mart.) Coville**

As escalas correspondem em **A**, **B** e **D** a 100 μm; em **C** e **E** a 25 μm.

**A** e **B** – detalhes parciais de floema, em secções longitudinais tangenciais: raio parenquimático (ra); célula parenquimática (pa); idioblasto cristalífero (ic). C – detalhe parcial do parênquima floemático com grãos de amido: grãos de amido (am); placa crivada (pc). **D** – detalhe parcial do floema em secção longitudinal radial: célula volumosa (cv); idioblasto cristalífero (ic); fibras do floema (ff); raio parenquimático (ra). **E** – detalhe dos idioblastos cristalíferos do floema: fibras do floema (ff); idioblasto cristalífero (ic).

# BAUNILHA, fruto
## *Vanillae fructus*

A droga vegetal consiste de frutos imaturos e secos de *Vanilla planifolia* Jacks. ex Andrews, contendo, no mínimo, 12,0% de extrato hidroalcoólico seco.

CARACTERÍSTICAS

A droga apresenta odor agradável e floral que lembra a vanilina que, no entanto, é bem mais sutil e encorpado que a substância isolada.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Os frutos são cápsulas plurispérmicas, derivadas de ovário súpero, tricarpelar e unilocular. O formato do fruto, em secção transversal, é variável em função do modo de armazenamento; o fruto não comprimido possui contorno triangular, em secção transversal, é castanho escuro, apresenta estrias longitudinais, é flexível e mede de 20 a 25 cm de comprimento e 1 a 1,5 cm de diâmetro em sua região mediana.

**B.** Descrição microscópica

O pericarpo, de maneira geral, possui exocarpo com uma única camada celular, mesocarpo multicelular e endocarpo com uma única camada celular especializada. Idioblastos com ráfides orientadas longitudinalmente ao pericarpo são comuns; cristais prismáticos também são observados. O exocarpo possui células alongadas tangencialmente, cujas paredes periclinais externas e internas são espessas, sendo as externas cutinizadas; as células geralmente acumulam compostos fenólicos. O exocarpo é estomatífero e glabro. O mesocarpo externo apresenta duas a quatro camadas similares a um colênquima anguloso; o mesocarpo médio possui células volumosas, com grande acúmulo de compostos fenólicos. Nesse tecido ocorrem feixes vasculares colaterais em grupos de dois ou três, usualmente mais calibrosos do que os feixes individuais de pequeno calibre e feixes envoltos por uma bainha esclerenquimática com duas a cinco camadas celulares de espessura; o esclerênquima é composto por células volumosas de paredes lignificadas e pouco espessadas; o mesocarpo interno possui células achatadas, contendo compostos fenólicos. O endocarpo é diferenciado em um estrato densamente piloso; as células possuem paredes delgadas e pécticas, com citoplasma denso e com aspecto secretor. Em secção transversal é possível distinguir três regiões placentárias, com placenta profusamente ramificada, onde em suas terminações se inserem as sementes. As sementes, de coloração negra ou castanho-escura possuem testa esclerenquimática; a testa seminal é composta por uma única camada de braquiesclereídes. O tegumento interno é comprimido e o endosperma possui células volumosas com reservas.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: fragmentos na forma de grumos; cristais prismáticos e esclereídes; fragmentos com células do exocarpo; fibras em grupos de dois ou três elementos ou isoladas; elementos de vaso agrupados ou isolados; reforços de lignina e pontoações são observados. As sementes permanecem praticamente intactas.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

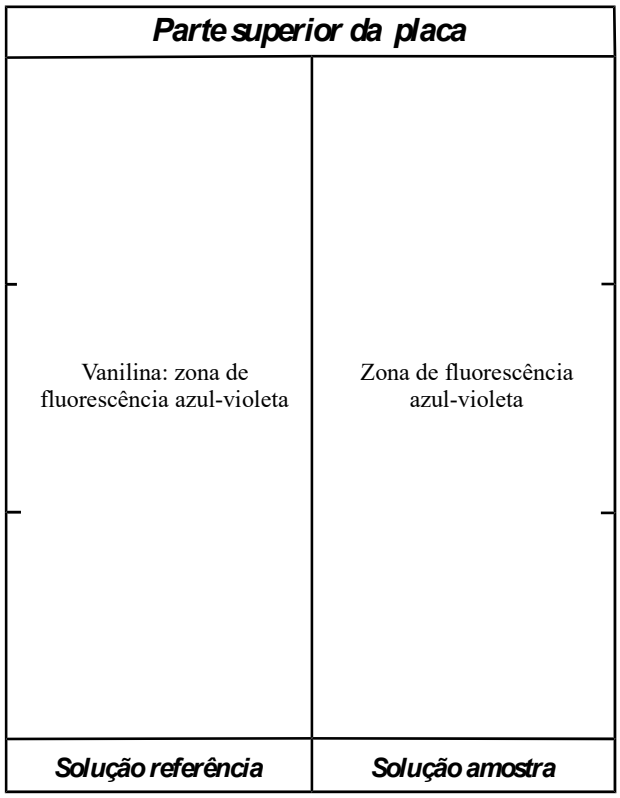
*Fase móvel*: cloreto de metileno e acetona (95:5).

*Solução amostra*: utilizar o extrato hidroalcoólico obtido em *Doseamento*.

*Solução referência*: dissolver 1 mg de vanilina em 10 mL de álcool etílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução amostra*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Cinzas sulfatadas (5.4.1.5.2).** No máximo 7,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Substâncias extraíveis**

Determinar o teor de substâncias extraíveis por meio do cálculo do rendimento do extrato hidroalcoólico. Pesar, com exatidão, cerca de 2 g de baunilha, previamente cortada em pequenos fragmentos ou triturada a pó grosso. Transferir o pó para um erlenmeyer, com tampa esmerilhada, e adicionar 70 mL de álcool etílico diluído (solução preparada com 263 mL de álcool etílico em 250 mL de água destilada), tampar bem o recipiente e agitar por duas horas em agitador mecânico, ou deixar em contato, durante uma noite, e agitar, frequentemente, por mais oito horas. Decantar a camada líquida e filtrar, recolhendo o filtrado em um balão volumétrico de 100 mL. Lavar o frasco e o resíduo quatro vezes, sucessivamente, com porções de 8 mL da solução de álcool etílico diluído. Filtrar os líquidos de lavagem, no mesmo filtro, e juntar ao filtrado obtido anteriormente. Com quantidade suficiente de álcool etílico diluído, completar o volume para 100 mL, homogeneizar e evaporar em banho-maria 50 mL, exatamente medidos, em uma cápsula de porcelana tarada. Dessecar o resíduo em estufa a 105 °C por quatro horas. Resfriar a cápsula em dessecador e pesar. O peso do resíduo representa o extrato hidroalcoólico seco de 1 g da droga.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

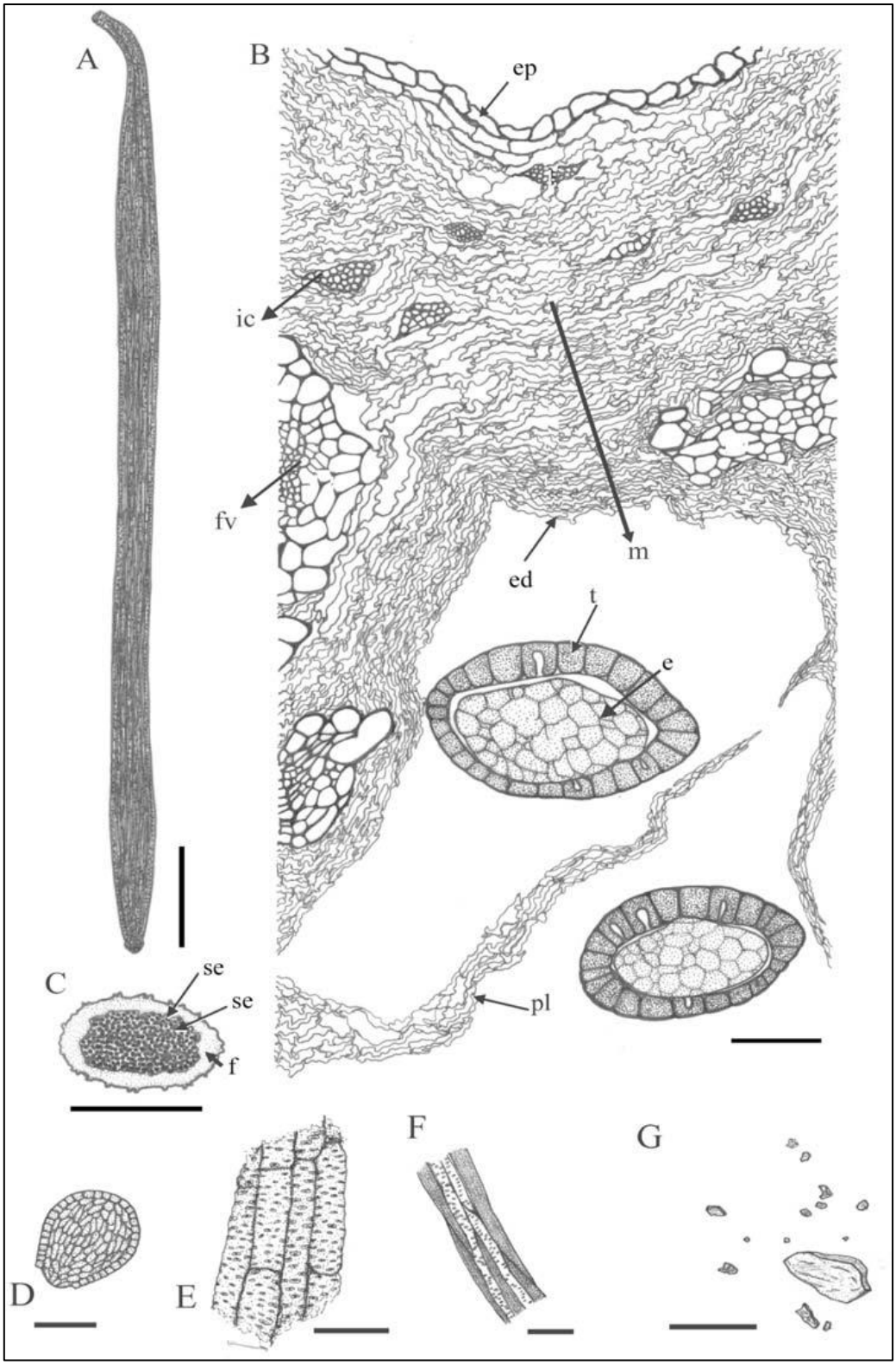



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Vanilla planifolia* Jacks. ex Andrews**

As escalas correspondem em: **A** a 20 mm; em **B** a 5 mm; em **C** a 100 µm; em **D** a 160 µm; em **E** a 74 µm; em **F** a 9 µm; em **G** a 37 µm.

**A** – representação esquemática da cápsula, em vista lateral. **B** – representação da histologia do pericarpo e sementes, em secção transversal: endocarpo (ed); endosperma (e); exocarpo (ep); idioblastos cristalíferos com ráfides (ic); feixe vascular (fv); mesocarpo (m); tecido placentário (pl); tegumento da semente (t). **C** – representação esquemática da cápsula em secção transversal: pericarpo (f); semente (se). **D** – semente em vista lateral. **E** – fragmento de elementos de vaso do xilema. **F** – fragmento de grupo de fibras da bainha vascular. **G** – cristais de oxalato de cálcio.

# BELADONA, folha
## *Belladonnae folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas, íntegras ou rasuradas, de *Atropa belladonna* L., contendo, no mínimo, 0,25% de atropina ($C_{17}H_{23}NO_3$, 289,37).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

As folhas são elípticas, oval-lanceoladas a largamente ovaladas, inteiras, de ápice acuminado, base atenuada, simétrica e algo decurrente, e bordo inteiro. Medem 5 a 25 cm de comprimento e 3 a 12 cm de largura, com pecíolos de 0,5 a 4 cm de comprimento. A coloração é verde a castanho-esverdeado, sendo mais escura na face adaxial. As folhas secas são enrugadas, friáveis e delgadas. As folhas jovens são mais pubescentes que as adultas ao longo das nervuras e do pecíolo. A nervação é peninérvea, sendo que as nervuras secundárias partem da nervura principal em um ângulo de aproximadamente 60° e se anastomosam próximo ao bordo. A superfície da lâmina é seca e áspera ao tato, devido à presença de células com conteúdo microcristalino de oxalato de cálcio no mesofilo. Essas células aparecem como minúsculos pontos brilhantes quando a superfície é iluminada e escuros por transparência.

**B.** Descrição microscópica

A lâmina foliar é anfiestomática e de simetria dorsiventral. A epiderme, em vista frontal, mostra células de paredes anticlinais ondeadas e com cutícula finamente estriada, em ambas as faces. Tricomas tectores e glandulares são numerosos por toda a lâmina. Os tricomas tectores têm de duas a cinco células, são unisseriados e cônicos, de paredes lisas e delgadas; os tricomas glandulares possuem pedicelo pluricelular, composto por duas a quatro células, com célula terminal claviforme, ou possuem pedicelo pluricelular e cabeça pluricelular, formada por quatro a sete células, de aspecto ovoide a piriforme. Estômatos anisocíticos são mais frequentes na epiderme abaxial. Em secção transversal, a epiderme é uniestratificada e a cutícula é delgada. O mesofilo é composto por parênquima paliçádico uniestratificado e parênquima esponjoso com grandes idioblastos contendo cristais prismáticos de oxalato de cálcio e areia microcristalina. A nervura principal é proeminente em ambas as faces e apresenta feixes vasculares bicolaterais em arco aberto, sendo o floema intra-axilar descontínuo. Colênquima angular ocorre abaixo da epiderme, em ambas as faces.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração verde escura; fragmentos de epiderme com células de paredes anticlinais ondeadas e cutícula com estrias; fragmentos do mesofilo com parênquima paliçádico uniestratificado; fragmentos da epiderme abaxial, mostrando estômatos anisocíticos e raros tricomas tectores e glandulares; fragmentos do parênquima, contendo idioblastos cristalíferos; cristais prismáticos isolados como os descritos; tricomas glandulares, como os descritos, isolados, fragmentados ou com restos de epiderme; tricomas tectores isolados ou seus fragmentos.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: tolueno, acetato de etila e dietilamina (7:2:1).

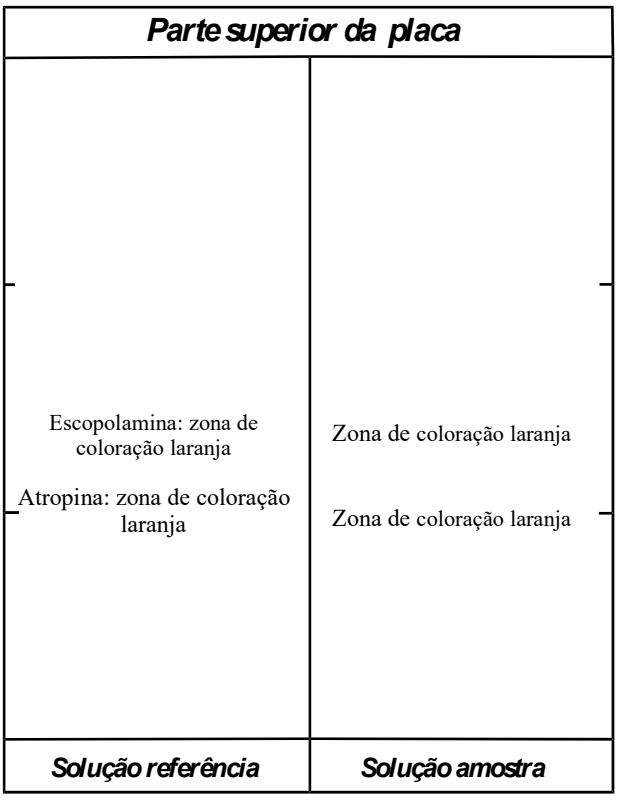
*Solução amostra*: pesar cerca de 1,5 g da droga vegetal pulverizada e adicionar 15 mL de ácido sulfúrico 0,05 *M*. Agitar a mistura por dois minutos em agitador magnético, filtrar em papel filtro e transferir para um funil de separação de 125 mL. Adicionar 7,5 mL de água e alcalinizar o extrato com hidróxido de amônio até pH 10. Extrair os alcaloides com três porções de 10 mL de cloreto de metileno. Reunir as fases orgânicas e secar com sulfato de sódio anidro. Filtrar o extrato de alcaloides em papel filtro para cápsula de porcelana e evaporar o solvente até secura em banho-maria em temperatura inferior à 40 °C. Solubilizar o resíduo em 0,5 mL de álcool metílico.

*Solução referência (1)*: preparar uma solução a 10 mg/mL de atropina em álcool metílico.

*Solução referência (2)*: preparar uma solução a 4 mg/mL de bromidrato de escopolamina em álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra*, da *Solução referência (1)* e da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca, deixar secar ao ar durante 15 minutos. A seguir, secar, em estufa, a temperatura entre 100 °C e 105 °C durante 15 minutos. Deixar esfriar e nebulizar com solução de iodeto de potássio e subnitrato de bismuto SR até o aparecimento de manchas alaranjadas.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com as *Solução referência (1)*, a *Solução referência (2)*, e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 3,0% de caules da espécie com um diâmetro superior a 5 mm. Não deve conter fragmentos de folhas com ráfides no mesofilo (*Phytolacca americana* L.), nem apresentar camadas de células com maclas de oxalato de cálcio ao longo das nervuras (*Ailanthus altissima* Swingle).

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 16,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 4,0%.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico.* No máximo 10,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4)**. Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Atropina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 210 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 μm), mantida a temperatura ambiente; fluxo da *Fase móvel* de 0,7 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido trifluoracético (100:0,01).

*Eluente (B)*: acetonitrila e ácido trifluoracético (100:0,08).

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0-15 | 95→0 | 5→100 | gradiente linear |
| 15-20 | 0 | 100 | isocrática |

Entre as corridas é necessário realizar um equilíbrio de 10 minutos com a mistura do *Eluente (A)* e *(2)* (95:5). Esse equilíbrio deve ser realizado entre as corridas e não inserido no gradiente de *Fase móvel* descrito.

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, em erlenmeyer de 50 mL, cerca de 0,25 g da droga vegetal pulverizada (180 μm) **(5.2.11)** e adicionar 15 mL de álcool metílico. Tampar o frasco com filme plástico e levar ao banho de ultrassom por 60 minutos. Filtrar o extrato bruto metanólico em papel de filtro para balão de fundo redondo de 50 mL. Lavar o erlenmeyer com duas porções de 1 mL de álcool metílico. Eliminar o solvente em rotaevaporador em temperatura inferior à 40 ºC. Transferir o resíduo do balão para funil de separação de 250 mL, utilizando duas alíquotas de 10 mL e uma alíquota de 5 mL de ácido clorídrico a 5% (v/v), com auxílio de ultrassom para facilitar a solubilização do resíduo. Lavar o extrato aquoso ácido com três porções de 20 mL de cloreto de metileno, usando os primeiros 20 mL para lavar o resíduo do balão de fundo redondo de 50 mL. Desprezar as fases orgânicas das lavagens. Alcalinizar o extrato aquoso com hidróxido de amônio a 25% (v/v) até pH 10. Extrair os alcaloides com cinco porções de 20 mL de cloreto de metileno. Reunir as fases orgânicas e secar com 15 g de sulfato de sódio anidro. Após, filtrar em papel de filtro para uma cápsula de porcelana e lavar o sulfato de sódio do papel de filtro com 2 mL de cloreto de metileno. Evaporar o solvente até secura

em banho-maria em temperatura inferior à 40 °C. Solubilizar o resíduo da cápsula de porcelana contendo os alcaloides com álcool metílico e transferir para balão volumétrico de 5 mL. Completar o volume com álcool metílico e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver 12,5 mg de atropina em álcool metílico, transferir para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com o mesmo solvente e homogeneizar. Transferir, usando uma pipeta, 1,25 mL dessa solução para um balão volumétrico de 5 mL, completar o volume com álcool metílico e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*, em triplicata. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Os tempos de retenção para a atropina é de cerca de sete minutos e quarenta segundos. Calcular o teor de atropina, considerando a média dos resultados, em percentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{\mathrm{C_r} \times \mathrm{A_a}}{\mathrm{A_{rp}} \times m} \times 5 \times 100$$

em que,

TA = teor de atropina % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência* de atropina, em g/mL, considerando pureza da substância de referência;
$A_a$ = área sob o pico correspondente à atropina no cromatograma obtido com a *Solução amostra*;
$A_r$ = área sob pico correspondente à atropina no cromatograma obtido com a *Solução referência*;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
5 = Fator de diluição da amostra.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

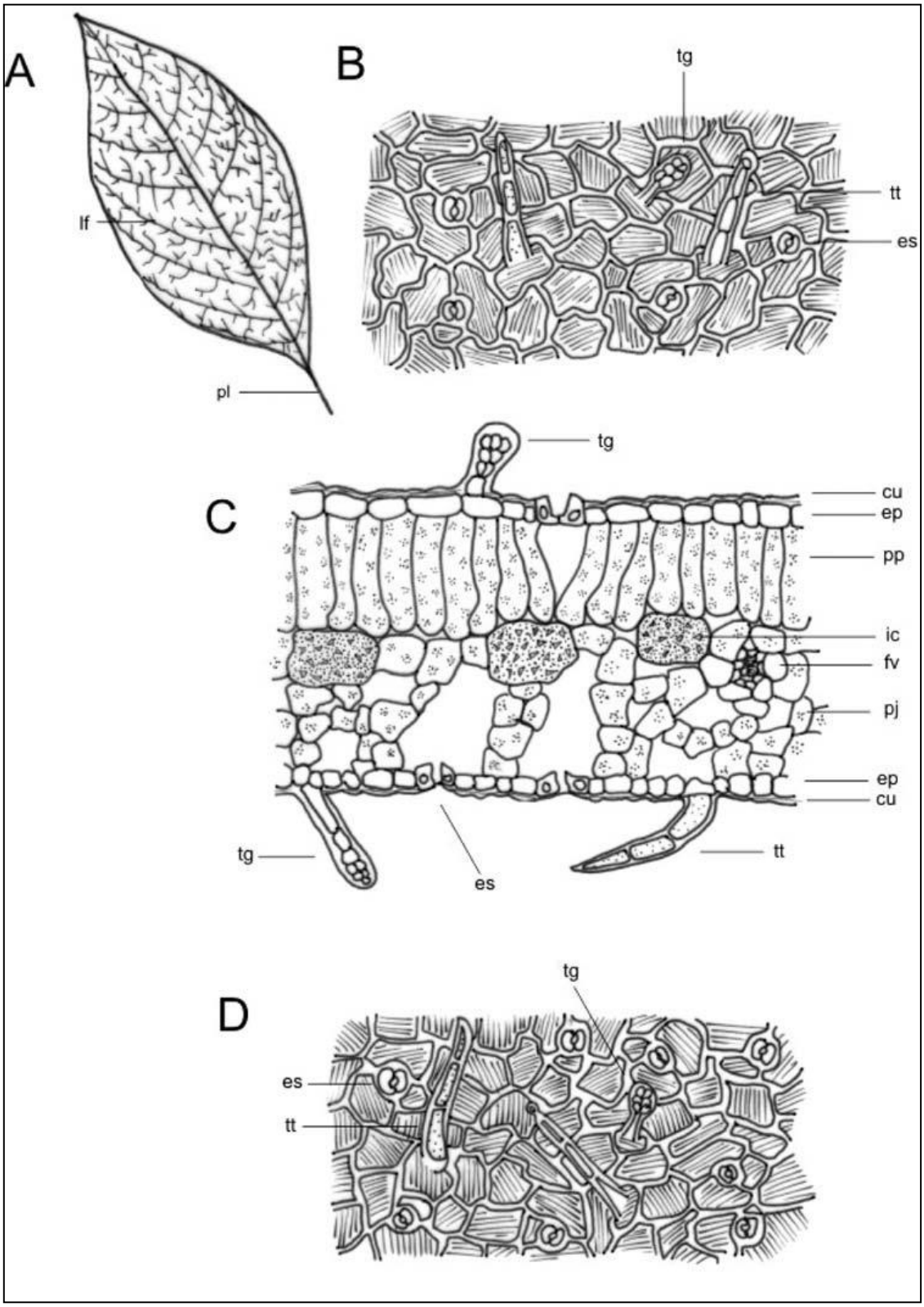



**Figura 1** – **Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Atropa belladonna* L.**

A escala corresponde em **A** 5 mm; e em **B**, **C** e **D** a 20 µm.

**A –** Representação esquemática da folha: lâmina foliar (lf); pecíolo (pl). **B –** detalhe de porção da epiderme voltada para a face adaxial em vista frontal: tricoma glandular (tg); tricoma tector (tt); estômato (es). **C –** detalhe da porção do mesofilo, em secção transversal: tricoma glandular (tg); cutícula (cu); epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); idioblasto contendo microcristais de oxalato de cálcio (ic); feixe vascular (fv); parênquima esponjoso (pj); epiderme (ep); tricoma tector (tt); estômato (es). **D –** detalhe de porção da epiderme voltada para a face abaxial, em vista frontal: tricoma glandular (tg); estômato (es); tricoma tector (tt).

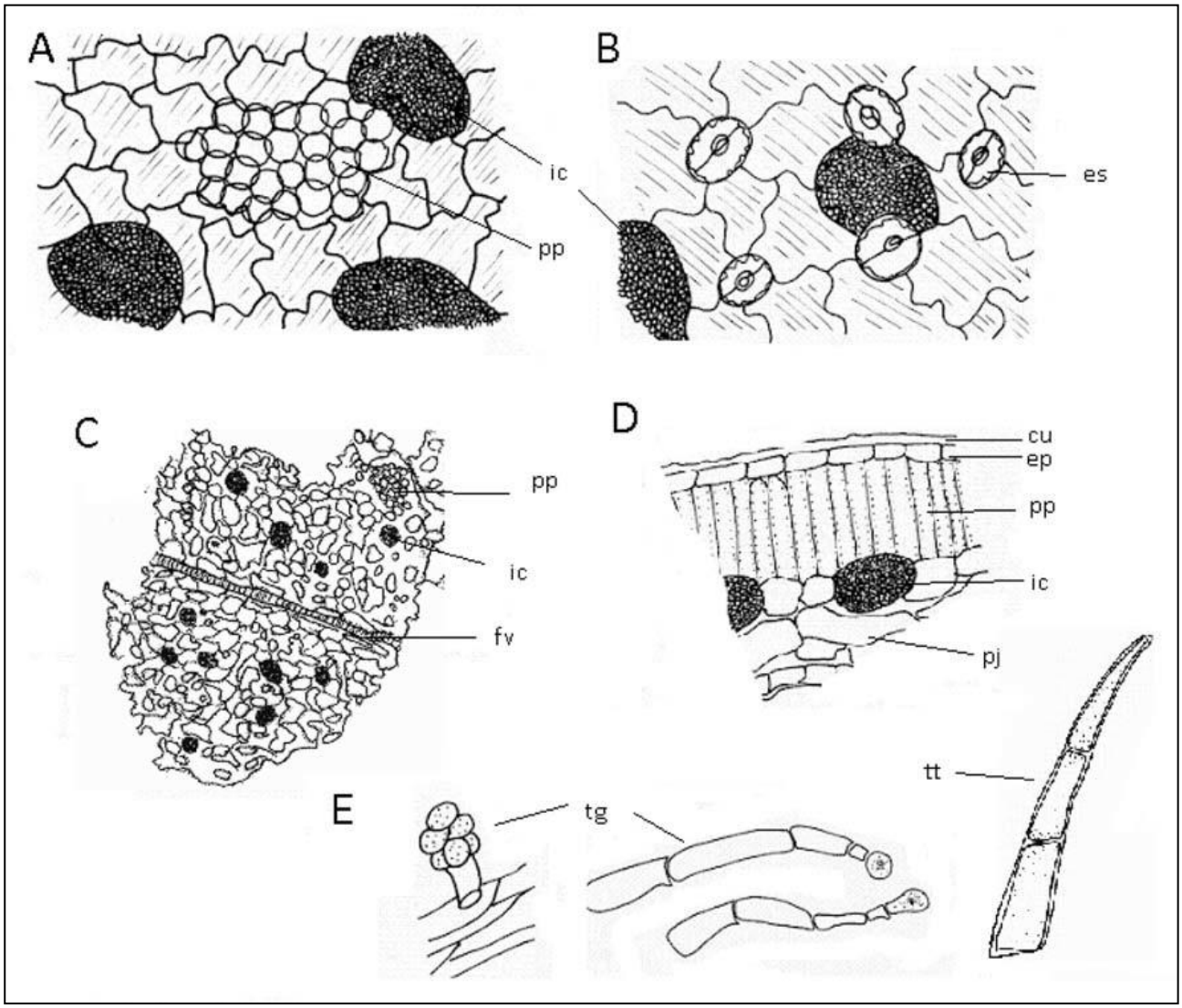



**Figura 2** – **Aspectos microscópicos do pó em *Atropa belladonna* L.**

A escala corresponde em **A**, **B** e **D** a 30 µm; em **C** a 100 µm; e em **E** a 20 µm.

**A** e **C –** fragmentos da epiderme voltada para a face adaxial, em vista frontal, mostrando idioblastos cristalíferos por transparência: idioblasto cristalífero (ic); parênquima paliçádico (pp); feixe vascular (fv). **B –** fragmento da epiderme voltada para a face abaxial, em vista frontal, mostrando idioblastos cristalíferos por transparência: idioblasto cristalífero (ic); estômato (es). **D –** fragmento da lâmina foliar, em secção transversal: cutícula (cu); epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); idioblasto cristalífero (ic); parênquima esponjoso (pj). **E –** tricomas ou suas partes, isolados: tricoma glandular (tg); tricoma tector (tt).

# BENJOIM
## *Benzoe sumatranus*

O benjoim consiste de uma resina balsâmica, obtida por incisões no tronco de *Styrax benzoin* Dryand. ou *Styrax paralleloneuron* Perkins, contendo, no mínimo, 25% e no máximo, 50% de ácidos totais, calculados como ácido benzoico ($C_7H_6O_2$, 122,12).

CARACTERÍSTICAS

Apresenta-se sob a forma de fragmentos arredondados ou ovoides, irregulares, de coloração creme-esbranquiçada, que podem estar revestidos de um material resinoso de coloração castanho-acinzentada ou castanho-avermelhada. Os fragmentos são duros e quebradiços, sendo a superfície de fratura rugosa e irregular. Odor suave e balsâmico.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

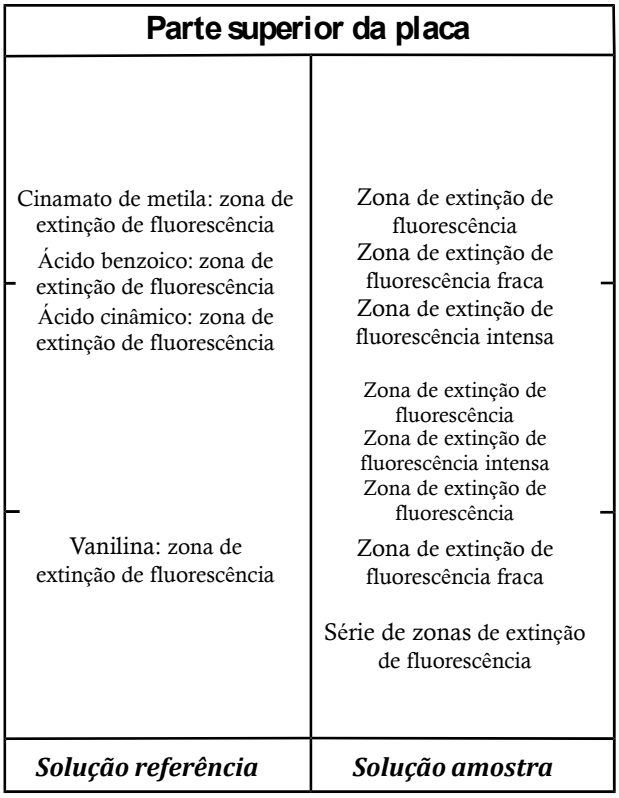
*Fase móvel*: hexano, éter isopropílico e ácido acético glacial (60:40:10).

*Solução amostra*: a 0,2 g da amostra, finamente pulverizada, adicionar 5 mL de álcool etílico e levar ao banho de ultrassom durante dois minutos. Centrifugar e utilizar a solução sobrenadante.

*Solução referência*: dissolver 20 mg de ácido benzoico, 10 mg de ácido cinâmico, 4 mg de vanilina e 20 mg de cinamato de metila em 10 mL de álcool etílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Solubilidade.** Praticamente insolúvel em água, pouco solúvel em álcool etílico, dissulfeto de carbono e xileno.

**Goma Dammar.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: óxido de alumínio G (0,25 mm).

*Fase móvel*: éter etílico e éter de petróleo (60:40).

*Solução amostra*: aquecer 0,2 g da amostra pulverizada com 10 mL de álcool etílico a 90% (v/v). Centrifugar.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 5 µL da *Solução amostra*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar com anisaldeído SR1 e aquecer em estufa entre 100 ºC e 105 ºC durante cinco minutos.

*Resultados*: o cromatograma não deve apresentar nenhuma mancha nítida com Rf entre 0,4 e 1,0.

***Styrax tonkinensis.*** Proceder conforme descrito no teste **E**. de *Identificação*. A *Solução amostra* apresenta duas manchas de fraca intensidade e não apresenta manchas intensas, respectivamente na mesma posição das manchas escuras correspondentes ao ácido benzoico e à vanilina no cromatograma obtido com a *Solução referência*.

**Colofônia.** Transferir 1 g da amostra, adicionar 10 mL de xileno e colocar em ultrassom durante um minuto. Filtrar. Adicionar ao filtrado 10 mL de acetato de cobre 1% (p/v). Agitar bem e deixar separar as fases. A camada de xileno não deve apresentar coloração verde.

**Limite de substâncias insolúveis em álcool etílico.** Pesar 2,0 g da amostra pulverizada e adicionar 25 mL de álcool etílico a 90% (v/v). Aquecer à ebulição até dissolução quase completa. Filtrar em filtro de vidro poroso, previamente tarado, lavar três vezes com 5 mL de álcool etílico a 90% (v/v) a quente. Aquecer o funil de vidro e seu conteúdo em estufa entre 100 ºC e 105 ºC durante duas horas. Resfriar em dessecador e pesar. No máximo 25,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 5,0%. Determinar em 2 g da amostra grosseiramente pulverizada, a pressão reduzida, durante quatro horas.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 2,0%.

DOSEAMENTO

Em balão de boca esmerilhada de 250 mL, introduzir 0,75 g da amostra finamente pulverizada e 15 mL de hidróxido de potássio 0,5 *M* em álcool etílico SV. Aquecer sob refluxo, em banho-maria, durante 30 minutos. Deixar esfriar, lavar o condensador com 20 mL de álcool etílico. Titular o excesso de hidróxido de potássio com ácido clorídrico 0,5 *M* SV. Determinar o ponto final potenciometricamente. Realizar ensaio em branco e fazer as correções necessárias. Cada mL de hidróxido de potássio 0,5 *M* em álcool etílico SV equivale a 61,050 mg de ácido benzoico ($C_7H_6O_2$).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# BOLDO, folha
## *Boldus folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas de *Peumus boldus* Molina, contendo, no mínimo, 0,1% de alcaloides totais expressos em boldina ($C_{19}H_{21}NO_4$ 327,37).

NOMES POPULARES

Boldo-do-chile.

CARACTERÍSTICAS

A droga apresenta odor aromático característico, canforáceo e levemente acre, que se acentua com o esmagamento.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folha simples, inteira, elíptica, elíptico-ovalada, elíptico-obovada ou obovada, de ápice obtuso, retuso ou agudo e base arredondada, obtusa ou cuneada, ápice e base simétricos ou assimétricos, margem ligeiramente revoluta, lâmina coriácea, quebradiça, verde-acinzentada a cinzento-prateada, pontuações levemente translúcidas, correspondentes a cavidades secretoras, visíveis a olho nu ou com lente de aumento de seis vezes, de 1,2 a 7 cm de comprimento e 0,6 a 5 cm de largura; lâmina pilosa, com tricomas estrelados visíveis com lente de aumento, comumente caducos na face adaxial, sendo essa face áspera ao tato devido às proeminências da base dos tricomas; venação camptódroma-broquidódroma. Pecíolo curto, piloso, medindo de 1 a 5 mm de comprimento e de 1 a 2 mm de largura, côncavo na face adaxial, com duas pequenas costelas laterais, e convexo na face abaxial, com maior densidade de tricomas nessa face.

**B.** Descrição microscópica

Lâmina foliar de simetria dorsiventral, hipoestomática, com estômatos anomocíticos. Em vista frontal apresenta cutícula lisa e epiderme com células poligonais de paredes espessas, ondeadas e com tricomas estrelados; por transparência, são visíveis células secretoras. Em secção transversal, na face adaxial, se observa cutícula espessa, epiderme uniestratificada, com células alongadas e de paredes espessas, seguida de hipoderme, também de paredes espessas, uniestratificada, raramente biestratificada; segue o parênquima paliçádico uniestratificado ou biestratificado, de células colunares, com segunda camada mais frouxa, de células menores e maior concentração de grãos de amido, seguido de um parênquima esponjoso com várias camadas de células e grandes espaços intercelulares; feixes colaterais secundários distribuem-se no mesofilo. Nervura principal, em secção transversal, com cutícula mais espessa, principalmente na face abaxial, onde as células epidérmicas são pequenas e a hipoderme geralmente apresenta duas camadas de células em ambas as faces; o colênquima é angular e mais desenvolvido junto à face abaxial; o sistema vascular é formado por um único feixe colateral, envolvido por endoderme e bainha de fibras muito esclerificadas; podem ocorrer outros dois feixes menores, voltados para a face adaxial, sendo o conjunto envolvido por bainha de fibras. Em toda a lâmina, na hipoderme, colênquima e parênquimas ocorrem células contendo compostos fenólicos; no parênquima há maior concentração de grãos de amido e são frequentes as células secretoras esféricas, unicelulares, de grande volume e de paredes suberizadas; cristais prismáticos de oxalato de cálcio isolados são encontrados na epiderme e bastonetes pequenos, finos e agrupados nos parênquimas; gotas lipídicas ocorrem em todos os tecidos. O pecíolo, em vista frontal, apresenta cutícula levemente ondulada, epiderme formada por células pequenas,

quadrangulares e de paredes anticlinais espessas, muitas contendo compostos fenólicos, e muitos tricomas estrelados, iguais aos da lâmina; várias células secretoras esféricas, de grande volume e com paredes suberizadas são visíveis por transparência. Em secção transversal, o pecíolo possui duas costelas laterais, voltadas para a face adaxial; o sistema vascular está representado por um feixe colateral aberto e central.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. A observação microscópica do pó exige utilização de hidrato de cloral SR. São características: coloração amarelo-esverdeada a amarelo-pardacenta; tricomas estrelados íntegros e isolados ou parte desses, em vista frontal e/ou em vista lateral; porções de epiderme da região do mesofilo, com células de paredes espessas e com campos de pontoação visíveis, em vista frontal; porções de epiderme com estômatos, em vista frontal; porções de epiderme com células de paredes espessas, mostrando a base de tricoma estrelado, em vista frontal; fragmentos de epiderme com porções de nervuras, em vista frontal; porções da epiderme do pecíolo, com células secretoras visíveis por transparência, em vista frontal; porções do mesofilo com células secretoras, em vista frontal; porções do mesofilo com idioblasto cristalífero e célula com compostos fenólicos, em vista frontal; agrupamentos de fibras, em secção longitudinal; fragmentos do sistema vascular com porções de fibras, elementos traqueais, parênquima com porções de fibras, em secção longitudinal; fragmentos da lâmina com porções de epiderme, de hipoderme e de parênquima paliçádico, em secção transversal; fragmentos de epiderme e de hipoderme, em secção transversal; porções de parênquima paliçádico com células secretoras e com células contendo cristais em forma de bastonete, em secção transversal; fragmentos da região do mesofilo, em secção transversal.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

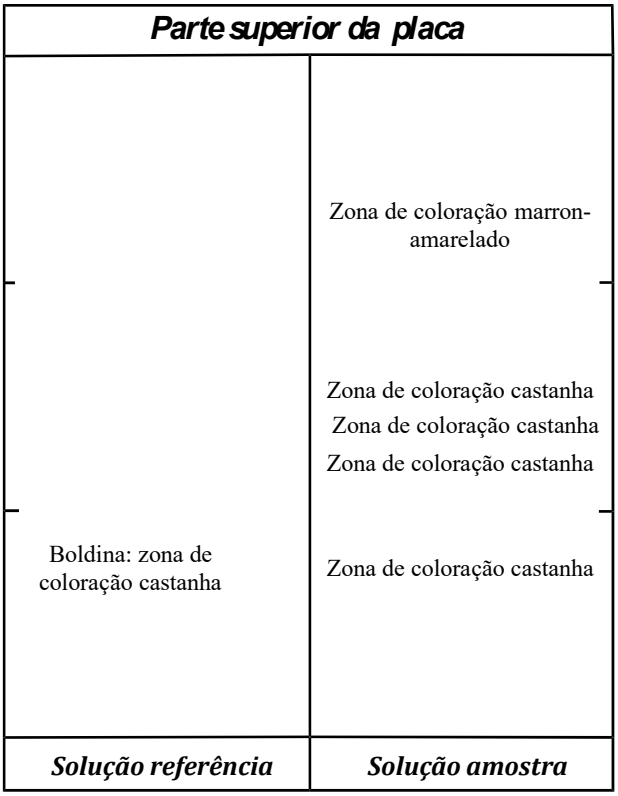
*Fase móvel*: tolueno, álcool metílico e dietilamina (80:10:10).

*Solução amostra*: transferir 0,5 g da droga pulverizada para balão de 50 mL, adicionar uma mistura de 1 mL de ácido clorídrico 2 *M* e 20 mL de água. Homogeneizar. Aquecer em banho de água, sob refluxo, durante 10 minutos. Resfriar e filtrar. Adicionar ao filtrado 2 mL de hidróxido de amônio 6 *M*. Extrair o filtrado duas vezes em funil de separação com 20 mL de éter etílico em cada vez, com agitação moderada para evitar a formação de emulsão. Reunir as fases orgânicas e evaporar o solvente sob pressão reduzida. Dissolver o resíduo em 1 mL de álcool metílico.

*Solução referência*: dissolver 2 mg de boldina em 5 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 40 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Nebulizar a placa com iodobismutato de potássio aquo-acético e deixar secar ao ar durante cinco minutos. Nebulizar a placa com nitrito de sódio SR. Examinar sob à luz visível após 30 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Água (5.2.20.2).** *Método azeotrópico*. No máximo 10,0%.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 3,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 10,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 6,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Alcaloides totais**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 304 nm; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura ambiente; fluxo da *Fase móvel* de 1,5 mL/minuto.

*Fase móvel*: mistura da *Eluente A* e *Eluente B* (16:84), preparadas como descrito a seguir.

*Eluente (A)*: mistura de 0,2 mL de dietilamina e 99,8 mL de acetonitrila.

*Eluente (B)*: mistura de 0,2 mL de dietilamina e 99,8 mL de água, ajustar o pH para 3,0 utilizando ácido fórmico anidro.

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 1 g da droga vegetal pulverizada (355 µm) **(5.2.11)** em erlenmeyer, adicionar 50 mL de ácido clorídrico 2 *M* e aquecer em banho-maria a 80 °C durante 30 minutos, com agitação. Filtrar e suspender o resíduo com 50 mL de ácido clorídrico 2 *M* e aquecer em banho-maria a 80 °C por 30 minutos, com agitação. Filtrar e repetir mais uma vez a operação com o resíduo obtido. Filtrar. Combinar os filtrados resfriados em funil de separação e agitar com 100 mL de uma mistura de hexano e acetato de etila (1:1). Descartar a fase orgânica. Ajustar o pH da fase aquosa para 9,0 com hidróxido de amônio 6 *M*. Extrair a fase aquosa com uma porção de 100 mL, e duas porções de 50 mL de cloreto de metileno. Combinar as fases orgânicas e evaporar em evaporador rotatório até a secura. Transferir o resíduo para balão volumétrico de 10 mL utilizando a *Fase móvel* como diluente. Completar o volume com a *Fase móvel* e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: pesar, com exatidão, cerca de 12 mg de boldina SQR. Dissolver a quantidade pesada em balão volumétrico de 100 mL utilizando a *Fase móvel* como diluente. Completar o volume com *Fase móvel* e homogeneizar. Transferir 1 mL da solução obtida, utilizando pipeta volumétrica, para balão volumétrico de 10 mL. Completar o volume com a *Fase móvel* e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução amostra*, mínimo de 1,2 entre os picos referentes a isoboldina e a boldina.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos referentes a boldina e aos seis alcaloides descritos a seguir. Os tempos de retenção relativos à boldina, cujo tempo de retenção é de cerca de seis minutos, são, aproximadamente, 0,9 para isoboldina, 1,8 para *N*-óxido de isocoridina, 2,2 para laurotetanina, 2,8 para isocoridina e 3,2 para *N*-metil laurotetanina. Calcular o teor de alcaloides totais, expressos em boldina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{(\sum \mathrm{A_1}) \times m_\mathrm{r} \times FD_a}{\mathrm{A_r} \times m_\mathrm{a} \times FD_r} \times 100$$

em que,

TA = teor de alcaloides totais expressos em boldina % (p/p);
$m_a$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado;
$m_r$ = massa em gramas de boldina utilizada considerando pureza da substância de referência;
$\Sigma A_1$ = soma das áreas sob os picos correspondentes aos seis alcaloides identificados no cromatograma obtido com a *Solução amostra*;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à boldina na *Solução referência.*
$FD_a$ = fator de diluição da Solução amostra (10);
$FD_r$ = fator de diluição da Solução referência (1000);
100 = fator de conversão para teor em % (g/100g).

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 1000 mL contendo 500 mL de água como líquido de destilação. Utilizar 0,5 mL de xileno no tubo graduado. A droga previamente triturada deve ser turbolizada com 100 mL de água. Transferir imediatamente para o balão e proceder a hidrodestilação a partir de 50 g da droga. Destilar durante quatro horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p). Deve conter, no mínimo, 1,5% e, no máximo, 4,0% de óleo volátil, considerando o teor de água determinado.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

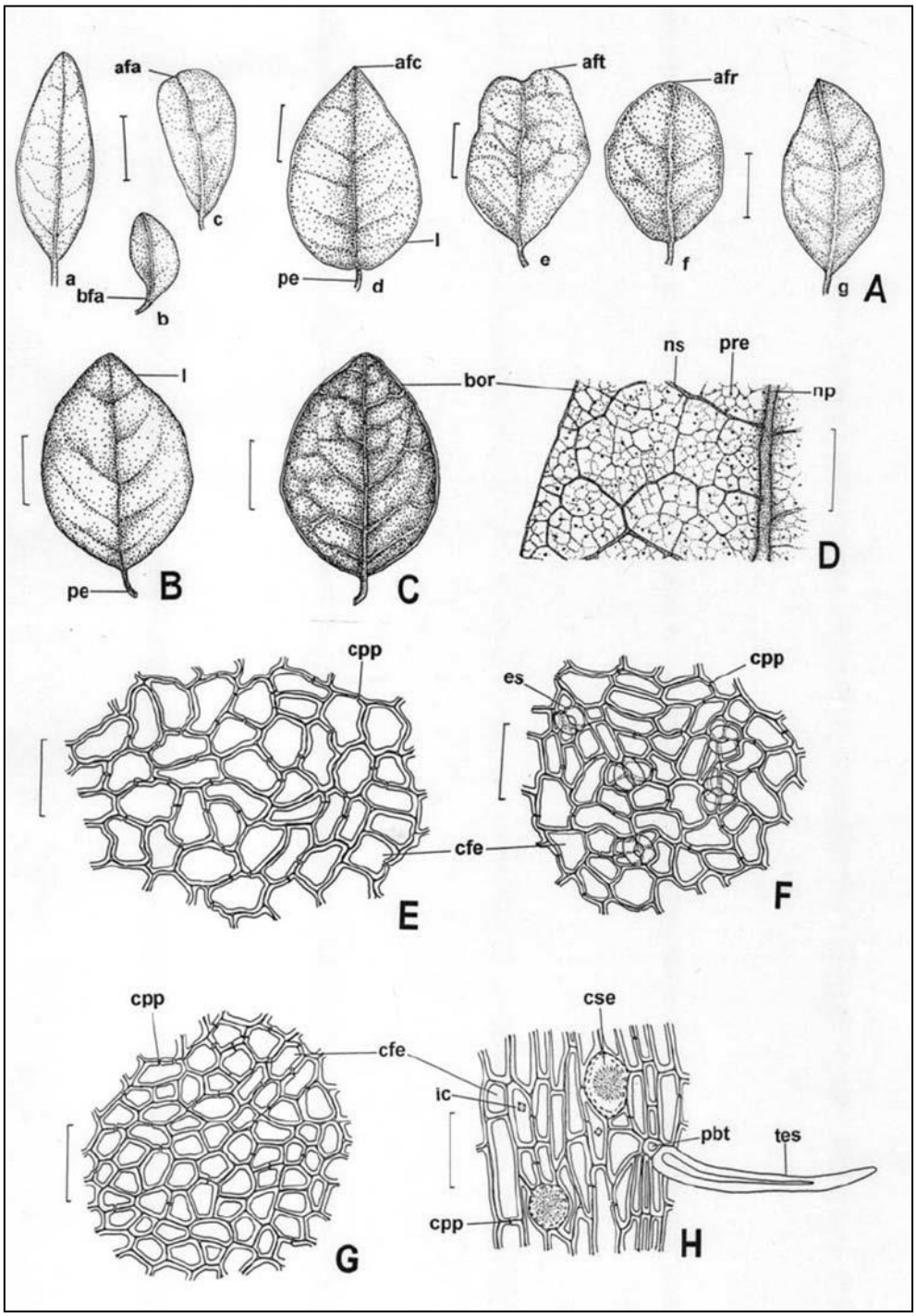



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Peumus boldus* Molina**

As escalas correspondem em **A** (**a**, **b**, **c**, **e**, **f** e **g**) a 10 mm, em **A** (**d**) a 15 mm, em **B** e **C** a 14 mm, em **D** a 5 mm; em **E**, **F**, **G** e **H** a 100 µm. **A** – aspecto geral de diferentes formas foliares: base foliar assimétrica (bfa); ápice foliar assimétrico (afa); ápice foliar acuminado (afc); pecíolo (pe); lâmina (l); ápice foliar retuso (aft); ápice foliar arredondado (afr). **B** – aspecto geral da face adaxial foliar: pedículo (pe); lâmina (l). **C** – aspecto geral da face abaxial foliar: bordo (bor). **D** – detalhe de porção da face abaxial da lâmina foliar, em vista frontal, mostrando parte da nervação da região da nervura principal até o bordo: bordo (bor); nervura secundária (ns); proeminência formada pela região basal do tricoma estrelado (pre); nervura principal (np). **E** – detalhe de porção da epiderme voltada para a face adaxial, na região do mesofilo, em vista frontal: campo primário de pontoação (cpp); célula fundamental da epiderme (cfe). **F –** detalhe de porção da epiderme voltada para a face abaxial, na região do mesofilo, em vista frontal: estômato (es); campo primário de pontoação (cpp); célula fundamental da epiderme (cfe). **G** – detalhe de porção da epiderme na região da nervura principal, voltada para a face adaxial, em vista frontal: campo primário de pontoação (cpp); célula fundamental da epiderme (cfe). **H** – detalhe de porção da epiderme na região da nervura principal, voltada para a face abaxial, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe); célula secretora (cse); idioblasto cristalífero (ic); campo primário de pontoação (cpp); porção basal de célula do tricoma partido (pbt); tricoma estrelado (tes).

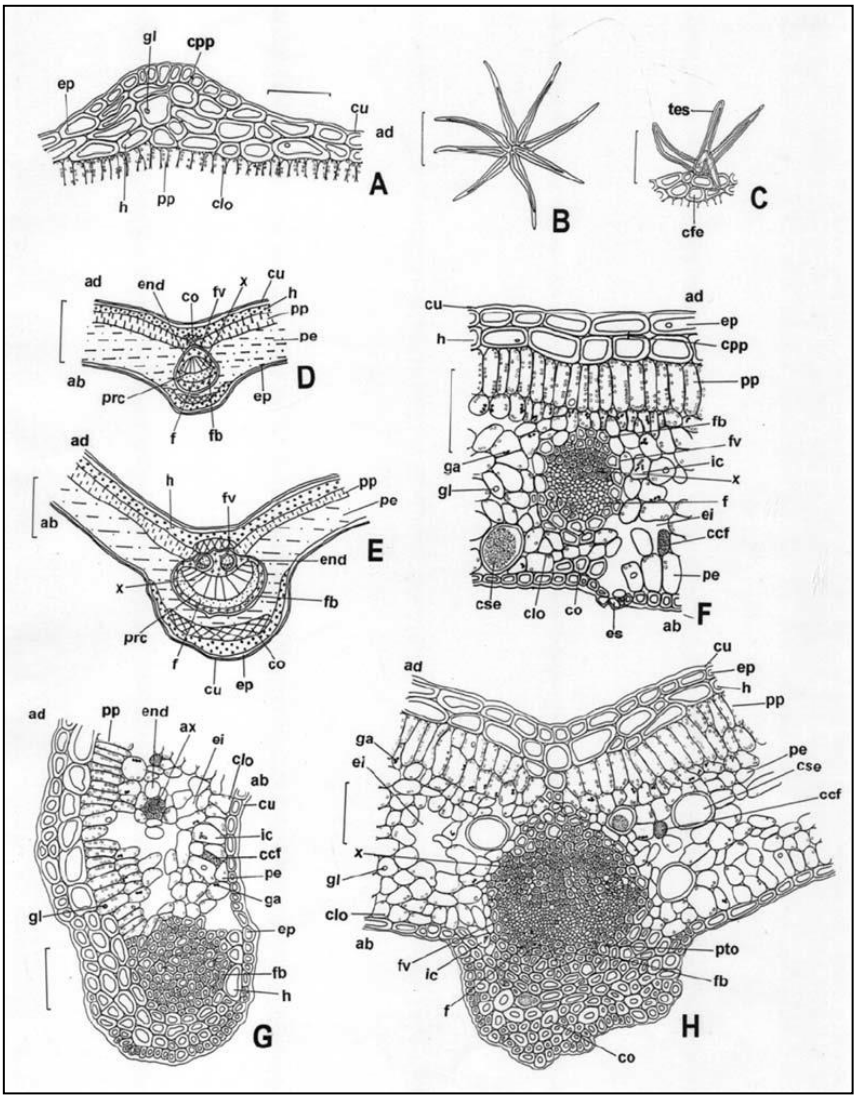



**Figura 2 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Peumus boldus* Molina**

As escalas correspondem em **A**, **C**, **F**, **G** e **E** a 100 µm, em **B** a 400 µm; em **D** e **H** a 400 µm.
**A** – detalhe de porção da lâmina foliar em secção transversal, junto à face adaxial, mostrando proeminência da região basal do tricoma estrelado: cloroplastídio (clo); gota lipídica (gl); campo primário de pontoação (cpp); cutícula (cu); face adaxial (ad); hipoderme (h); parênquima paliçádico (pp); epiderme (ep). **B** – detalhe de porção de tricoma estrelado em vista frontal. **C** – detalhe de tricoma estrelado em vista lateral: tricoma estrelado (tes); célula fundamental da epiderme (cfe). **D** – esquema parcial da região da nervura principal da lâmina foliar, em secção transversal, mostrando um único feixe vascular: face adaxial (ad); face abaxial (ab); endoderme (end); colênquima (co); feixe vascular (fv); xilema (x); cutícula (cu); hipoderme (h); parênquima paliçádico (pp); parênquima esponjoso (pe); epiderme (ep); fibras (fb); floema (f); procâmbio (prc). **E** – esquema parcial da região da nervura principal da lâmina foliar, em secção transversal,

mostrando três feixes vasculares: face adaxial (ad); face abaxial (ab); hipoderme (h); feixe vascular (fv); parênquima paliçádico (pp); parênquima esponjoso (pe); endoderme (end); fibras (fb); colênquima (co); epiderme (ep); cutícula (cu); floema (f); procâmbio (prc); xilema (x). **F** – detalhe de porção da lâmina foliar, na região do mesofilo, em secção transversal, mostrando feixe vascular secundário: face adaxial (ad); face abaxial (ab); epiderme (ep); cutícula (cu); campo primário de pontoação (cpp); hipoderme (h); parênquima paliçádico (pp); fibras (fb); feixe vascular (fv); idioblasto cristalífero (ic); xilema (x); floema (f); grão de amido (ga); gota lipídica (gl); espaço intercelular (ei); célula com compostos fenólicos (ccf); parênquima esponjoso (pe); estômato (es); colênquima (co); cloroplastídio (clo); célula secretora (cse). **G** – detalhe do bordo na região mediana da lâmina foliar, em secção transversal: face adaxial (ad); face abaxial (ab); parênquima paliçádico (pp); agrupamento xilemático (ax); espaço intercelular (ei); cloroplastídio (clo); cutícula (cu); idioblasto cristalífero (ic); célula com compostos fenólicos (ccf); parênquima esponjoso (pe); grão de amido (ga); gota lipídica (gl); epiderme (ep); fibras (fb); hipoderme (h). **H** – detalhe de porção da região mediana da lâmina foliar, em secção transversal, na região da nervura principal: face adaxial (ad); face abaxial (ab); grão de amido (ga); espaço intercelular (ei); xilema (x); gota lipídica (gl); cloroplastídio (clo); feixe vascular (fv); idioblasto cristalífero (ic); floema (f); colênquima (co); fibras (fb); pontoação (pto); célula com compostos fenólicos (ccf); célula secretora (cse); parênquima esponjoso (pe); parênquima paliçádico (pp); hipoderme (h); epiderme (ep); cutícula (cu).

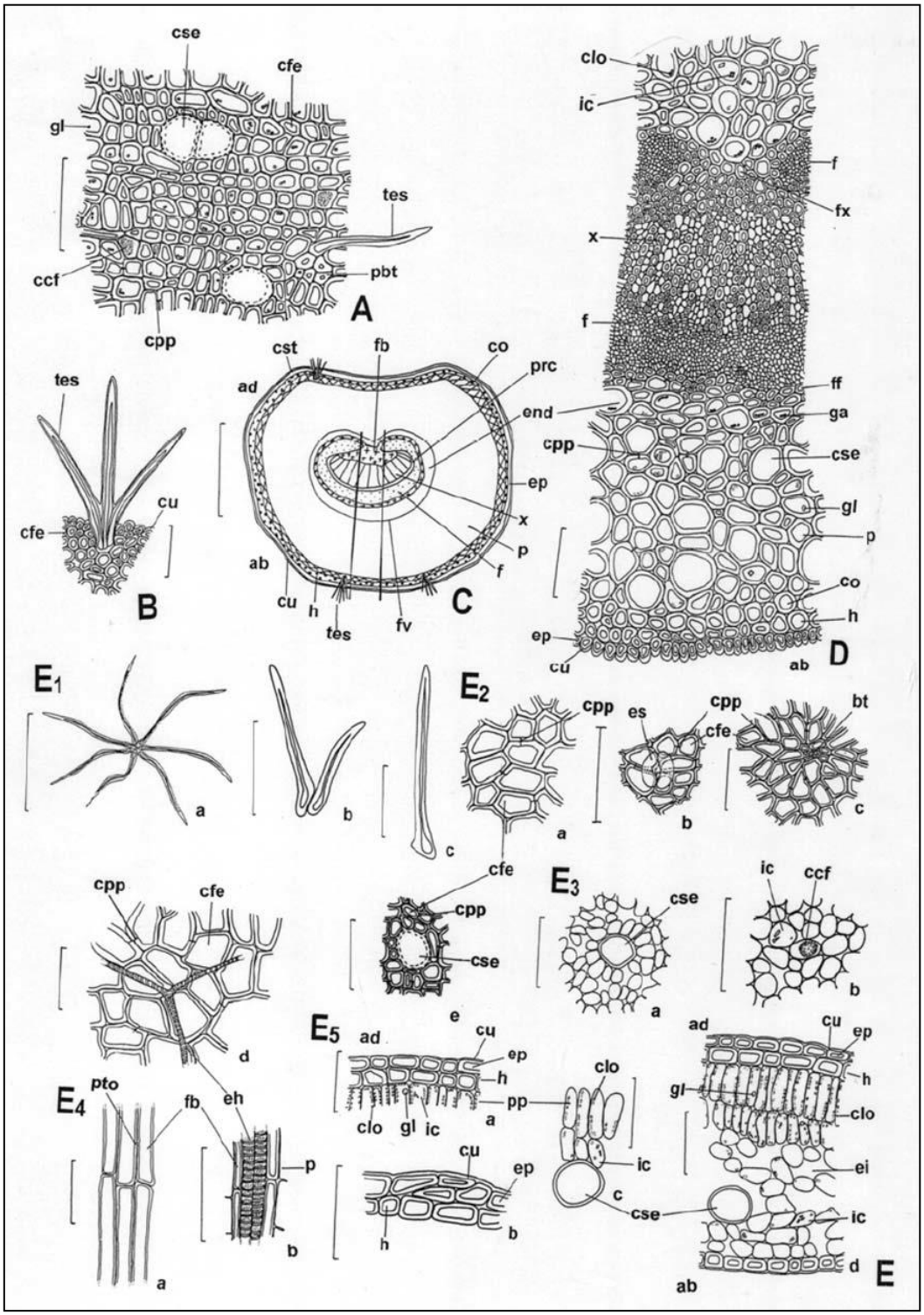



**Figura 3 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Peumus boldus* Molina**

As escalas correspondem em **A**, **B**, **D** e **E** (**E2** até **E5**) a 100 μm, em **C** a 400 μm e em **E** (**E1**) a 400 μm.
**A** – detalhe de porção da epiderme do pecíolo, em vista frontal: gota lipídica (gl); célula com compostos fenólicos (ccf); célula secretora (cse); campo primário de pontoação (cpp); célula fundamental da epiderme (cfe); tricoma estrelado (tes); porção basal de células do tricoma estrelado (pbt). **B –** detalhe de porção da epiderme do pecíolo, em vista lateral: tricoma estrelado (tes); célula fundamental da epiderme (cfe); cutícula (cu). **C** – esquema geral do pecíolo, em secção transversal: face adaxial (ad); face abaxial (ab); costela (cst); fibras (fb); colênquima (co); procâmbio (prc); endoderme (end); epiderme (ep); xilema (x); floema (f): parênquima (p); feixe vascular (fv); tricoma estrelado (tes); hipoderme (h); cutícula (cu). **D** – detalhe de porção do pecíolo, em secção transversal, conforme destacado em **C**: face abaxial (ab); hipoderme (h); cutícula (cu); epiderme (ep); colênquima (co); parênquima (p); gota lipídica (gl); célula secretora (cse); campo primário de pontoação (cpp); grão de amido (ga); endoderme (end); xilema (x); floema (f); fibras do xilema (fx); floema (F); idioblasto cristalífero (ic); cloroplastídio (clo). **E** – detalhes do pó: célula fundamental da epiderme (cfe); campo

primário de pontoação (cpp); estômato (es); base do tricoma (bt); célula secretora (cse); célula com compostos fenólicos (ccf); idioblasto cristalífero (ic); pontoação (pto); fibras (fb); elemento de vaso com espessamento helicoidal (eh); parênquima (p); face adaxial (ad); face abaxial (ab); cloroplastídio (clo); gota lipídica (gl); cutícula (cu); epiderme (ep); hipoderme (h); parênquima paliçádico (pp); espaço intercelular (ei). **E1** – detalhes de tricomas: tricoma estrelado em vista frontal (a), porção de tricoma estrelado em vista lateral (b), célula isolada de tricoma estrelado, em vista lateral (c). **E2** – detalhes da epiderme: porção da epiderme na região do mesofilo, em vista frontal (a), porção da epiderme com estômato, em vista frontal (b), porção da epiderme com células de paredes espessas, mostrando a base de tricoma estrelado, em vista frontal (c), fragmento da epiderme com porção de nervura, em vista frontal (d), porção da epiderme do pecíolo, em vista frontal (e). **E3** – detalhes do mesofilo, em secção transversal: porção do mesofilo com célula secretora (a), porção do mesofilo com cristais de oxalato de cálcio e com célula contendo compostos fenólicos (b). **E4** – detalhes de porções do sistema vascular, em secção longitudinal: agrupamento de fibras (a), fragmento do sistema vascular com porções de fibras, de elementos traqueais e de parênquima (b). **E5** – detalhes de tecidos da lâmina foliar, em secção transversal: fragmento da lâmina com porção de epiderme, de hipoderme e de parênquima paliçádico (a), fragmento da epiderme e da hipoderme (b); porção de parênquima paliçádico com célula secretora e célula contendo cristais (c), fragmento da região do mesofilo (d).

# CALÊNDULA, flor
## *Calendulae flos*

A droga consiste de flores liguladas completamente abertas, separadas do receptáculo, dessecadas, inteiras ou fragmentadas, obtidas de capítulos simples ou semiduplicados de *Calendula officinalis* L., acompanhadas de escassas flores tubulosas, brácteas involucrais e raros frutos. Não deve conter menos que 0,4% de flavonoides totais, calculados como hiperosídeo ($C_{21}H_{20}O_{12}$, 464,38), em relação ao material dessecado.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Flores liguladas, femininas, de 15 a 30 mm de comprimento e 5 a 7 mm de largura na porção mediana da lígula, amareladas, amarelo-alaranjadas a pardo-alaranjadas, com o tubo curto externamente piloso e com a lígula tridentada no ápice, apresentando quatro ou cinco nervuras paralelas; flores ocasionalmente acompanhadas de um estilete filiforme e um estigma bífido; ovário de coloração pardo-amarelada a pardo-alaranjada; frutos, quando presentes, aquênios curvos, naviculares, com o dorso coberto de espinhos curtos e de coloração pardo-esverdeada. Flores tubulosas hermafroditas, escassas, com corola de aproximadamente 5 mm de comprimento, pentalobuladas, de coloração amarela, vermelho-alaranjada ou vermelho-violácea, tubo externamente piloso na porção inferior. Papus ausente.

**B.** Descrição microscópica

Em material diafanizado, em vista frontal, a epiderme da corola ligulada mostra cutícula estriada sobre células retangulares e alongadas de contorno levemente sinuoso, ausência de estômatos na face superior (adaxial) e presença de escassos estômatos anomocíticos na face inferior (abaxial). Na região basal da face inferior (abaxial) ocorrem tricomas tectores longos, multicelulares, bisseriados, cônicos, de ápice arredondado e tricomas glandulares multicelulares, de pedicelo unisseriado, com três a cinco células, ou bisseriado, com três ou quatro células em cada fileira, ambos com cabeça ovalada, multicelular, geralmente bisseriada. No parênquima, por transparência, são visíveis prismas e pequenos aglomerados de cristais e numerosas gotas de óleo de coloração amarelo-alaranjada a amarelo-clara. O parênquima da lígula é atravessado longitudinalmente por quatro ou cinco feixes vasculares, com elementos de vaso apresentando espessamentos anelados e helicoidais. Junto às células parenquimáticas das corolas tubulosas são encontrados cinco feixes vasculares bifurcados abaixo da zona de soldadura das pétalas. No ovário ocorrem tricomas glandulares iguais aos das corolas liguladas.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. Examinar ao microscópio, utilizando solução de hidrato de cloral R. São características: coloração pardo-amarelada; fragmentos de corolas contendo gotas de óleo de coloração amarelo-clara, alguns com estômatos anomocíticos grandes, outros com prismas e drusas de oxalato de cálcio; tricomas glandulares com pedicelo unisseriado ou bisseriado (pluricelulares); grãos de pólen esféricos, de 40 a 45 μm de diâmetro, com exina fortemente equinada e com três poros germinativos; ocasionalmente podem ocorrer fragmentos dos estigmas com papilas curtas e bulbosas.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

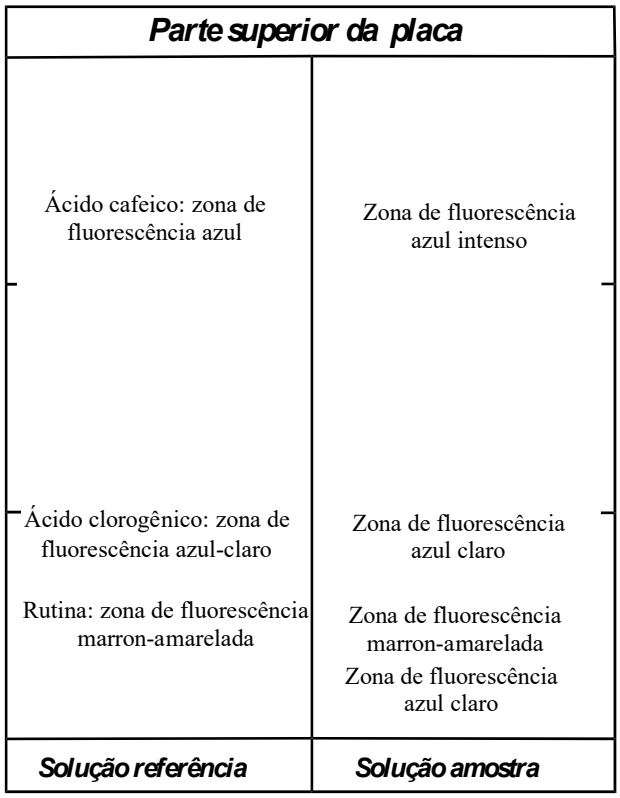
*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico anidro e água (80:10:10).

*Solução amostra*: ferver, sob refluxo, 1 g da droga pulverizada com 10 mL de álcool metílico durante 10 minutos e filtrar.

*Solução referência*: dissolver 2,5 mg de rutina, 1 mg de ácido cafeico e 1 mg de ácido clorogênico em álcool metílico, completar o volume para 10 mL utilizando o mesmo solvente e homogeneizar.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca, deixar secar em estufa a temperatura entre 100 °C e 105 ºC e, ainda morna, nebulizar com uma solução de difenilborato de aminoetanol a 1% (p/v) em álcool metílico, seguido de uma solução de macrogol 400 a 5% (p/v) em álcool metílico. Deixar a placa secar ao ar livre por 30 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 3,0%.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico.* No máximo 12,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 10,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Flavonoides totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque:* pesar, com exatidão, cerca de 0,4 g de droga pulverizada (800 μm) **(5.2.11)**, e transferir para balão de fundo redondo de 100 mL. Acrescentar 1 mL de solução aquosa de metenamina a 0,5% (p/v), 20 mL de acetona e 2 mL de ácido clorídrico. Aquecer em banho-maria, sob refluxo, durante 30 minutos. Filtrar a mistura em algodão para um balão volumétrico de 100 mL, retornar o resíduo da droga e o algodão ao mesmo balão de fundo redondo, adicionar 20 mL de acetona. Colocar em refluxo, por 10 minutos. Após resfriamento até temperatura ambiente, filtrar a solução para o balão volumétrico de 100 mL. Repetir a operação. Em seguida, completar o volume do balão volumétrico com acetona e homogeneizar. Em funil de separação, adicionar 20 mL dessa solução e 20 mL de água e, a seguir, extrair com 15 mL de acetato de etila. Repetir três vezes a extração, com porções de 10 mL de acetato de etila cada vez. Reunir as fases de acetato de etila e lavá-las em funil de separação, com duas porções de 50 mL de água. Transferir a fase de acetato de etila para balão volumétrico de 50 mL, completar o volume com acetato de etila e homogeneizar.

*Solução amostra*: a 10 mL da *Solução estoque,* adicionar 1 mL de solução de cloreto de alumínio a 2% (p/v) em solução de ácido acético glacial a 5% (v/v) em álcool metílico. Diluir em balão volumétrico de 25 mL com solução de ácido acético glacial a 5% (v/v) em álcool metílico e homogeneizar.

*Solução branco*: transferir 10 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de ácido acético glacial a 5% (v/v) em álcool metílico e homogeneizar.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* a 425 nm, em cubeta de 1 cm, após exatamente 30 minutos, utilizando *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular o teor de flavonoides totais, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TFT} = \frac{\mathrm{A} \times 625}{m \times 500}$$

em que,

TFT = teor de flavonoides totais expressos em hiperosídeo % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*;
625 = fator de diluição;
500 = coeficiente de absorção específica do hiperosídeo;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

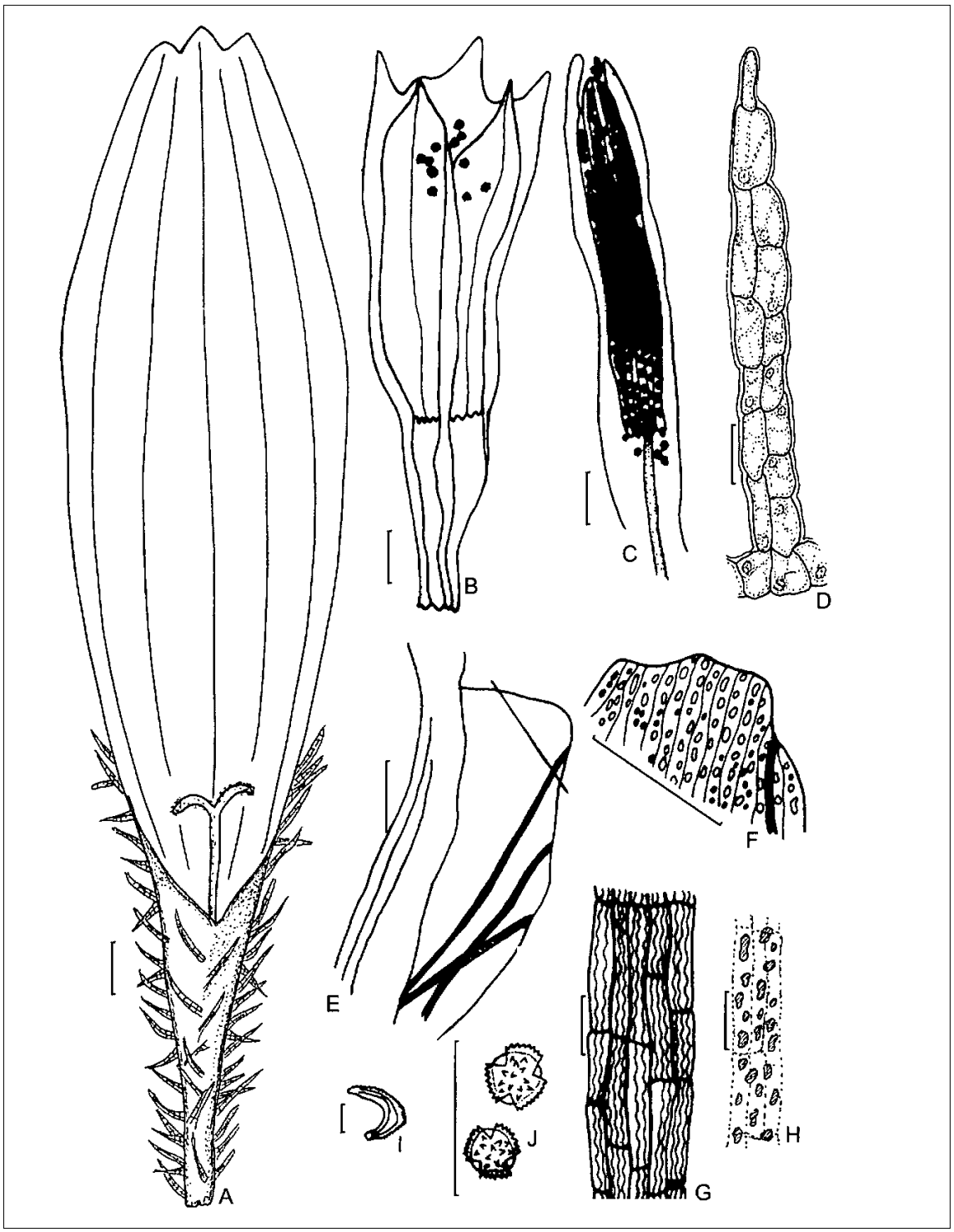



**Figura 1 - Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Calendula officinalis* L.**

As escalas correspondem em A a 1 mm; em B e C a 0,5 mm; em D a H a 100 µm e em I a 1 mm.
**A** - flor pistilada ligulada. **B** - flor tubulosa do disco. **C** - anteras da flor tubulosa, com grãos de pólen. **D** - tricoma multicelular bisseriado do tubo da corola da flor ligulada. **E** - fragmento da lígula. **F** - detalhe da extremidade do fragmento da lígula como mostrado em E, com gotas de óleo no parênquima. **G** - fragmento de epiderme da lígula com cutícula estriada. **H** - fragmento de parênquima da lígula contendo gotas de óleo. **I** - aspecto do fruto. **J** - grãos de pólen tricolpados.

# CAMOMILA, flor
## *Matricariae flos*

A droga vegetal consiste de capítulos florais secos de *Matricaria chamomilla* L. [syn. *Matricaria recutita* L. e *Chamomilla recutita* (L.) Rausch.], contendo, no mínimo, 0,4% de óleo volátil, e, no mínimo, 0,25% de apigenina-7-*O*-glucosídeo ($C_{21}H_{20}O_{10}$, 432,38).

CARACTERÍSTICAS

As inflorescências possuem odor aromático e característico.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Capítulos de 10 a 17 mm de diâmetro, constituídos de uma porção central hemisférica ou cônica, de três a 10 mm de diâmetro, internamente oca e externamente coberta de flores tubulosas amarelas, sem páleas, rodeada por 12 a 17 flores marginais, liguladas e brancas. Capítulos maduros e secos com flores liguladas visivelmente voltadas para o pedicelo. Invólucro verde, formado por duas a três séries de brácteas oblongo-lanceoladas, glabras ou com tricomas glandulares bisseriados na face abaxial, imbricadas, com ápices obtusos e margem hialina. Flores marginais pistiladas, dispostas em uma só série, com o tubo da corola curto e reto, levemente amarelado, de até 1,5 mm de comprimento, comprimido na altura da abertura da lígula; lígula bem desenvolvida, tridentada, longo-ovalada ou oblonga, de sete a 10 mm de comprimento por até dois a três mm de largura, marcada por quatro nervuras longitudinais, essas raramente acompanhadas por uma ou duas nervuras paralelas mais curtas; estilete constituído de dois ramos papilosos. Flores centrais perfeitas, numerosas, de até 2,5 mm de comprimento, com tubo reto e limbo pentalobado; lobos agudos, iguais, alargando-se a partir de forte constrição, onde se observa grande densidade de tricomas glandulares; cinco estames, sinânteros e epipétalos; ovário ínfero, estilete igual ao das flores liguladas. Fruto aquênio ovóide, com três a cinco estrias longitudinais.

**B.** Descrição microscópica

Brácteas do invólucro, quando diafanizadas e em vista frontal, apresentam margem escariosa formada por células alongadas, de paredes finas e com cutícula levemente estriada; a epiderme tem numerosos estômatos anomocíticos e no mesofilo, por transparência, são visíveis elementos de condução e muitas fibras, com numerosas pontoações. A epiderme da corola das flores liguladas e tubulosas, em vista frontal, apresenta cutícula estriada e células com paredes periclinais muito finas e levemente sinuosas; em secção transversal, a epiderme das flores liguladas é fortemente papilosa na face abaxial, assim como na face adaxial dos lobos das flores tubulosas. Ocorrem tricomas glandulares esparsos na epiderme da corola ligulada, particularmente numerosos na débil constrição que corresponde à abertura da lígula e também na face abaxial e margem das corolas tubulosas, onde são abundantes. Em secção transversal, no mesofilo das corolas de ambas as flores ocorrem pequenos agrupamentos de cristais de oxalato de cálcio. As células do ápice dos estiletes, nos estigmas, são nitidamente papilosas. Os filetes dos estames são cilíndricos e a epiderme é composta de células pequenas de paredes levemente espessadas; nas paredes das anteras encontram-se agrupamentos de cristais de oxalato de cálcio e, no seu interior, grãos de pólen esféricos com três poros germinativos e exina espinhosa. Na base do ovário dos dois tipos de flores ocorre um anel formado por três camadas de esclereídes de paredes espessadas e pontoadas; a epiderme do ovário é formada por células alongadas com paredes sinuosas, apresentando fileiras longitudinais de tricomas glandulares com cabeça bisseriada de duas a quatro células, alternadas com células oblongas a fusiformes, contendo mucilagens; numerosos agrupamentos de cristais de oxalato de cálcio ocorrem nas paredes internas

do ovário. Os aquênios apresentam células produtoras de mucilagem e tricomas glandulares na superfície; a base do aquênio é formada por um anel de esclereídes isodiamétricos, com paredes grossas e lúmen pequeno.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração amarelada; fragmentos de brácteas do invólucro com margem escariosa e cutícula estriada; estômatos anomocíticos e elementos de condução e fibras com numerosas pontoações; fragmentos de epiderme das corolas com cutícula estriada; fragmentos de epiderme das corolas com papilas; fragmentos de estilete e estigmas com papilas na extremidade desses; fragmentos de ovários ou de aquênios com restos do anel formado pelas camadas de esclereídes de paredes espessadas e pontoadas; fragmentos de paredes de ovários ou de aquênios com agrupamentos de cristais de oxalato de cálcio; tricomas glandulares bisseriados, com um pé de duas células e com cabeça formada por duas a quatro células por série, com cutícula bem expandida, formando vesícula onde se deposita o óleo volátil; grãos de pólen maduros com cerca de 30 µm; grupos de grãos de pólen imaturos com exina indistinta.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (97:3).

*Solução amostra*: diluir 50 µL de óleo volátil obtido na *Determinação de óleo volátil* em 1 mL de xileno.

*Solução referência*: diluir 2 µL de camazuleno, 5 µL de levomenol e 10 mg de acetato de bornila em 5 mL de tolueno.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de vanilina sulfúrica SR, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante um minuto.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Camazuleno: zona de coloração vermelho-rosada | Zona de coloração vermelho-rosada |
| Acetato de bornila: zona de coloração azul-violácea | Zona de coloração azul-violácea |
| | Zona de coloração violácea |
| Levomenol: zona de coloração violácea | Zona de coloração violácea |
| | Zona de coloração azul |
| | Zona de coloração amarelo-esverdeada |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 12,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 5,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 10,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Material fragmentado**. Passar 20 g de droga vegetal íntegra por tamis (710) **(5.2.11)**. No máximo 25,0%.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Adicionar 30 g de droga recentemente pulverizada em um balão de fundo redondo de 1000 mL contendo 500 mL de água como líquido de destilação e 0,5 mL de xileno no tubo graduado. Destilar a uma velocidade de 3 a 4 mL por minuto durante quatro horas. Após o final da destilação, desligar

a água do condensador, porém continuar destilando até que todo conteúdo azul aderido às paredes do condensador se junte ao óleo recolhido no tubo graduado. Reiniciar o fluxo de água e, após o início da ebulição, destilar durante mais 10 minutos. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

**Apigenina-7-*O*-glucosídeo**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 340 nm, pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm); fluxo da *Fase móvel* de 0,6 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido fórmico (99,5:0,5).

*Eluente (B)*: álcool metílico e ácido fórmico (100:0,08).

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) %*** | ***Eluente (B) %*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 – 3 | 75→50 | 25→50 | gradiente linear |
| 3 – 20 | 50 | 50 | isocrática |
| 20 – 23 | 50→0 | 50→100 | gradiente linear |
| 23 – 30 | 0 | 100 | isocrática |
| 30 – 31 | 0→75 | 100→25 | gradiente linear |
| 31 – 40 | 75 | 25 | isocrática |

*Diluente*: *Eluente (A)* e *Eluente (B)* (75:25)

*Solução amostra*: reduzir 4 g da droga a pó (500) **(5.2.11)**. Introduzir 0,2 g da droga pulverizada em um balão de fundo redondo de 50 mL e adicionar 20 mL de álcool etílico a 96%. Aquecer, sob refluxo, em banho-maria durante 15 minutos. Resfriar e filtrar em algodão. Lavar o algodão com 2 mL de álcool etílico a 96% (v/v). Adicionar ao filtrado 1 mL de solução de hidróxido de sódio a 8,5% (p/v) recentemente preparada e aquecer sob refluxo em banho-maria por 1 hora. Resfriar. Diluir até 25 mL com álcool etílico a 96% (v/v). A 5 mL dessa solução adicionar 0,05 g de ácido cítrico. Agitar durante cinco minutos. Diluir 500 µL do filtrado obtido à 1 mL com o *Diluente*. Filtrar em unidade filtrante 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver 1,0 mg de apigenina-7-*O*-glucosídeo em 10 mL de álcool metílico. Diluir 250 µL dessa solução até 2 mL com o *Diluente*. Filtrar em unidade filtrante 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Calcular o teor, em porcentagem, de apigenina-7-*O*-glucosídeo total, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{\mathrm{A}_a \times m_r \times \mathrm{FD_a} \times 100}{\mathrm{A}_r \times m_a \times \mathrm{FD_r}}$$

em que,

TA = teor de apigenina-7-*O*-glucosídeo % (p/p);
$A_a$ = área sob o pico correspondente à apigenina-7-*O*-glucosídeo na *Solução amostra*;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à apigenina-7-*O*-glucosídeo na *Solução referência*;

$m_a$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
$m_r$ = massa em gramas de apigenina-7-*O*-glucosídeo, considerando a pureza da substância de referência.
$FD_a$ = fator de diluição da *Solução amostra* (50);
$FD_r$ = fator de diluição da *Solução referência* (80);
100 = fator de conversão para teor em % (g/ 100g).

*Adequabilidade do sistema*: preparar uma solução contendo 50 µg/mL de rutina em álcool metílico. Misturar 250 µL da solução de rutina a 250 µL da *Solução referência* de apigenina-7-*O*-glucosídeo descrita nessa monografia. Completar o volume a 1 mL. O cromatograma obtido deve apresentar resolução mínima de dois minutos entre os picos da apigenina-7-*O*-glucosídeo e rutina.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

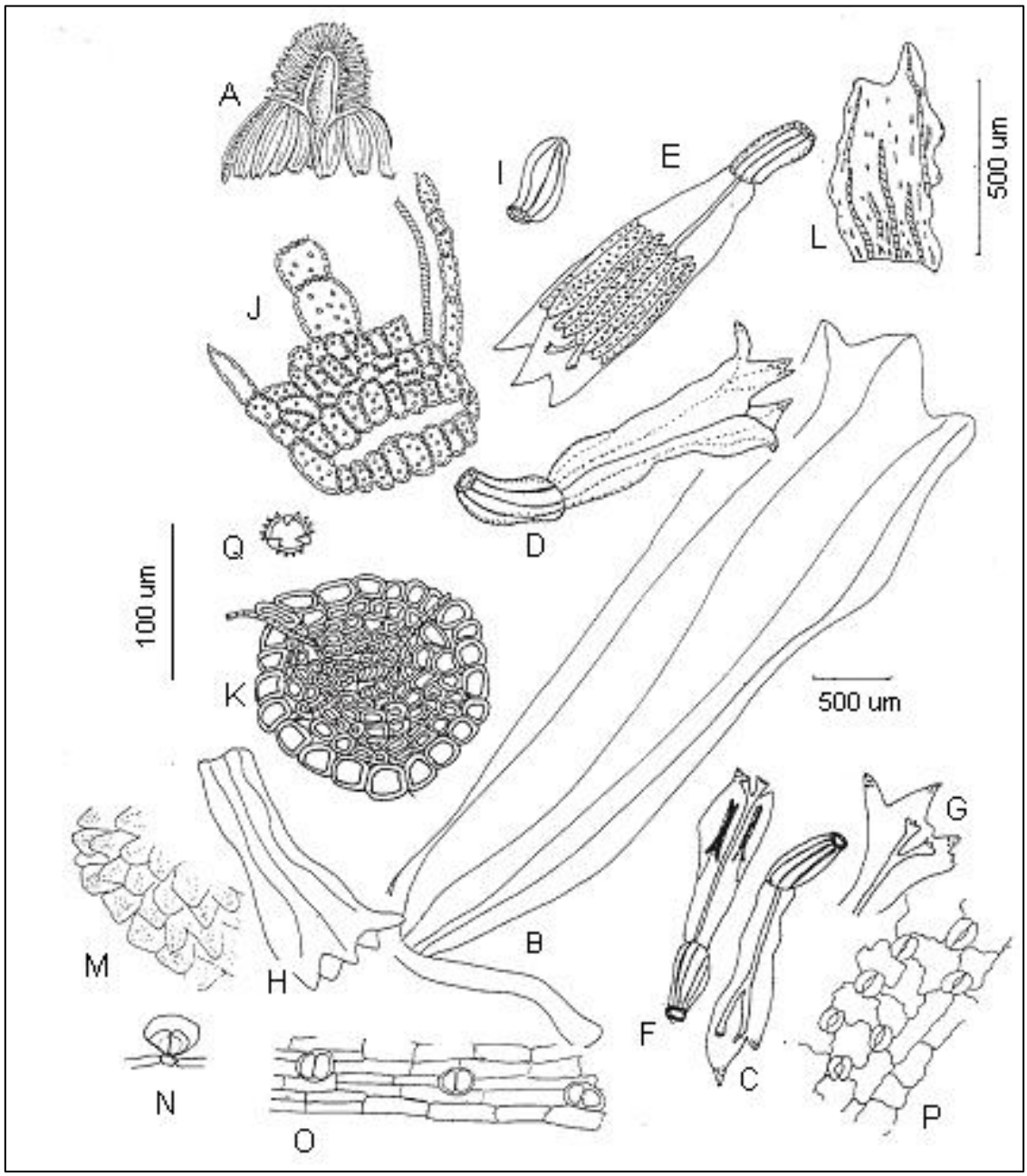


**Figura 1–Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Matricaria chamomilla* L.**

As escalas correspondem em A a 1 cm, em B e G a 1 mm, em C a F, H-I a 1 mm, em J-K a 100 µm, em L a Q a 500 µm. **A** – aspecto da secção longitudinal do capítulo. **B** - corola ligulada em vista lateral. **C** - fragmento de corola ligulada mostrando o estilete dividido em dois ramos papilosos. **D** - flor com corola tubulosa em vista lateral. **E** - flor tubulosa em vista lateral, seccionada longitudinalmente, mostrando os estames sinânteros. **F** - flor tubulosa em vista lateral, seccionada longitudinalmente, mostrando os estames epipétalos. **G** - fragmento de porção apical de corola mostrando o estilete dividido. **H** - corola tubulosa isolada. **I** - fruto isolado. **J** - anel de esclereídes de paredes espessadas e pontoadas da base do ovário, em vista lateral. **K** - anel de esclereídes de paredes espessadas e pontoadas da base do ovário, em vista frontal. **L** - fragmento de bráctea do invólucro com elementos de condução e muitas fibras. **M** - fragmento de corola com papilas evidentes. **N** - tricoma glandular em vista lateral. **O** - fragmento de epiderme da corola com tricomas glandulares, em vista frontal. **P** - fragmento da epiderme da bráctea do invólucro com estômatos anomocíticos. **Q** - grão de pólen isolado.

# CANELA-DA-CHINA, casca
## *Cinnamomi cassiae cortex*

A droga vegetal consiste de cascas secas de *Cinnamomum cassia* (L.) J.Presl (syn. *Cinnamomum aromaticum* Nees), contendo, no mínimo, 1,0% de óleo volátil, constituído por 70,0% a 90,0% de *trans*-cinamaldeído.

CARACTERÍSTICAS

Possui odor aromático característico menos acentuado que o da canela-do-ceilão.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Fragmentos de casca com 3 a 7 cm de comprimento, 1 a 2 cm de largura e 1 a 2 mm de espessura. A superfície externa, correspondente aos restos do súber, possui coloração parda, castanha ou acinzentada, com manchas ou estrias e lenticelas; a textura é rugosa e não áspera. A superfície interna, correspondente à região do floema, possui coloração castanho-clara a castanha e textura lisa e homogênea.

**B.** Descrição microscópica

O ritidoma é formado por duas a três camadas em escamação, com células de paredes suberizadas, sendo as periclinais externas espessas. Lenticelas são comuns. O felogênio é formado por células alongadas tangencialmente, contendo compostos fenólicos. Internamente ao felogênio predomina tecido parenquimático, onde ocorrem células pétreas isoladas ou agrupadas e idioblastos mucilaginosos. Idioblastos oleíferos e grande quantidade de células contendo grãos de amido simples predominantemente, ou compostos, são observados. Na região cortical ocorrem idioblastos fenólicos. Na região mais interna do parênquima cortical, próximo ao floema, ocorre uma faixa contínua e irregular de células pétreas que compreendem duas a dez camadas. O floema apresenta parênquima seriado e fibras libriformes esparsas ou isoladas. Os raios parenquimáticos são formados por duas células de largura, raro três, e cinco a 18 células de altura, onde é usual ocorrer idioblastos fenólicos com grande concentração de cristais aciculares de oxalato de cálcio similares a ráfides, além de cristais prismáticos. São observados idioblastos oleíferos e mucilaginosos.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanha; grãos de amido isolados e/ou agrupados, simples ou compostos; fragmentos de tecido parenquimático contendo grãos de amido e gotas lipídicas; grande quantidade de cristais dissociados, aciculares e/ou prismáticos de ápice truncado; células pétreas isoladas e/ou agrupadas, dissociadas ou no interior de fragmentos de tecido parenquimático; raros esclereídes colunares, isolados; fibras de 600 µm de comprimento, em média, e 35 µm de largura, em média, com paredes espessas, lúmen estreito, isoladas ou associadas a fragmentos de parênquima.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel G (0,250 mm).

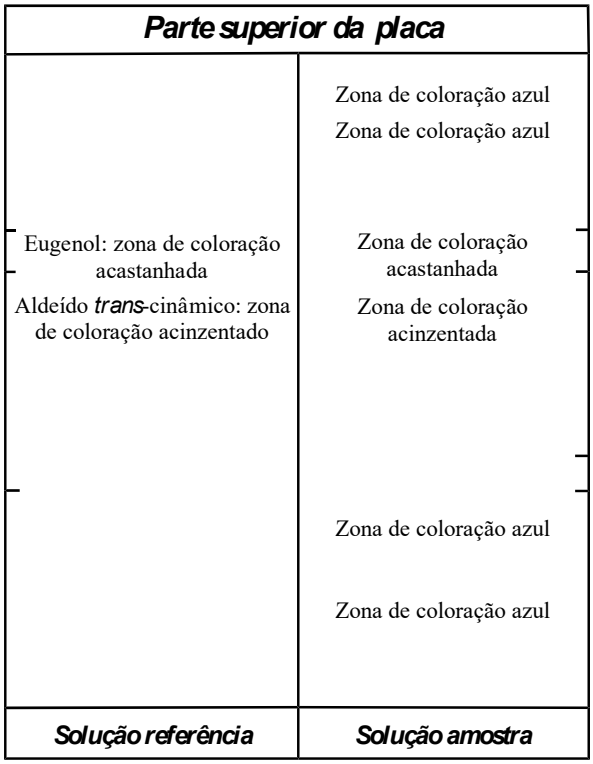
*Fase móvel*: cloreto de metileno.

*Solução amostra*: utilizar cerca de 3 g do pó e agitar durante 15 minutos com 15 mL de cloreto de metileno. Filtrar e evaporar até quase secura em banho-maria. Dissolver o resíduo com 0,4 mL de tolueno.

*Solução referência*: diluir 10 µL de eugenol e 50 µL de aldeído *trans*-cinâmico, em 10 mL de tolueno.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar durante cinco minutos. Visualizar sob luz ultravioleta as zonas de extinção de fluorescência a 254 nm. Nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR e colocar em estufa entre 100 °C e 105 °C, durante cinco minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Cinzas sulfatadas (5.4.1.5.2).** No máximo 5,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 1000 mL contendo 500 mL de água como líquido de destilação e 0,5 mL de xileno no tubo graduado. Utilizar 50 g da droga pulverizada e destilar a velocidade de 3 mL a 4 mL por minuto, durante quatro horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

***trans*-Cinamaldeído**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, utilizando mistura de nitrogênio, ar sintético e hidrogênio (1:1:10) como gases auxiliares à chama do detector; coluna cromatográfica capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com polidifenildimetilsiloxano, com espessura do filme de0,25 µm. Utilizar hélio purificado a 80 kPa de pressão como gás de arraste (1 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 80 | 60 → 300 |
| Injetor | | 220 |
| Detector | | 250 |

*Solução amostra*: diluir o óleo volátil em éter etílico (2:100).

*Procedimento*: injetar volume de 1 µL da *Solução amostra* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. O índice de retenção linear dos constituintes do óleo é calculado em relação a uma série homóloga de hidrocarbonetos ($C_8$ – $C_{22}$) e comparados com a amostra. O *trans*-cinamaldeído e o *cis*-cinamaldeído apresentam tempos de retenção linear (Índice de Retenção Relativo) de 1270 e 1219, respectivamente. Determinar as concentraçõesrelativas por integração manual ou eletrônica pelo método de normalização.

Calcular o Índice de Retenção Relativo, segundo a expressão:

$$\mathrm{IRR} = 100 \times \mathrm{n} + \frac{100 \times (\mathrm{tr}_x + \mathrm{tr}_z)}{(\mathrm{tr}_{z+1} + \mathrm{tr}_z)}$$

em que,

IRR = Índice de Retenção Relativo;
n = número de átomos de carbono do alcano de menor peso molecular;$tr_x$ = tempo de retenção do composto "x" (intermediário a $tr_z$ e $tr_{z+1}$); $tr_z$ = tempo de retenção do alcano com "n" carbonos;
$tr_{z+1}$ = tempo de retenção do alcano com "n +1" carbonos.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

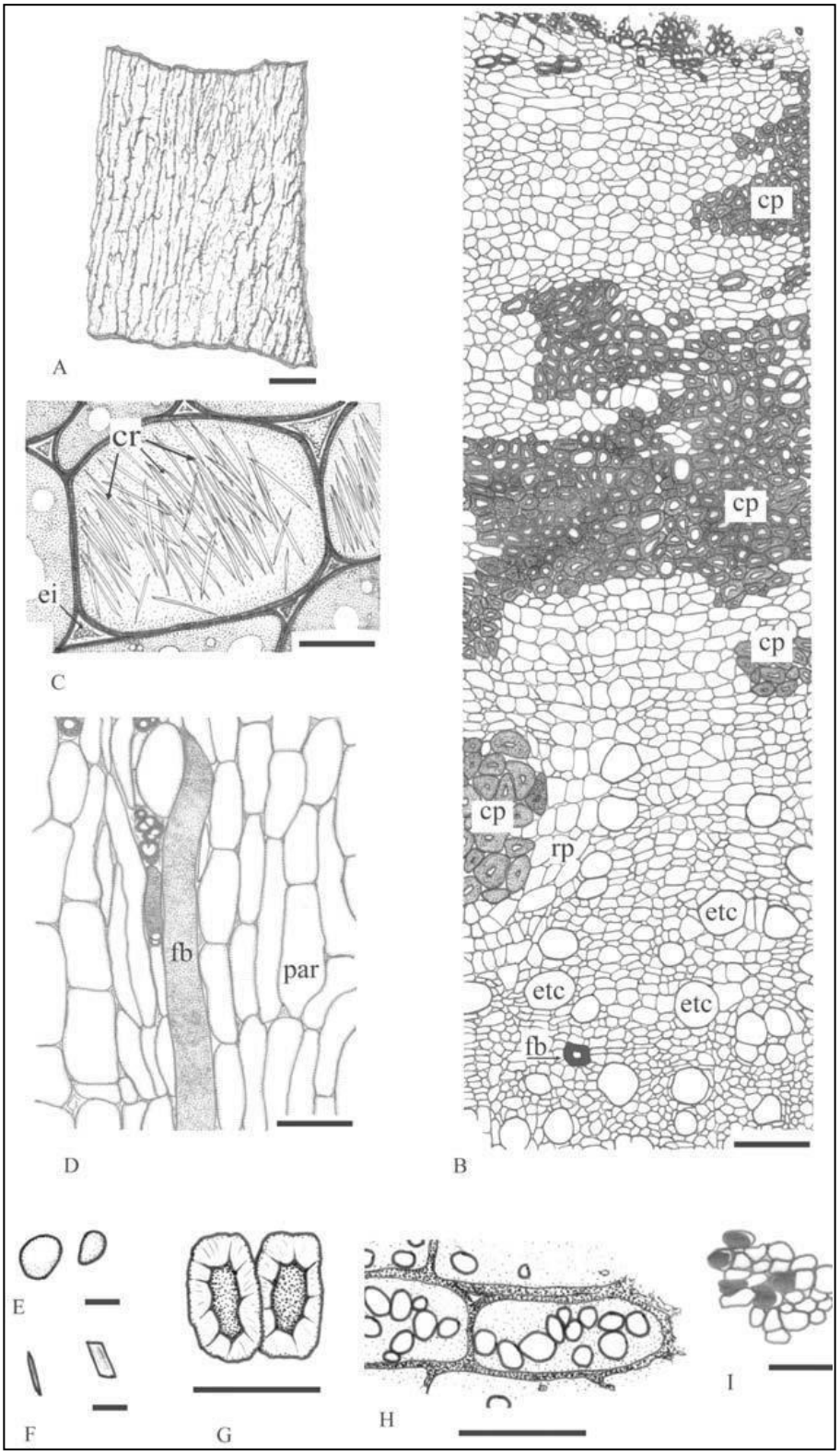



**Figura 1** – **Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do póem *Cinnamomum cassia* (L.) J.Presl**

As escalas correspondem em **A** a 5 mm; em **B** a 40 μm; em **C** a 10 μm; em **D** a 20 μm; em **E** a 17,5 μm; em **F** a 3,8 μm; em **G** a 24,5 μm; em **H** e **I** a 37,5 μm.

**A** – aspecto geral de porção da casca. **B** – aspecto histológico de porção externa da casca através de secção transversal: células pétreas (cp); raio parenquimático (rp); fibra (fb); elemento de tubo crivado (etc). **C** – detalhe de um idioblasto contendo cristais aciculares de oxalato de cálcio: cristal (cr); espaço intercelular (ei). **D** – detalhe parcial de porção do floema, em secção longitudinal: fibra (fb); parênquima (par). **E**, **F**, **G** e **H** – detalhes do pó. **E** – grãos de amido. **F** – cristais truncado e acicular. **G** – células pétreas. **H** – células de parênquima com grãos de amido. **I** – células parenquimáticas com inclusão lipídica.

# CANELA-DO-CEILÃO, casca
## *Cinnamomi zeylanici cortex*

A droga vegetal consiste de cascas secas de *Cinnamomum verum* J.Presl (syn. *Cinnamomum zeylanicum* Blume), isentas da periderme e do parênquima cortical externo, provenientes do caule principal e de ramificações desse, contendo, no mínimo, 1,2% de óleo volátil contendo, no mínimo, 60% de *trans*-cinamaldeído.

CARACTERÍSTICAS

A droga apresenta aroma característico de aldeído cinâmico.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Porções de cascas apresentam-se enroladas para dentro nas duas margens, formando tubos, com em média 30 cm de comprimento e 0,2 a 0,4 mm de espessura. Externamente a superfície é lisa ou com estrias longitudinais levemente mais escuras, podendo ou não ser paralelas e com ondulações que podem ser regulares. A coloração externa é castanho-pardacenta, enquanto a interna é castanho-escura a quase vinácea.

**B.** Descrição microscópica

A porção de casca é restrita ao floema e tecidos adjacentes. A região externa, em secção transversal, possui células pétreas que ocorrem em grupos numerosos em faixas descontínuas no parênquima. Nas células parenquimáticas ocorrem, simultaneamente, cristais de oxalato de cálcio, prismáticos, aciculares pequenos, de ápices agudos ou truncados, romboédricos, além de idioblastos oleíferos e fenólicos. Idioblastos mucilaginosos e oleíferos ocorrem junto ao floema. Os raios parenquimáticos do floema possuem uma a duas células de largura e seis a 14 células de altura e apresentam cristais aciculares em grande quantidade. Grãos de amido simples ocorrem em todos os tecidos. Longitudinalmente, são observadas fibras libriformes, esparsas e usualmente isoladas. Esclereídes colunares ramificados podem ser observados.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanha; abundantes grãos de amido, isolados e/ou agrupados; células parenquimáticas isodiamétricas, contendo abundantes grãos de amido, assim como gotas lipídicas; grande quantidade de cristais de oxalato de cálcio de forma prismática, romboédrica e/ou acicular, de ápices truncados ou agudos; numerosas fibras de 600 µm de comprimento, em média, e 35 µm de largura, em média, com paredes espessadas, lúmen estreito, isoladas ou associadas a fragmentos de parênquima; esclereídes colunares ramificados e abundantes células pétreas, isoladas e/ou agrupadas, dissociadas ou no interior de fragmentos de tecido parenquimático.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel G (0,250 mm).

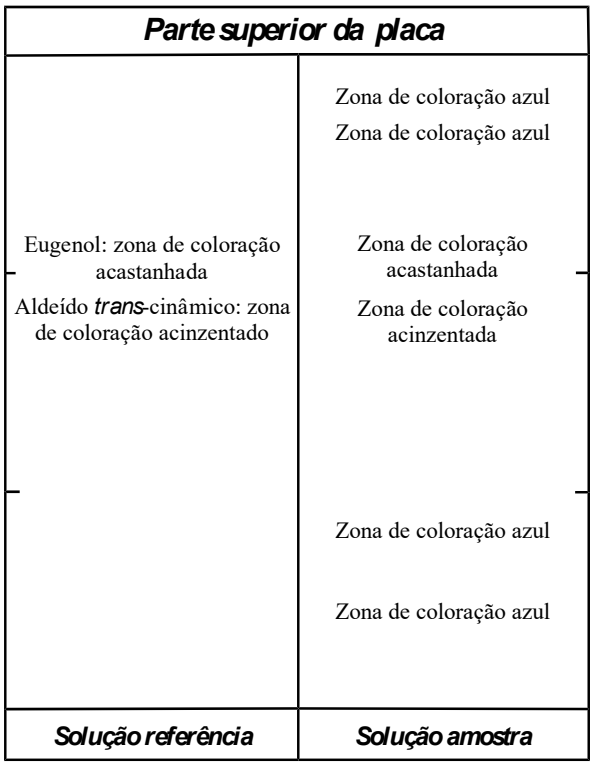
*Fase móvel*: cloreto de metileno.

*Solução amostra*: utilizar cerca de 3 g do pó e agitar durante 15 minutos com 15 mL de cloreto de metileno. Filtrar e evaporar até quase secura em banho-maria. Dissolver o resíduo com 0,4 mL de tolueno.

*Solução referência*: dissolver 10 µL de eugenol e 50 µL de aldeído *trans*-cinâmico, em 10 mL de tolueno.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar durante cinco minutos. Visualizar sob luz ultravioleta as zonas de extinção de fluorescência a 254 nm e zona de florescência a 365 nm. Nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR e colocar em estufa entre 100 °C e 105 °C, durante cinco minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 5,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos Voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar um balão de 1000 mL, contendo 500 mL de água como líquido de destilação. Reduzir a amostra a pó grosseiro e proceder, imediatamente, à determinação do óleo volátil a partir de 50 g da droga em pó (710 µm). Destilar durante quatro horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

***trans*-Cinamaldeído**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo a gás provido de detector por ionização de chama, utilizando mistura de nitrogênio, ar sintético e hidrogênio (1:1:10) como gases auxiliares à chama do detector; coluna cromatográfica capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com polidifenildimetilsiloxano, com espessura do filme de 0,25 µm. Utilizar hélio a 80 kPa de pressão como gás de arraste (1,0 mL/minuto).

*Temperatura:*

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 80 | 60→ 300 |
| Injetor | | 220 |
| Detector | | 250 |

*Solução amostra*: diluir o óleo volátil em éter etílico (2:100).

*Procedimento*: injetar volume de 1 µL da *Solução amostra* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. O aldeído cinâmico apresenta tempo de retenção linear relativo de 1266 (*Z*) e 1214 (*E*). Determinar as concentrações relativas por integração manual ou eletrônica pelo método de normalização. Calcular o Índice de retenção relativo (IRR), segundo a expressão:

$$\mathrm{IRR} = 100 \times \mathrm{n} + \frac{100 \times (\mathrm{tr_x} - \mathrm{tr_z})}{(\mathrm{tr_{z+1}} - \mathrm{tr_z})}$$

em que,

IRR = Índice de Retenção Relativo;
n = número de átomos de carbono do alcano de menor peso molecular;
$tr_x$ = tempo de retenção do composto "x" (intermediário a $tr_z$ e $tr_{z+1}$);
$tr_z$ = tempo de retenção do alcano com "n" carbonos;
$tr_{z+1}$ = tempo de retenção do alcano com "n +1" carbonos.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

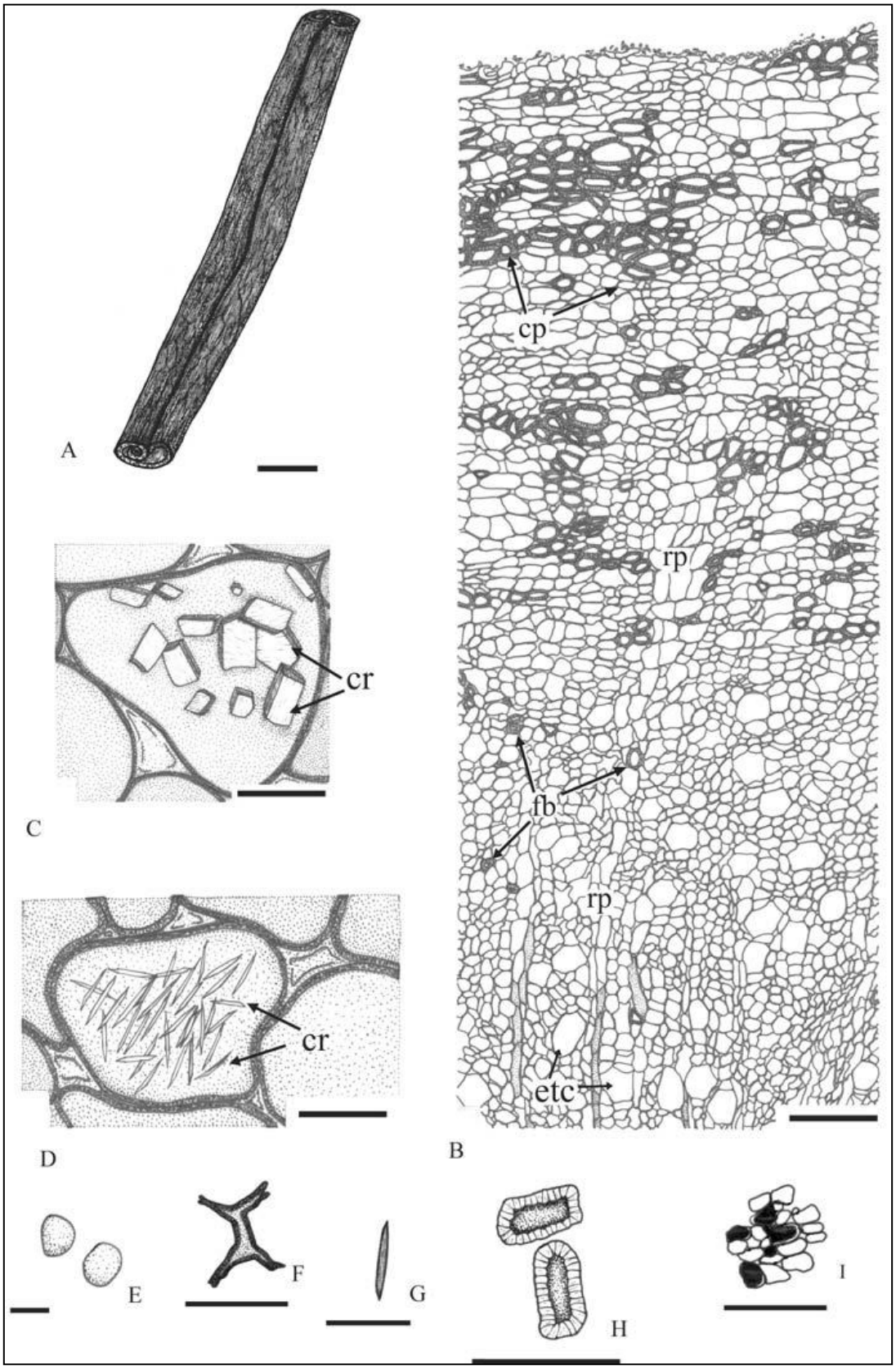



**Figura 1 - Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Cinnamomum verum* J.Presl**

As escalas correspondem em **A** a 15 mm; em **B** a 80 μm; em **C** e **D** a 10 μm; em **E** a 12,5 μm; em **F** e **I** a 37,5 μm; em **G** a 17,5 μm; em **H** a 125,0 μm.

**A** – aspecto geral de porção da casca; **B** – aspecto histológico da casca através de secção transversal: células pétreas; elemento de tubo crivado (etc); fibra (fb); raio parenquimático (rp); **C** – idioblasto contendo cristais prismáticos de oxalato de cálcio: cristal (cr); **D** – idioblasto contendo cristais tipo ráfi de oxalato de cálcio: cristal (cr); **E** – **H** – detalhes do pó;

**E** – grãos de amido; **F** – esclereíde colunar ramificado; **G** – cristal acicular; **H** – células pétreas; **I** – células parenquimáticas com inclusão lipídica.

# CANNABIS, inflorescência
## *Cannabis flos*

A droga vegetal consiste de inflorescências femininas e secas, inteiras ou fragmentadas, de *Cannabis sativa* L., contendo no mínimo 80,0% e no máximo 120,0% dos valores declarados dos canabinoides $\Delta^9$-tetraidrocanabinol ($C_{21}H_{30}O_2$, 314,46), canabidiol ($C_{21}H_{30}O_2$, 314,46), ácido tetraidrocanabinólico ($C_{22}H_{30}O_4$, 358,47) e ácido canabidiólico ($C_{22}H_{30}O_4$, 358,47); e não mais que 1% de canabinol ($C_{21}H_{26}O_2$, 310,42), em relação à droga seca.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

A inflorescência feminina é um racemo composto altamente ramificado que aparece em glomérulos densos, medindo de 1 a 6 cm de comprimento e largura, com inúmeras flores nas axilas superiores dos ramos. As flores femininas são esverdeadas a marrom-esverdeadas subsésseis, agrupadas e envoltas por numerosas pequenas brácteas foliáceas de coloração verde pálida, sendo que as inferiores, mais longas e mais escuras, se sobressaem da inflorescência. Em algumas inflorescências, as projeções estigmáticas alaranjadas a amarronzadas das flores femininas ficam expostas. À medida que as inflorescências passam pelo processo de maturação, a cor dos estigmas muda de amarelado esbranquiçado para marrom-avermelhado. Brácteas foliáceas variam de tamanho e forma, podendo ser inteiras e lanceoladas a romboedro-longo-apiculadas ou recortadas, com uma ou mais expansões basais laterais a visivelmente trifolioladas com margens serrilhadas. As lâminas e as margens são cobertas por tricomas glandulares pegajoso-resinosos, de pedicelos curtos a longos, além de tricomas tectores simples, mais longos do que os glandulares. As bractéolas têm bordos inteiros a levemente serrados e apresentam tricomas glandulares. Cada flor é formada por um ou dois ovários envolvidos por um invólucro cupuliforme, sendo cada ovário continuado pelo estigma que, por sua vez, apresenta duas longas ramificações filiformes alaranjadas a amarronzadas, articuladas na base, e cobertas por numerosas papilas. A flor feminina mede de 5 a 9 mm de comprimento, sendo que o ovário mede até 2 mm e os estiletes de 3 a 7 mm. Os frutos, quando presentes, são aquênios ovoides a quase globosos, uniloculares, monospérmicos, medindo cerca de 2 mm de diâmetro, com coloração branca esverdeada ou amarronzada.

**B.** Descrição microscópica

As brácteas da inflorescência, em vista frontal da face adaxial apresentam células epidérmicas de paredes anticlinais retas com estrias epicuticulares, presença de pequenos tricomas glandulares bulbosos de pedicelo unicelular ou bicelular e cabeça com poucas células e raros tricomas unicelulares curtos e cônicos, de paredes espessadas, contendo cistólito na base. A face abaxial apresenta células epidérmicas menores do que as da face adaxial, com paredes anticlinais sinuosas, estômatos anomocíticos, tricomas glandulares capitados de pedicelo pluricelular e plurisseriado, terminado por 2 a 4 células, que suportam uma cabeça globulosa formada por 8 a 16 células, com disposição radial, tricomas sésseis de cabeça glandular, e tricomas tectores unicelulares, longos, de paredes espessadas ou não, não cistolíticos ou mais raro com um cistólito na base, além dos tricomas previamente descritos para a face adaxial. Em secção transversal, a epiderme é unisseriada em ambas as faces; subjacente ocorre um tecido clorenquimático de aspecto paliçádico denso, onde podem ser vistas numerosas drusas, isoladas ou agrupadas. Esse parênquima pode ser seguido ou não de algumas células arredondadas. As bractéolas têm características semelhantes às das brácteas.

**C.** Descrição microscópica do pó

O pó satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, com exceção dos caracteres macroscópicos. São características: coloração esverdeada a amarronzada; fragmentos de ramificações estigmáticas recobertas de papilas alongadas, de paredes finas e arredondadas na porção apical; fragmentos de epiderme com restos de parênquima clorofiliano; fragmentos de epiderme com tricomas tectores cônicos cistolíticos, localizados em depressão na epiderme; fragmentos de epiderme com tricomas glandulares capitados; fragmentos de epiderme com tricomas tectores simples; fragmentos do invólucro cupuliforme do ovário com epiderme de paredes anticlinais poligonais ou sinuosas muito finas; tricomas glandulares capitados e tricomas tectores, simples ou cistolíticos; fragmentos de cabeças glandulares e de pedicelos pluricelulares e plurisseriados de tricomas; fragmentos de papilas estigmáticas; drusas de oxalato de cálcio e cistólitos de carbonato de cálcio isolados ou em fragmentos de tecidos.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* (**5.2.17.1**)

*Fase estacionária*: Sílica-gel G $F_{254}$ (0,20 mm).

*Fase móvel*: hexano, acetato de etila e metanol (85:10:5), acidificada com ácido acético glacial (0,2% v/v).

*Solução amostra*: utilizar a *Solução amostra* preparada conforme descrito em *Doseamento.*

*Solução referência:* preparar uma solução contendo 25 µg/mL em metanol de cada um dos padrões dos canabinoides ácido canabidiólico (CBDA), ácido tetraidrocanabinólico (THCA), canabinol (CBN), canabidiol (CBD) e $\Delta^9$-tetraidrocanabinol ($\Delta^9$-THC).

*Procedimento*: pré-condicionar a cromatoplaca realizando uma etapa de eluição prévia com metanol. Levar a cromatoplaca à estufa (100 a 110 ºC) até completa secagem e utilizar em seguida. Aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de bandas (6 a 8 mm de largura), 10 µL da *Solução amostra* e 25 µL da *Solução referência*, respeitando o espaçamento mínimo de 3 mm entre as bandas, de 10 mm da base e de 15 mm das laterais da placa. Desenvolver o cromatograma em câmara de eluição previamente saturada, sem utilizar papel de filtro. Remover a cromatoplaca, deixar secar ao ar e, em seguida, examinar sob luz ultravioleta (254 nm). Nebulizar a cromatoplaca com *vanilina sulfúrica SR* e colocar em estufa entre 100 e 105 ºC durante cinco minutos. Examinar sob luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir, há os padrões de zonas que se espera observar nos cromatogramas correspondentes à *Solução referência* e à *Solução amostra*, sendo que, para esta última, o perfil cromatográfico observado é dependente do quimiotipo. No caso das amostras pertencentes ao quimiotipo I (THC-dominante), a zona correspondente ao canabinol (CBN) pode não ser observada, principalmente em amostras recentes. Quando presente, é geralmente menos intensa em comparação à zona correspondente ao $\Delta^9$-tetraidrocanabinol ($\Delta^9$-THC), sendo o aumento de sua intensidade indicativo de degradação. Outras zonas podem, ocasionalmente, estar presentes. Entre os outros constituintes passíveis de detecção, destacam-se o ácido canabigerólico (CBGA), que apresenta fator de retenção inferior ao do ácido canabidiólico; o canabigerol (CBG), que apresenta fator de retenção intermediário entre o do ácido tetraidrocanabinólico e o do canabinol; e o $\Delta^8$-tetraidrocanabinol ($\Delta^8$-THC), que apresenta fator de retenção ligeiramente superior ao do $\Delta^9$-tetraidrocanabinol.

| ***Parte superior da placa*** | | | |
|---|---|---|---|
| $\Delta^9$-THC: zona de coloração violeta<br>CBD: zona de coloração violeta<br>CBN: zona de coloração rosada<br>THCA: zona de coloração violeta<br>CBDA: zona de coloração violeta | zona de coloração violeta<br>zona de coloração rosada<br>zona de coloração violeta intensa | zona de coloração violeta<br>zona de coloração violeta<br>zona de coloração violeta intensa<br>zona de coloração violeta intensa | zona de coloração violeta<br>zona de coloração violeta intensa |
| ***Solução de referência*** | ***Solução amostra (quimiotipo I, THC-dominante)*** | ***Solução amostra (quimiotipo II, intermediário)*** | ***Solução amostra (quimiotipo III, CBD-dominante)*** |

*Adequabilidade do sistema:* o cromatograma correspondente à *Solução referência* deve apresentar, após revelação com *vanilina sulfúrica SR*, cinco zonas distintas e bem resolvidas, de intensidades semelhantes, com o padrão de distribuição indicado no esquema acima.

**E**. Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* (**5.2.17.4**), utilizando as condições descritas em *Doseamento*. Registrar os cromatogramas correspondentes à *Solução amostra* e à *Solução referência (2)* e obter os espectros de absorção no ultravioleta/visível na faixa de 200 a 400 nm para os sinais majoritários com tempos de retenção ($t_R$) entre 4 e 30 minutos. Examinar os perfis cromatográficos obtidos.

*Amostras pertencentes ao quimiotipo I (THC-dominante)*: os perfis cromatográficos típicos apresentam um sinal majoritário em aproximadamente 12,5 minutos; com espectro de absorção no ultravioleta caracterizado por uma banda intensa com máximo em aproximadamente 220 nm e duas outras bandas de menor intensidade, com máximos em aproximadamente 260 e 300 nm; correspondente ao ácido tetraidrocanabinólico. Também pode ser observado um sinal menos intenso em aproximadamente 26,3 minutos; com espectro de absorção no ultravioleta caracterizado por uma banda principal com máximo em aproximadamente 215 nm; correspondente ao $\Delta^9$-tetraidrocanabinol. Um sinal menos intenso, em aproximadamente 24,8 minutos; com espectro de absorção no ultravioleta caracterizado por duas bandas com máximos de absorção em aproximadamente 220 e 275 nm; correspondente ao canabinol, também pode estar presente, além de outros sinais minoritários com espectros de absorção semelhantes aos do ácido tetraidrocanabinólico ou do $\Delta^9$-tetraidrocanabinol, sendo indicativos da presença de outros canabinoides ácidos ou neutros, respectivamente (Figura 1).

*Amostras pertencentes ao quimiotipo II (intermediário)*: os perfis cromatográficos típicos apresentam, além dos sinais em aproximadamente 12,5 minutos e 26,3 minutos, descritos para as *amostras pertencentes ao quimiotipo I*, outros sinais notáveis em aproximadamente 6,7 minutos e 18,8 minutos; com espectros de absorção no ultravioleta semelhantes aos do ácido tetraidrocanabinólico e do $\Delta^9$-tetraidrocanabinol, respectivamente; sendo o primeiro correspondente ao ácido canabidiólico e o segundo ao canabidiol. Outros sinais minoritários com espectros de absorção semelhantes aos descritos também podem estar presentes, sendo indicativos da presença de outros canabinoides (Figura 1).

*Amostras pertencentes ao quimiotipo III (CBD-dominante)*: os perfis cromatográficos típicos apresentam um sinal majoritário em aproximadamente 6,7 minutos, correspondente ao ácido canabidiólico, sendo seu espectro de absorção semelhante ao descrito para o ácido tetraidrocanabinólico. Também pode ser observado um sinal menos intenso em aproximadamente 18,8 minutos, correspondente ao canabidiol, sendo seu espectro de absorção no ultravioleta semelhante ao descrito para o $\Delta^9$-tetraidrocanabinol. Outros sinais minoritários com espectros de absorção semelhantes aos descritos também podem estar presentes, sendo indicativos da presença de outros canabinoides (Figura 1).

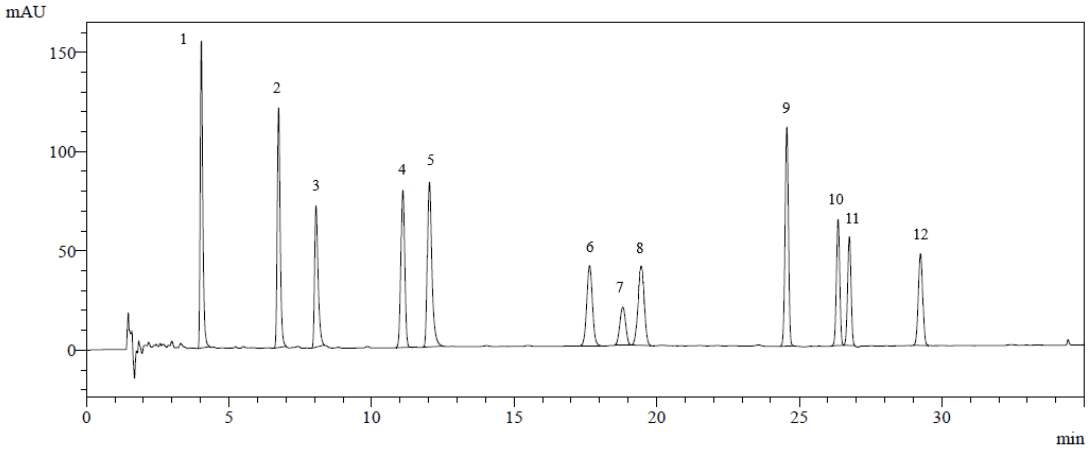



**Figura 1: Cromatograma ilustrativo do perfil cromatográfico contendo os principais canabinoides passíveis de serem encontrados em *Cannabis sativa* L.** 1- ácido canabidivarínico; 2- ácido canabidiólico; 3- ácido canabigerólico; 4- canabidivarina; 5- ácido tetraidrocanabinólico; 6- tetraidrocanabivarina; 7-canabidiol; 8- canabigerol; 9-canabinol; 10- $\Delta^9$-tetraidrocanabinol; 11- $\Delta^8$-tetraidrocanabinol; 12- canabicromeno.

TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 5% de hastes com diâmetro igual ou superior a 3 mm e, no máximo, 2% de outras matérias estranhas, incluindo frutos (aquênios). Ausência de mofo, insetos, partes podres e outras sujidades.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 20%

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 4%.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. Determinar em 1,0 g da amostra em dessecador, sob pressão reduzida, até peso constante. No máximo 12%.

**Contagem do número de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Limite de canabinol.** Proceder conforme descrito em descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* (**5.2.17.4**), utilizando as condições descritas em *Doseamento.* Registrar os cromatogramas e integrar a área sob o pico correspondente ao canabinol. O tempo de retenção do canabinol é de aproximadamente 24,8 minutos. Calcular o teor de canabinol na amostra, utilizando seu fator de correção frente ao canabidiol ($F_c$= 0,60) e considerando a média dos resultados, segundo a expressão:

$$T_a\,(\%) = \frac{A_a \times 0{,}60 \times C_p}{10 \times A_p}$$

em que
$T_a$ = teor percentual do canabinol na amostra (m/m);
$A_a$ = área do sinal analítico referente ao canabinol no cromatograma correspondente à *solução amostra*;
$A_p$ = área do sinal analítico correspondente ao canabidiol no cromatograma correspondente à *solução de referência*;
$C_p$ = concentração da *solução de referência* de canabidiol, em µg/mL;
10 = fator de diluição, considerando a relação droga:extrato da solução amostra igual a1 mg/mL;
0,60 = fator de correção do canabinol frente ao canabidiol, correspondente a 1/Fator de Resposta Relativo (FRR).

DOSEAMENTO

**Ácido canabidiólico, ácido tetraidrocanabinólico, canabidiol e Δ9-tetraidrocanabinol**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 220 nm; pré-coluna empacotada com sílica ligada a grupo octadecilsilano, coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com partículas de núcleo sólido (*core shell*) revestido por sílica ligada a grupo octadecilsilano (2,6 µm), mantida à temperatura de (25 ± 1 ºC); fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

*Eluente (A):* mistura de água e ácido acético glacial (100:0,05), ajustar o pH para 4,40 ± 0,05 utilizando hidróxido de amônio.

*Eluente (B):* acetonitrila.

| *Tempo (minutos)* | *Eluente (A) (%)* | *Eluente (B) (%)* | *Eluição* |
|---|---|---|---|
| **0 - 15** | 44 → 39 | 56 → 61 | gradiente linear |
| **15 - 19** | 39 | 61 | isocrática |
| **19 - 23** | 39 → 25 | 61 → 75 | gradiente linear |
| **23 - 30** | 25 | 75 | isocrática |
| **30 - 31** | 25 → 44 | 75 → 56 | gradiente linear |
| **31 - 35** | 44 | 56 | isocrática |

*Solução amostra:* pesar, com exatidão, 20 mg da amostra triturada e homogeneizada (granulometria entre 180 e 250 µm), descontando-se a perda por dessecação, e transferir para um tubo de ensaio com tampa de rosca. Adicionar 4 mL de metanol, tampar o recipiente e levar a banho de ultrassom (frequência 40 kHz) por 10 minutos. Centrifugar a 3000 rpm durante 5 minutos. Transferir o

sobrenadante para balão volumétrico âmbar de 20,0 mL, preservando o material vegetal contido no tubo. Repetir o procedimento com o material reservado, utilizando o mesmo volume de solvente e o mesmo tempo de extração. Na última etapa extrativa, filtrar o conteúdo do tubo em papel de filtro, de forma a remover eventuais resíduos do material vegetal. Reunir os extratos obtidos no balão volumétrico de vidro âmbar. Completar o volume com metanol (relação droga:extrato final: 1 mg/mL). Filtrar 2 mL da solução obtida em unidade filtrante de PTFE de 0,45 µm, desprezando os primeiros 0,5 mL e transferindo o restante para um *vial* de vidro âmbar.

*Solução estoque:* pesar, com exatidão 20 mg, do padrão analítico de canabidiol e transferir para balão volumétrico de 2,0 mL. Adicionar 1 mL de metanol e levar ao banho de ultrassom (frequência 40 kHz) durante 10 minutos ou até completa solubilização. Completar o volume com o mesmo solvente e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de PTFE de 0,45 µm, transferir a solução para frasco de vidro âmbar e vedar adequadamente. Armazenar em congelador até o momento do uso (concentração final: 10 mg/mL).

*Solução referência (1):* transferir 120 µL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 20,0 mL. Completar o volume com metanol e homogeneizar. Filtrar a solução em unidade filtrante de PTFE de 0,45 µm e transferir para *vial* de vidro âmbar (concentração final: 60 µg/mL).

*Solução referência (2):* preparar uma solução a 25 µg/mL em acetonitrila de cada um dos seguintes canabinoides: ácido canabidiólico, ácido canabigerólico, ácido tetraidrocanabinólico, tetraidrocanabivarina, canabidiol, canabigerol, canabinol, $\Delta^9$-tetraidrocanabinol e $\Delta^8$-tetraidrocanabinol. Transferir para um *vial* de vidro âmbar.

*Adequabilidade do sistema*: injetar 5 µL da *Solução referência (2)* em, no mínimo, triplicata.
*Resolução entre os picos: Solução referência (2),* no mínimo 1,5 entre os pares de canabinoides canabidiol/canabigerol e $\Delta^9$-tetraidrocanabinol/$\Delta^8$- tetraidrocanabinol e no mínimo 2,0 entre os demais canabinoides.
*Fator de cauda*: *Solução referência (2),* no máximo 1,5.
*Desvio padrão relativo (DPR)*: *Solução referência (2),* no máximo 2,0% para as áreas e tempos de retenção dos picos registrados nas diferentes replicatas de análise.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 5 µL da *Solução referência (1)* e da *Solução amostra*, com injeções em triplicata. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos correspondentes aos canabinoides ácido canabidiólico, ácido tetraidrocanabinólico, canabidiol e $\Delta^9$-tetraidrocanabinol, se presentes. Os tempos de retenção desses analitos são de, aproximadamente, 6,7 minutos; 12,5 minutos; 18,8 minutos e 26,3 minutos, respectivamente. Calcular o teor dos analitos utilizando os respectivos fatores de correção frente ao canabidiol e considerando a média dos resultados, segundo a expressão:

$$T_a\,(\%) = \frac{A_a \times F_c \times C_p}{10 \times A_p}$$

em que,

$T_a$ = teor percentual do canabinoide de interesse na amostra (m/m);
$A_a$= área sob o pico de interesse na *Solução amostra*;
$A_p$= área sob o pico correspondente ao canabidiol na *Solução referência (1)*;
$C_p$= concentração da *Solução referência (1)*, em µg/mL;
10= fator de diluição, considerando a relação droga:extrato da solução amostra igual a1 mg/mL;
$F_c$= fator de correção correspondente a 1/Fator de Resposta Relativo (FRR).

| ***Analito*** | ***Fator de correção ($F_c$)*** |
|---|---|

| | |
|---|---|
| **Ácido canabidiólico** | 0,73 |
| **Ácido tetraidrocanabinólico** | 0,78 |
| **Canabidiol** | 1,00 |
| **Canabinol** | 0,60 |
| **$\Delta^9$-tetraidrocanabinol** | 1,04 |

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado, ao abrigo da luz e do calor, em temperatura inferior a 25 ºC.

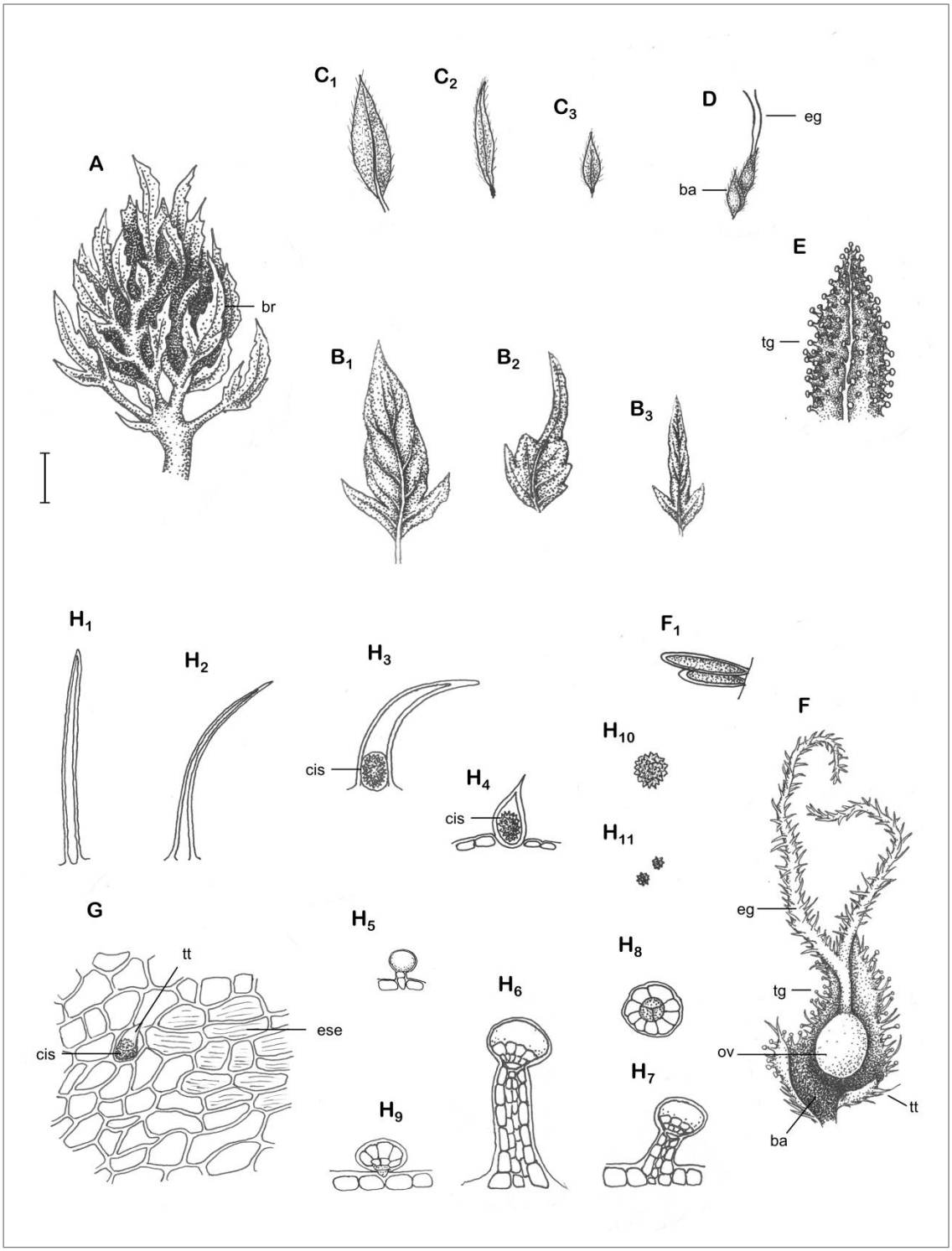



**Figura 2: Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Cannabis sativa* L.**

A escala corresponde a: 1 cm em **A**; 3 mm em **B1** e **B2**; 2 mm em **B3**, **C1, C2** e **C3**; 3 mm em **D**; 500µm em **E** e **F**; e 50 µm em **F1**, **G** e **H**.

**A** – aspecto geral da inflorescência feminina: bráctea (br). **B** – aspecto geral de brácteas da inflorescência feminina. **C** – aspecto geral de bractéolas da flor feminina. **D** – aspecto geral de flor feminina: projeções estigmáticas (eg); bractéola (ba). **E**- extremidade de uma bractéola observada em microscopia óptica: tricomas glandulares (tg). **F** – flor feminina observada em microscopia óptica: ovário (ov); projeções estigmáticas (eg); bractéola (ba); tricomas tectores (tt) e tricomas glandulares da bractéola (tg). **F1**- detalhe das papilas estigmáticas. **G** - detalhe da face adaxial da epiderme de uma bráctea da inflorescência, em vista frontal, mostrando células epidérmicas com estrias epicuticulares (ese) e tricoma curto (tt) com cistólito (cis). **H** - tricomas e cistólitos presentes em brácteas. **H1** - tricoma tector simples unicelular, de paredes espessadas. **H2** – tricoma tector simples unicelular, de paredes delgadas. **H3** – tricoma tector cônico, longo e com um cistólito basal (cis). **H4** – tricoma tector cônico, curto, com um cistólito grande (cis). **H5** – tricoma glandular bulboso com cabeça unicelular. **H6** – tricoma glandular capitado com pedicelo longo, pluricelular e plurisseriado. **H7** - tricoma glandular

com pedicelo curto, pluricelular e plurisseriado. **$H_8$** – cabeça de tricoma glandular, em vista frontal. **$H_9$ -** tricoma glandular séssil. **$H_{10}$** – cistólito de carbonato de cálcio. **$H_{11}$** – cristais de oxalato de cálcio (drusas).

# CAPIM-LIMÃO, folha
## *Cymbopogonis folium*

A droga vegetal consiste de folhas dessecadas de *Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf contendo, no mínimo, 0,5% de óleo volátil.

NOMES POPULARES

Capim-cidró, capim-santo.

CARACTERÍSTICAS

As folhas secas apresentam odor característico de citral.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas constituídas por bainha convoluta e lâmina. Bainha alargada em direção à base, de 4 a 26 cm de comprimento, com 0,6 a 6,5 cm de largura na região basal, 1,0 a 3,5 cm na região mediana e 0,9 a 2,1 cm na região apical. Lígula com 0,2 cm de altura, curta e truncada, membranosa, com tricomas simples na base da face adaxial da lâmina. Lâmina de 60 a 85 cm de comprimento, 0,8 a 1,1 cm de largura na região basal e 1,4 a 1,8 cm na região mediana, verde-grisácea quando seca, linear-lanceolada, acuminada no ápice, plana na porção expandida e canaliculada e estreitada na porção basal, áspera devido aos tricomas curtos e silicosos; margem inteira, com tricomas rígidos e cortantes em maior quantidade do que no restante da lâmina; nervuras paralelas, a mediana mais desenvolvida e pronunciada na face abaxial.

**B.** Descrição microscópica

A bainha foliar, em vista frontal, apresenta na face adaxial epiderme com células de paredes retilíneas, enquanto na face abaxial as paredes são bastante sinuosas. Escassos tricomas unicelulares silicosos e estômatos, também dispostos em fileiras, ocorrem na região entre as nervuras, em ambas as faces. Em secção transversal, o parênquima fundamental é formado por células volumosas que preenchem quase toda a secção, acompanhados de células secretoras. Junto à face abaxial ocorre um clorênquima. Os feixes vasculares são do tipo colateral e agrupamentos de fibras subepidérmicos ocorrem voltados para ambas as faces. A lâmina foliar, em vista frontal, mostra epiderme de células dispostas em fileiras e composta por células fundamentais ricas em gotas lipídicas e células especializadas: estômatos tetracíticos, células buliformes (estas exclusivas da face adaxial), células suberosas e tricomas silicosos unicelulares e curtos. A lâmina foliar, em secção transversal apresenta mesofilo homogêneo e epiderme uniestratificada. Na face adaxial as células fundamentais na região dos feixes vasculares maiores são muito menores do que as buliformes. Os feixes vasculares são do tipo colateral e de diferentes tamanhos e possuem bainha especializada do tipo kranz; nos feixes mais desenvolvidos ocorre uma bainha mestomática. Cordões de fibras ocorrem em ambas as faces, opostos aos feixes vasculares, sendo que, na face adaxial, acompanham somente os feixes vasculares mais desenvolvidos. As células do clorênquima distribuem-se radialmente em torno dos feixes. Células secretoras ocorrem na região limítrofe entre o clorênquima e o parênquima fundamental.

**C.** Reações histoquímicas

As células secretoras da bainha e da lâmina são visualizadas em reação com lugol, na qual o conteúdo celular mostra-se denso, de coloração castanha ou vermelho denso, em material fresco ou seco. Na

reação com vanilina sulfúrica, o conteúdo das células secretoras mostra-se marrom e denso, podendo estar colapsado e concentrado junto à parede celular. Para a reação com vanilina sulfúrica os cortes devem ser imersos no álcool etílico, passados para a vanilina e flambados, submersos nessa, por dois minutos. A lâmina, para observação, deve ser montada em álcool etílico e os cortes não devem ser passados em água.

**D.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração verde-clara a verde-grisácea; porções da epiderme, segundo a descrição microscópica da folha; grande quantidade de fragmentos das nervuras, com tricomas silicosos; porções do mesofilo foliar, porções do bordo com tricomas silicosos.

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (93:7).

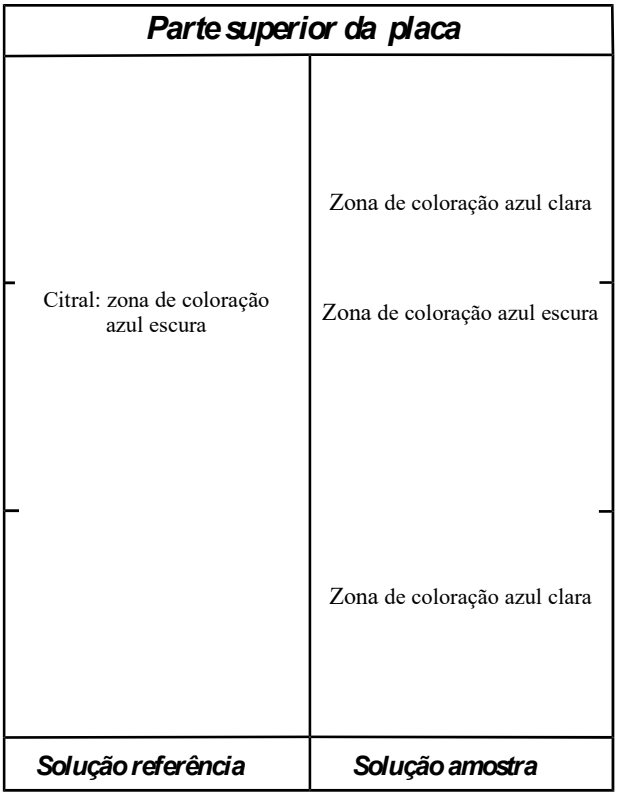
*Solução amostra (1)*: agitar cerca de 0,5 g da droga pulverizada com 10 mL de cloreto de metileno, em recipiente fechado, durante 10 minutos. Filtrar. Concentrar o filtrado até secura, em banho-maria, a temperatura não superior a 60 °C. Suspender o resíduo em 10 mL de tolueno.

*Solução amostra (2)*: diluir 2 µL do óleo volátil, obtido em *Doseamento* para *Óleos voláteis*, em 1 mL de tolueno.

*Solução referência*: diluir 2 µL de citral em 1 mL de tolueno.

*Procedimento*: aplicar à cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra (1)*, 10 µL da *Solução amostra (2)* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR e deixar em estufa entre 100 °C e 105 °C, durante cinco minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 1,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 11,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 9,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão volumétrico de 1000 mL contendo 500 mL de água como líquido de destilação e 0,5 mL de xileno no tubo graduado. Utilizar planta seca rasurada. Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil, a partir de 50 g da droga rasurada. Destilar durante quatro horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

**Citral A e citral B**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5).** Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, utilizando mistura de nitrogênio, ar sintético e hidrogênio (1:1:10)

como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com polidifenildimetilsiloxano, com espessura do filme de 0,25 µm. Utilizar hélio a uma pressão de 80 kPa como gás de arraste; fluxo do gás de arraste de 1 mL/minuto.

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 80 | 60 → 300 |
| Injetor | | 220 |
| Detector | | 250 |

*Solução amostra*: diluir o óleo volátil, obtido em *Doseamento* para *Óleos voláteis*, na razão de 2:100 em éter etílico.

*Procedimento*: injetar volume de 1 µL da *Solução amostra* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. O índice de retenção linear dos constituintes do óleo é calculado em relação a uma série homóloga de hidrocarbonetos ($C_8$ – $C_{22}$) e comparados com a amostra. O citral A (*trans*-citral) apresenta tempo de retenção linear (Índice de Retenção Relativo) de 1263 e o citral B (*cis*-citral) de 1233. Determinar as concentrações relativas por integração manual ou eletrônica pelo método de normalização.

Calcular o Índice de Retenção Relativa, segundo a expressão:

$$\mathrm{IRR} = 100 \times \mathrm{n} + \frac{100 \times (\mathrm{tr}_x + \mathrm{tr}_z)}{(\mathrm{tr}_{z+1} + \mathrm{tr}_z)}$$

em que,

IRR = Índice de Retenção Relativa;
n = número de átomos de carbono do alcano de menor peso molecular;
$tr_x$ = tempo de retenção do composto "x" (intermediário a a $tr_z$ e $tr_{z+1}$);
$tr_z$ = tempo de retenção do alcano com "n" carbonos;
$tr_{z+1}$ = tempo de retenção do alcano com "n +1" carbonos.

## EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

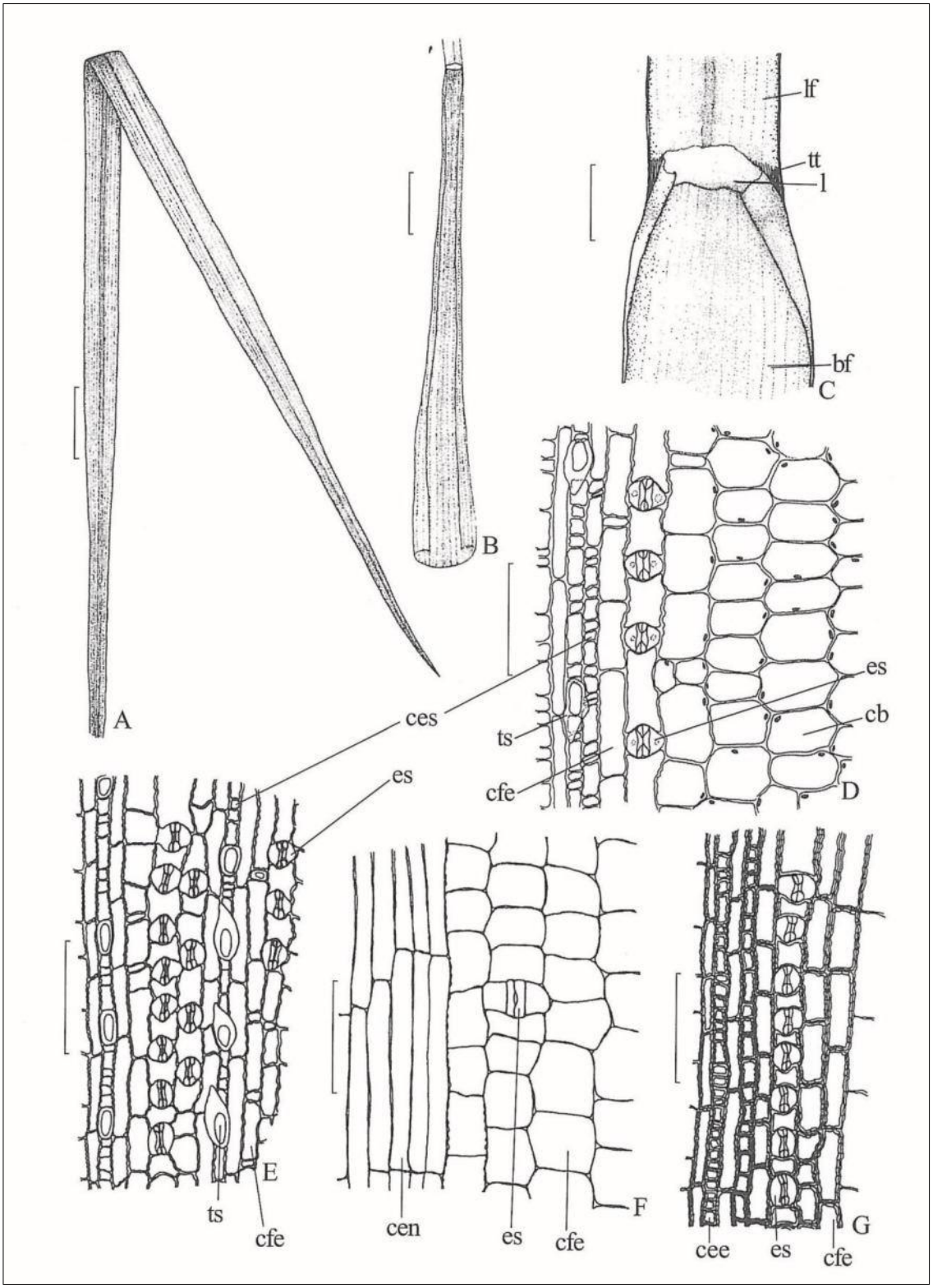



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf**

As escalas correspondem em A e B a 3 cm; em C a 0,5 cm; em D até G a 100 µm.

**A** - aspecto geral da lâmina foliar. **B** - aspecto geral da bainha foliar. **C** - detalhe da porção entre bainha e lâmina foliar, mostrando lígula e tricomas; bainha foliar (bf); lígula (l); lâmina foliar (lf); tricomas tectores (tt). **D** - detalhe da epiderme da face adaxial da lâmina foliar; estômato (es); célula buliforme (cb); célula fundamental da epiderme (cfe); tricoma silicoso (ts). **E** - detalhe da epiderme da face abaxial da lâmina foliar; célula epidérmica suberosa (ces); célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es); tricoma silicoso (ts). **F** - detalhe da epiderme da face adaxial da bainha foliar; células fundamentais da epiderme sobre uma nervura (cen); célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es). **G** - detalhe daepiderme da face abaxial da bainha foliar; célula epidérmica esclerificada (cee); célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es).

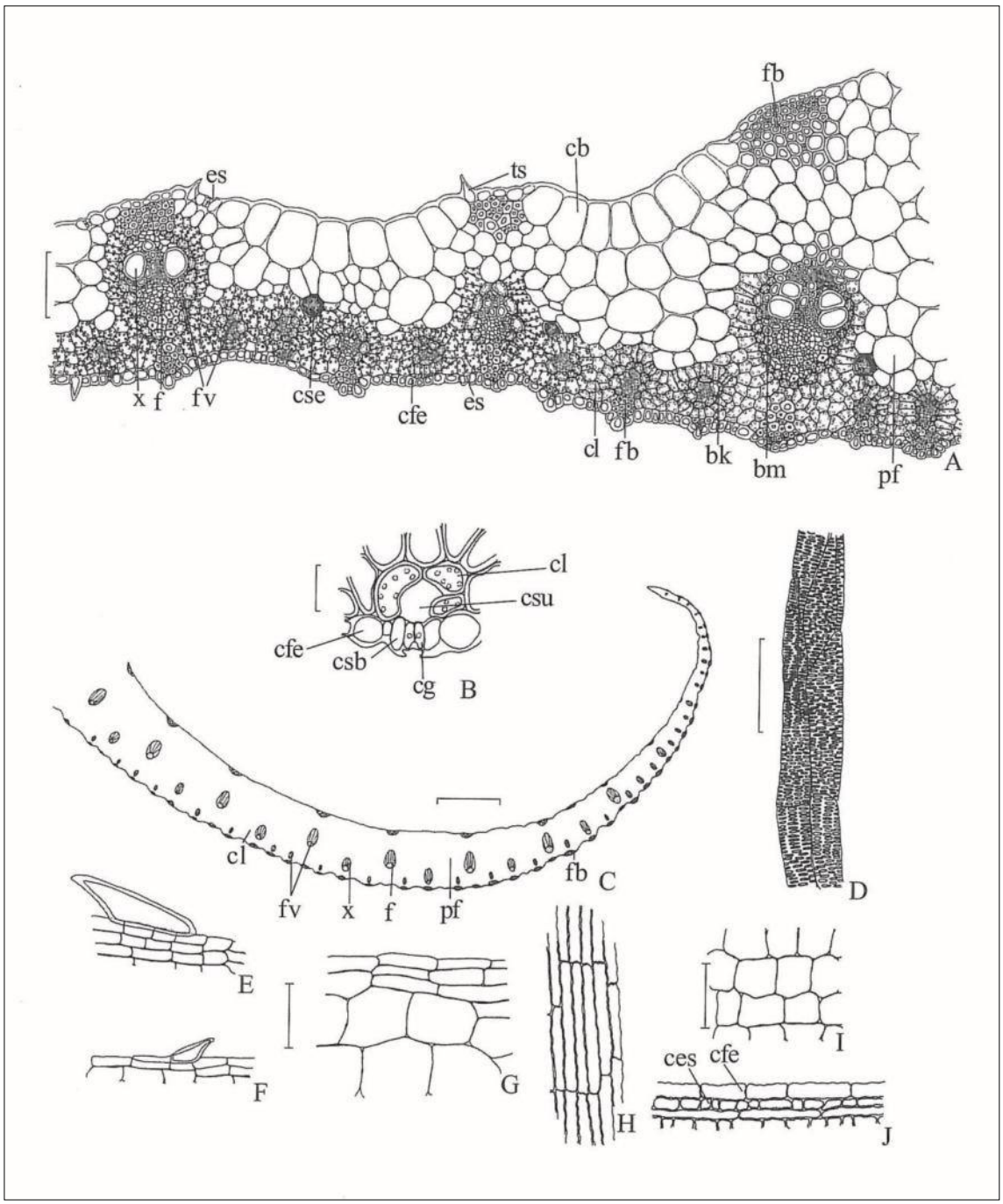



**Figura 2 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf**

As escalas correspondem em A a 100 µm; em B a 20 µm; em C a 1 mm; em D até J a 100 µm.

**A** - detalhe da secção transversal da lâmina foliar; bainha kranz (bk); bainha mestomática (bm); célula buliforme (cb); célula fundamental da epiderme (cfe); clorênquima (cl); célula secretora (cse); estômato (es); floema (f); fibras (fb); feixe vascular (fv); parênquima fundamental (pf); tricoma silicoso (ts); xilema (x). **B** - detalhe da lâmina foliar contendo um estômato; célula fundamental da epiderme (cfe); célula-guarda (cg); clorênquima (cl); célula subsidiária (csb); câmara subestomática (csu). **C** - aspecto geral da secção transversal de parte da bainha foliar; clorênquima (cl); floema (f); fibras (fb); feixe vascular (fv); parênquima fundamental (pf); xilema (x). **D** - detalhe de um elemento de vaso com espessamento reticulado. **E-J** - detalhes de fragmentos observados no pó. **E** - bordo foliar com tricoma silicoso. **F** - epiderme com células sobre a nervura mostrando tricoma silicoso. **G** - células epidérmicas. **H** – células da epiderme sobre a nervura. **I** -células epidérmicas. **J** - detalhe de porção de epiderme; célula suberosa (ces); célula fundamental da epiderme (cfe).

# CARDAMOMO, semente
## *Cardamomi semen*

A droga vegetal consiste de sementes de *Elettaria cardamomum* (L.) Maton, comercializadas ainda dentro dos frutos. As sementes devem ser utilizadas imediatamente após a quebra dos frutos. Contém, no mínimo, 5,0% de óleo volátil.

CARACTERÍSTICAS

As sementes, quando trituradas, têm forte odor

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica do fruto

Fruto cápsula trilocular deiscente, com 10 a 25 mm de comprimento e 5 a 10 mm de largura, de coloração amarelo-clara, amarelo-esverdeada a amarelo-acinzentada, ovoide ou oblonga em vista lateral, trígona ou arredondada em secção transversal, com porção apical estreitado-tubulosa em cerca de 1 a 2 mm, com ou sem cicatriz dos órgãos florais visível e com cicatriz ou restos de pedicelo na porção basal. Pericarpo delgado, coriáceo. Epicarpo, em vista frontal, com numerosas estrias longitudinais salientes. Em secção transversal, cápsula trilocular, cada lóculo com duas a sete sementes de placentação axial, aderidas entre si, formando três fileiras duplas, separadas pelas paredes carpelares delgadas, membranosas e pálidas. As sementes são comercializadas dentro do fruto, o qual é coletado imaturo e amadurecido artificialmente, ao sol ou em estufas.

**B.** Descrição macroscópica da semente

Sementes de placentação parietal, anátropas, duras, ovoides, triangulares ou subcilíndricas, irregularmente angulosas e enrugadas transversalmente, com uma das faces convexa e a outra escavada, com 2 a 4 mm de comprimento e 2 a 3 mm de largura, pretas, cinzento-pardas ou avermelhadas, recobertas por um arilo delgado, tênue e incolor a esbranquiçado. Geralmente as sementes estão aglutinadas em massas, correspondentes às fileiras limitadas pelos carpelos. Com auxílio de lente, em secção transversal, em cada semente são visíveis arilo, tegumento, perisperma, endosperma e embrião.

**C.** Descrição microscópica da semente

Em vista frontal, o arilo apresenta células retangulares estreitas, alongadas longitudinalmente e irregularmente fusiformes, de paredes delgadas, dispostas em fileiras, com gotas lipídicas. A epiderme possui células alongadas tangencialmente, fusiformes, de paredes anticlinais espessas e pontoadas, dispostas em ângulo oblíquo em relação ao arilo, com gotas lipídicas. Por transparência, o parênquima de reserva é visível, formado por células parenquimáticas volumosas, de diferentes formas, de paredes delgadas e onduladas, ricas em gotas lipídicas. Em secção transversal, o arilo apresenta células achatadas, de paredes finas. A epiderme é formada por células quadrangulares, de paredes espessas e apresenta algumas gotas lipídicas. A hipoderme possui células geralmente retangulares, achatadas tangencialmente, de paredes delgadas, geralmente irregulares quanto ao número de células. O parênquima de reserva possui algumas camadas de células volumosas, de diferentes formas, poligonais a retangulares, de paredes delgadas, contendo gotas lipídicas. Pode ocorrer internamente ao parênquima de reserva uma camada regular ou não, de células parenquimáticas de menor volume. Segue uma ou mais camadas de células esclerenquimáticas colunares, com as paredes periclinais interna e anticlinais muito espessadas e alaranjadas, com lúmen em forma de cuia e com ou sem cristais de sílica. O perisperma é esbranquiçado e apresenta as

primeiras camadas de células parenquimáticas achatadas tangencialmente, de paredes delgadas, repletas de grãos de amido, seguidas por muitas camadas de células de forma irregular, colunares ou poligonais, volumosas, com paredes delgadas e as anticlinais onduladas, contendo grande quantidade de grãos de amido, gotas lipídicas e cristais de oxalato de cálcio. O endosperma possui células parenquimáticas alongadas, de variadas formas, de paredes delgadas, distribuídas em várias camadas paralelas, envolvendo completamente o embrião e apresentando gotas lipídicas e grãos de aleurona. O embrião é ovoide e de coloração escura e suas células são arredondadas a ovoides, de paredes delgadas, apresentando grãos de aleurona e gotas lipídicas.

**D.** Descrição microscópica do pó da semente

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos, não devendo conter elementos do pericarpo. São características, com a adição de hidrato de cloral SR: coloração cinzento-pardacenta; fragmentos do arilo, em vista frontal; fragmentos da epiderme, em vista frontal; fragmentos do arilo com células de parênquima de reserva, visualizadas por transparência, em vista frontal; fragmentos do arilo, da epiderme e do parênquima de reserva, visualizados por transparência, em vista frontal; fragmentos da epiderme e do parênquima de reserva, visualizado por transparência, em vista frontal; fragmentos da epiderme, em secção transversal; fragmentos da hipoderme, em vista frontal; fragmentos do parênquima de reserva, em vista frontal; fragmentos do parênquima de reserva, em secção transversal; fragmentos de esclerênquima em vista frontal; fragmentos da camada esclerenquimática, em secção transversal; fragmentos da camada esclerenquimática e do perisperma em secção transversal; fragmentos do perisperma, em vista frontal ou em secção transversal; fragmentos do endosperma, em secção transversal; células parenquimáticas isoladas; fibras isoladas em vista longitudinal; grãos de amido isolados e/ou agrupados; cristais de oxalato de cálcio isolados.

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (93:7).

*Solução amostra*: a 0,1 g da droga pulverizada, adicionar 2 mL de cloreto de metileno. Agitar por 15 minutos, filtrar e concentrar até secura em banho-maria a, aproximadamente, 60 ºC. Suspender em 2 mL de tolueno.

*Solução referência*: dissolver 10 µg de acetato de terpenila, 10 µg de 1,8-cineol e 10 µL de linalol em 1 mL de tolueno.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa, em seguida, com solução de vanilina sulfúrica SR e deixar em estufa entre 100 °C e 105 °C durante, aproximadamente, cinco minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| | Zona de coloração violacea |
| | Zona de coloração violacea |
| Acetato de terpenila: zona de coloração azul | Zona de coloração azul |
| Cineol: zona de coloração azul | Zona de coloração azul |
| Linalol: zona de coloração azul | Zona de coloração azul |
| | Zona de coloração violácea<br>Zona de coloração azul<br>Zona de coloração verde |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 4,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 500 mL contendo 200 mL de água como líquido de destilação. Adicionar 0,5 mL de xileno no tubo graduado. Utilizar a semente imediatamente após ser removida do fruto, sem triturar. Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil, a partir de 20 g da droga. Destilar durante cinco horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

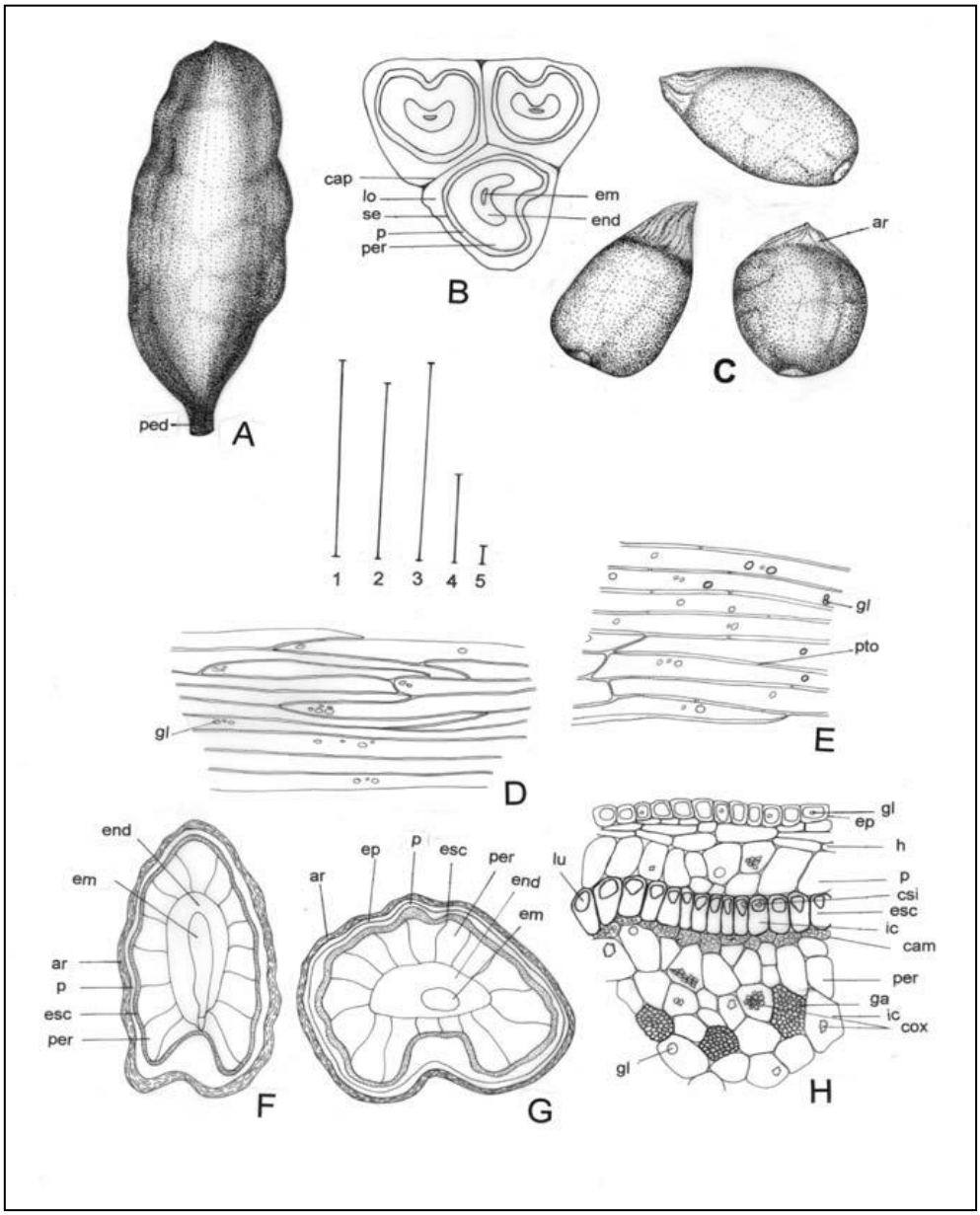



**Figura 1** – **Aspectos macroscópicos do fruto e da semente e microscópicos da semente em *Elettaria cardamomum* (L.) Maton**

As escalas correspondem em **A** a 1cm (régua 1); em **B** a 0,5 cm (régua 2); em **C** a 0,5 cm (régua 3); em **D**, **E** e **H** a 100 µm (régua 4); em **F** e **G** a 100 µm (régua 5).

**A** – aspecto geral do fruto, em vista lateral: pedicelo (ped). **B** – representação esquemática do fruto, em secção transversal: carpelo (cap); embrião (em); endosperma (end); lóculo (lo); parênquima (p); perisperma (per); semente (se). **C** – aspecto geral de sementes, em vista lateral: arilo (ar). **D** – detalhe de porção do arilo, em vista frontal: gota lipídica (gl). **E** – detalhe de porção da epiderme, em vista frontal: gota lipídica (gl); pontoação (pto). **F** – representação esquemática da semente em secção longitudinal: arilo (ar); embrião (em); endosperma (end); esclerênquima (esc); parênquima (p); perisperma (per). **G** – representação esquemática da semente em secção transversal: arilo (ar); embrião (em); endosperma (end); epiderme (ep); esclerênquima (esc); parênquima (p); perisperma (per). **H** – detalhe parcial de porção da semente, em secção transversal: camada amilífera (cam); cristal de oxalato de cálcio (cox); cristal de sílica (csi); epiderme (ep); esclerênquima (esc); idioblasto cristalífero (ic); grãos de amido (ga); gota lipídica (gl); hipoderme (h); lúmen (lu); parênquima (p); perisperma (per).

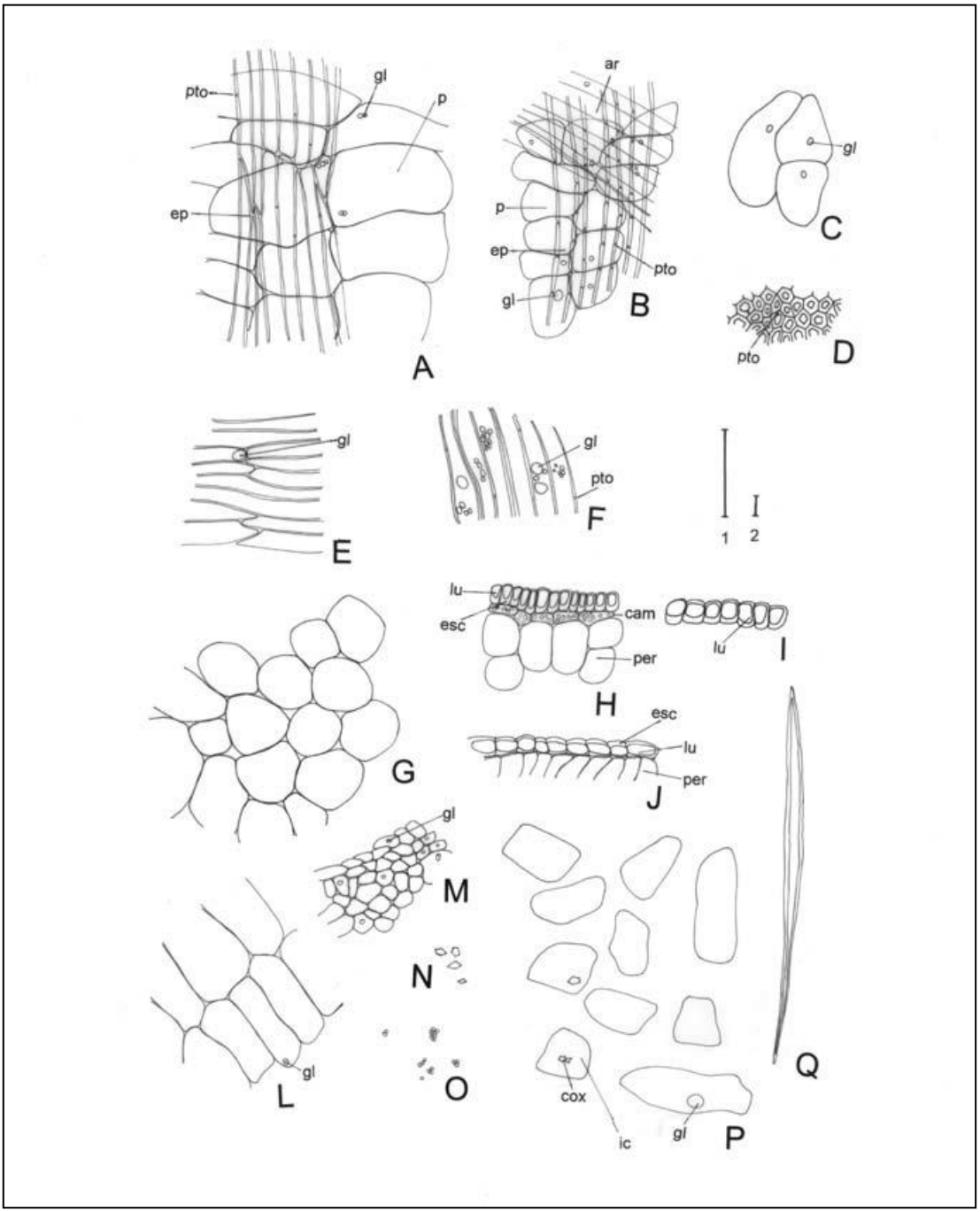



**Figura 2 – Aspectos microscópicos do pó da semente em *Elettaria cardamomum* (L.) Maton**

As escalas correspondem em **A** até **P** a 100 µm (régua 1); em **Q** a 100 µm (régua 2).

**A** – fragmento da epiderme e do parênquima de reserva, observado por transparência, em vista frontal: epiderme (ep); gota lipídica (gl); parênquima (p); pontoação (pto). **B** – fragmento do arilo, da epiderme e do parênquima, em vista frontal: arilo (ar); epiderme (ep); gota lipídica (gl); parênquima (p); pontoação (pto). **C** – fragmento do endosperma, em secção transversal: gota lipídica (gl). **D** – fragmento do esclerênquima, em vista frontal: pontoação (pto). **E** – fragmento do arilo, em vista frontal: gota lipídica (gl). **F** – fragmento da epiderme, em vista frontal: gota lipídica (gl); pontoação (pto). **G** – fragmento do parênquima, em vista frontal. **H** – fragmento da camada esclerenquimática e do perisperma, em secção transversal: camada amilífera (cam); esclerênquima (esc); lúmen (lu); perisperma (per). **I** – fragmento da camada esclerenquimática, em secção transversal: lúmen (lu). **J** – fragmento da camada esclerenquimática com restos do perisperma, em secção transversal: esclerênquima (esc); lúmen (lu); perisperma (per). **L** – fragmento do parênquima, em secção transversal: gota lipídica (gl). **M** – fragmento da hipoderme, em vista frontal: gota lipídica (gl). **N** – cristais de oxalato de cálcio isolados. **O** – grãos de amido isolados e/ou agrupados. **P** – células parenquimáticas e idioblastos cristalíferos isolados: cristal de oxalato de cálcio (cox); gota lipídica (gl); idioblasto cristalífero (ic). **Q** – fibra isolada, em vista longitudinal.

# CARQUEJA, caule alado
## *Baccharis trimerae herbae*

A droga vegetal consiste de caules alados, dessecados e fragmentados de *Baccharis trimera* (Less.) DC., contendo, no mínimo, 1,7% de ácidos cafeicos totais, expressos como ácido clorogênico ($C_{16}H_{18}O_9$, 354,31).

NOMES POPULARES

Carqueja-amarga.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Ramos cilíndricos, trialados, de até 1 m de comprimento, áfilos ou com raras folhas sésseis e reduzidas nos nós. Alas verdes, membranosas, com 0,5 a 1,5 cm de largura; alas dos ramos floríferos mais estreitas do que as demais. Planta dioica, portanto, quando presentes ramos floridos, esses devem ser somente pistilados ou somente estaminados. Inflorescências, quando presentes, do tipo capítulo, branco-amareladas, numerosas, sésseis, dispostas ao longo dos ramos superiores, formando espigas interrompidas, com receptáculo plano, não paleáceo; flores com papus presente, piloso e branco.

**B.** Descrição microscópica

O caule apresenta três alas divergentes, com costelas pronunciadas entre cada ala. O eixo caulinar, em secção transversal, apresenta epiderme uniestratificada, coberta por cutícula estriada. Ocorrem poucos estômatos e tricomas glandulares, bisseriados formados por duas células basais e a cabeça com duas séries de quatro células cada uma. O clorênquima é formado por três ou quatro camadas de células interrompidas na região do colênquima. Os canais secretores, de epitélio formado de três a 14 células e acompanhados de colênquima angular, situam-se externamente à endoderme. Internamente ao clorênquima há uma camada contínua de endoderme com estrias de Caspary. O sistema vascular é colateral. Os cordões de fibras do floema são formados por até sete camadas de células. Internamente ao xilema ocorre uma faixa de fibras quase contínua localizada junto ao parênquima medular. A medula é formada por células esféricas ou elípticas, contendo cristais de oxalato de cálcio, prismáticos e piramidais, dispostos principalmente na zona perimedular. Em secção transversal, as alas exibem estrutura isobilateral. A epiderme é uniestratificada e coberta por cutícula estriada. Ocorrem estômatos anomocíticos e anisocíticos, distribuídos em ambas as superfícies. Os tricomas tectores e glandulares ocorrem predominantemente na região dos bordos das alas e na junção dessas com o eixo caulinar. Os tricomas tectores ocorrem raramente e são multicelulares e unisseriados com cerca de seis células que se alargam em direção ao ápice e com célula apical afilada, em forma de T. Os tricomas glandulares são similares aos do eixo caulinar. Feixes vasculares colaterais estão dispostos linearmente no parênquima esponjoso, acompanhados de poucas fibras e rodeados por uma bainha parenquimática. Cada feixe está acompanhado por um ou dois canais secretores com epitélio de quatro a 14 células. O colênquima está restrito a apenas uma camada subepidérmica junto à nervura do bordo da ala; abaixo dele ocorre um grupo de fibras de paredes fortemente espessadas, que envolve um a três canais secretores de diferentes tamanhos.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: fragmentos de epiderme com cutícula estriada e estômatos anomocíticos e anisocíticos, além dos tricomas descritos; porções de parênquima medular com

cristais de oxalato de cálcio; porções de fibras acompanhadas de canais secretores; fragmentos de colênquima angular. Podem ocorrer, dependendo do grau de fragmentação, porções de ramos trialados com e sem capítulos.

**D.** Falsificações e adulterantes

*Baccharis trimera* é comumente adulterada com outras espécies de carquejas, a exemplo de *Baccharis articulata* (Lam.) Pers. e *Baccharis crispa* Spreng. Em *Baccharis articulata* ocorrem duas alas caulinares e um tricoma glandular multicelular e unisseriado, formado por cinco células, sendo a célula apical globosa, enquanto *Baccharis crispa* apresenta três alas caulinares e tricoma tector multicelular, unisseriado, formado por duas células basais, sendo a célula apical alongada e afilada.

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

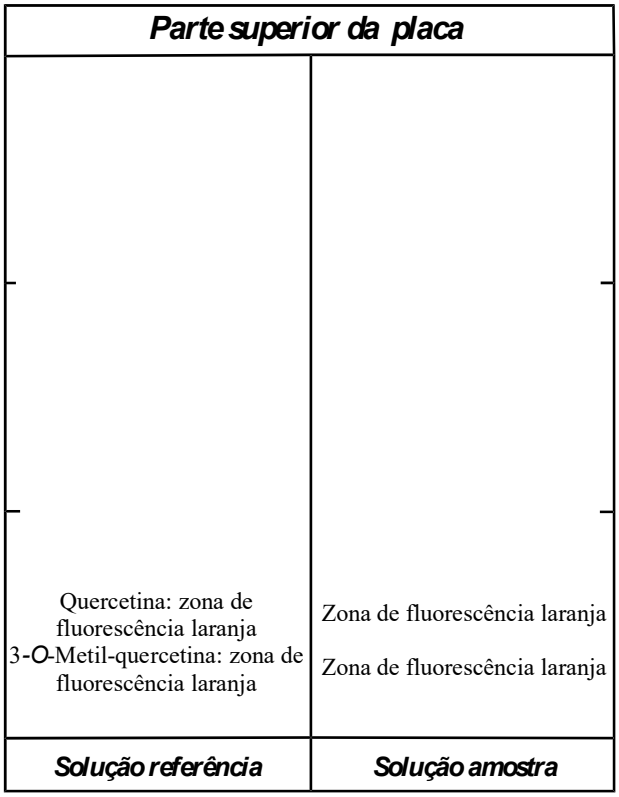
*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (70:30).

*Solução amostra*: agitar 2 g da amostra com 10 mL de cloreto de metileno durante 10 minutos. Filtrar e desprezar a solução de cloreto de metileno. Extrair o resíduo com 10 mL de álcool metílico sob agitação magnética em temperatura de 40 ºC. Filtrar e concentrar até resíduo em rotaevaporador (40 ºC). Suspender o resíduo em 2 mL de álcool metílico.

*Solução referência*: dissolver 1 mg de quercetina e 1 mg de 3-*O*-metilquercetina em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. A seguir, nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol a 1% (p/v) em álcool metílico. Examinar sob a luz do dia.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 12,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 8,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Ácidos cafeicos totais**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 325 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 75 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (4 µm), mantida a temperatura ambiente; fluxo da *Fase móvel* de 0,6 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água, acetonitrila e ácido trifluoracético (95:5:0,05).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 – 30 | 100 → 57 | 0 → 43 | gradiente linear |
| 30 – 35 | 57 → 0 | 43 → 100 | gradiente linear |
| 35 – 36 | 0 → 100 | 100 → 0 | gradiente linear |
| 36 – 42 | 100 | 0 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,5 g da droga seca e pulverizada (250 µm) **(5.2.11)** em béquer de 50 mL. Adicionar 10 mL de mistura de álcool etílico e água (50:50) e levar ao banho-maria (40 °C) durante 10 minutos. Esfriar o extrato à temperatura ambiente. Filtrar o extrato em algodão para balão volumétrico de 25 mL. Extrair novamente o resíduo da droga retida no algodão com 10 mL de mistura de álcool etílico e água (50:50), levar ao banho-maria (40 °C), durante 10 minutos. Esfriar e filtrar para o mesmo balão volumétrico de 25 mL. Completar o volume com mistura de álcool etílico e água (50:50) e homogeneizar. Diluir 0,12 mL da solução resultante em 1 mL de mistura de água, acetonitrila e ácido trifluoracético (95:5:0,05). Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução estoque*: dissolver 5,6 mg de ácido clorogênico em 5 mL de álcool metílico.

*Soluções para curva analítica*: diluir com mistura de água e acetonitrila (95:5) uma alíquota de 0,2 mL da *Solução estoque* para 0,4 mL, de modo a obter solução a 0,56 mg/mL. Realizar diluições sucessivas da solução anterior, em mistura de água e acetonitrila (95:5), de modo a obter concentrações de 0,28 mg/mL, 0,14 mg/mL, 0,07 mg/mL, 0,035 mg/mL, 0,017 mg/mL e 0,0085 mg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL das *Soluções para curva analítica* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Os tempos de retenção relativos aproximados em relação ao ácido clorogênico são 1,69 para o ácido 3,4-dicafeoilquínico; 1,76 para o ácido 3,5-dicafeoilquínico e 1,84 para o ácido 4,5-dicafeoilquínico. Calcular o teor de ácido clorogênico na amostra, em porcentagem (p/p), considerando o teor de água determinado, a partir da equação da reta obtida com as *Soluções para curva analítica*.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

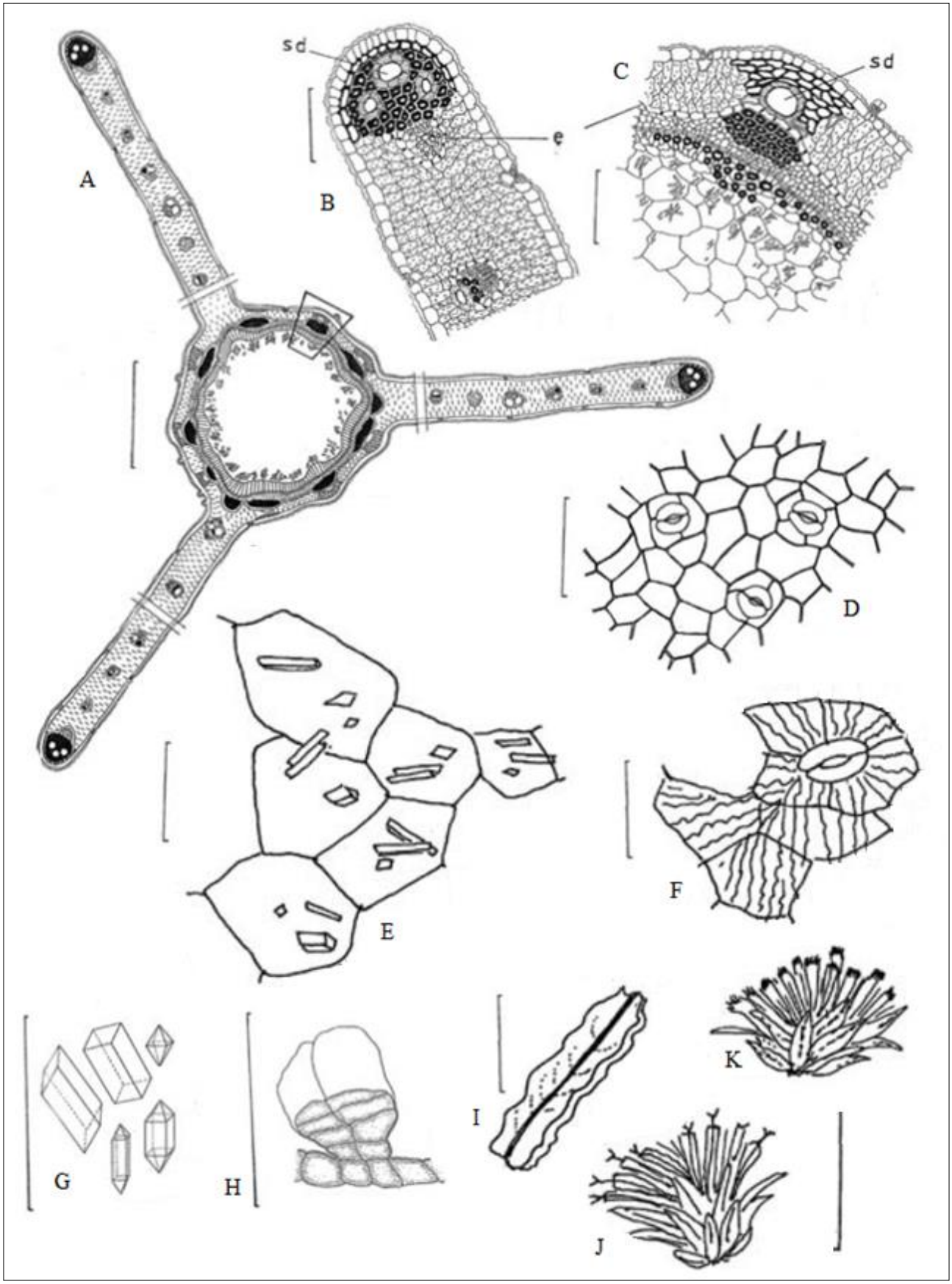



**Figura 1 - Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Baccharis trimera* (Less.) DC.**

As escalas correspondem: em A a 500 µm; em B, C, D e E a 100 µm; em F, G e H a 50 µm; em I a 5 cm; em J e K a 3 mm.

**A.** esquema representativo do caule com três alas, em secção transversal. **B.** detalhe da margem da ala; endoderme (e); canal secretor (sd). **C.** detalhe de uma porção do caule em secção transversal, indicado em A; endoderme (e); canal

secretor (sd). **D.** detalhe da epiderme da ala com estômatos anomocíticos e anisocíticos. **E**. porção de parênquima medular com cristais. **F**. fragmento de epiderme da ala em vista frontal, com cutícula estriada. G. cristais de oxalato de cálcio prismáticos e piramidais. H. tricoma glandular. I. fragmento de caule alado. J. capítulo com flores pistiladas. K. capítulo com flores estaminadas.

# CÁSCARA-SAGRADA, casca
## *Rhamni purshianae cortex*

A droga vegetal é constituída de cascas secas de caules e ramos de *Frangula purshiana* (DC.) A.Gray (syn. *Rhamnus purshiana* DC.), contendo, no mínimo, 8,0% de glicosídeos hidroxiantracênicos, dos quais, no mínimo, 60,0% são cascarosídeos, expressos como cascarosídeo A ($C_{27}H_{32}O_{14}$, 580,54).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Peças achatadas ou transversalmente acanaladas, ocasionalmente em rolos de comprimento variável, de 1-5 mm de espessura, de comprimento e largura variáveis, às vezes partidas em fragmentos pequenos, achatados e quase uniformes. Superfície externa quase lisa, marrom-púrpura escura, com estreitas costelas longitudinais e lenticelas transversais esparsas, alongadas e espaçadas, coberta com placas acinzentadas ou esbranquiçadas de líquens, eventualmente de musgos ou hepáticas. Superfície interna amarela a marrom-avermelhada, com estrias longitudinais. Fratura breve e granular na parte externa, algo fibrosa na parte interna.

**B.** Descrição microscópica

A secção transversal do córtex, apresenta externamente, periderme de coloração pardo-amarelada a pardo-avermelhada, constituída por 10 ou mais camadas de súber com células pequenas, retangulares, de paredes levemente espessas. O felogênio e a feloderme, quando presentes, formam poucas camadas de células com paredes finas e conteúdo claro. Adjacente à periderme, ocorrem externamente poucas camadas de células colenquimáticas seguidas por uma região parenquimática. O parênquima cortical apresenta células alongadas tangencialmente e cristais de oxalato de cálcio na forma de drusas e cristais prismáticos. Na região mediana do córtex se encontram grupos de 20 a 50 esclereídes (células pétreas), esses tangencialmente alongados, rodeados por uma bainha parenquimática com prismas monoclínicos ou drusas de oxalato de cálcio; raios floemáticos de 1 a 4 células de largura e 15 a 25 (até mais de 30) células no comprimento, com frequência dispostos em forma diagonal ou curvada e que convergem na região do floema externo; fibras floemáticas em feixes pequenos, rodeadas por uma bainha parenquimática com prismas monoclínicos de oxalato de cálcio, estão situadas entre os raios do floema. O parênquima, com paredes de coloração parda, contém grãos de amido e cristais de oxalato de cálcio.

**C.** descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração marrom-amarelada a marrom-avermelhada; numerosos grupos de fibras em vista longitudinal, de 0,95 a 1,1 mm de comprimento e 16 a 24 µm de largura, cada um circundado por uma bainha parenquimática com cristais prismáticos de oxalato de cálcio; grupos densos de células pétreas, cujas células individuais são pequenas, arredondadas ou alongadas ou estreladas, de paredes espessas com pontoações simples a ramificadas e lúmen bem aparente; fibras individuais estreitas, com paredes grossas, lignificadas e não lamelares, com pontoações simples, lúmen pequeno, frequentemente inconspícuo; grupos de células pétreas rodeadas por idioblastos com cristais prismáticos de oxalato de cálcio; fragmentos de súber com coloração entre pardo-avermelhado e amarelo; fragmentos de parênquima e células de raios do floema que se colorem de pardo-avermelhado a alaranjado ao agregar uma solução alcalina forte; grãos de amido esferoidais, de até 8 µm de diâmetro; oxalato de cálcio em prismas monoclínicos ou drusas de 6 a 20 µm de diâmetro, ocasionalmente até 45 µm de diâmetro; fragmentos de parênquima contendo grãos de amido e cristais de oxalato de cálcio; fragmentos ocasionais de hepáticas, consistindo de células

arredondadas dispostas em única camada, com células irregularmente engrossadas e fragmentos de musgos constituídos por pequenas células alongadas, de paredes estreitas, geralmente em única camada ou, ocasionalmente, em duas ou três.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$, com espessura de 250 µm.

*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico e água (100:17:13).

*Solução amostra*: pesar 0,5 g da droga vegetal e adicionar 5 mL de álcool etílico a 70% (v/v). Aquecer em banho-maria durante 15 minutos. Filtrar a amostra. Evaporar em banho-maria até secura, com temperatura máxima de 60 °C. Suspender o resíduo em 2 mL de álcool metílico

*Solução referência (1)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de aloína em álcool metílico, para obter a concentração de 1 mg/mL.

*Solução referência (2)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de emodina em álcool metílico, para obter a concentração de 1 mg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra,* 20 µL da *Solução referência (1)* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a placa e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de hidróxido de potássio a 5% (p/v) em álcool etílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Aquecer a cromatoplaca entre 100 °C e 105 °C durante cinco minutos. Examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.



TESTES

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 1,0%.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 10,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 7,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 1,0 g de droga vegetal, adicionar 100 mL de água fervente e deixar em contato durante cinco minutos. Transferir a mistura para um balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com água destilada e homogeneizar. Filtrar a amostra, descartando os primeiros 20 mL. Transferir 10 mL do filtrado para um funil de separação e adicionar 0,1 mL de ácido clorídrico *M*. Extrair com 20 mL de uma mistura de hexano e éter etílico (3:1). Repetir a extração duas vezes. Após separar as fases, reservar a fase aquosa. Lavar a fase orgânica com 5 mL de água. Descartar a fase orgânica e reunir a fase aquosa com as águas de lavagem. Extrair a fase aquosa com 30 mL de acetato de etila saturado com água, preparado no momento da análise (150 mL de acetato de etila e 15 mL de água, misturados durante três minutos). Repetir a extração quatro vezes. Reunir as frações orgânicas obtidas com o acetato de etila. Utilizar a fase aquosa para o doseamento de cascarosídeos e a fase orgânica para o doseamento de glicosídeos hidroxiantracênicos sem os cascarosídeos.

**Glicosídeos hidroxiantracênicos sem os cascarosídeos**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução amostra*: transferir a fase orgânica da *Solução estoque* para uma cápsula de porcelana. Evaporar em banho-maria até resíduo. Dissolver o resíduo em 0,3 a 0,5 mL de álcool metílico e transferir para um balão volumétrico de 50 mL. Lavar a cápsula com água quente e transferir os resíduos para o balão volumétrico de 50 mL. Completar o volume com água e homogeneizar. Em seguida, transferir 20 mL da solução para um balão de fundo redondo de 100 mL, adicionar 2 g de cloreto férrico hexaidratado e 12 mL de ácido clorídrico. Aquecer a mistura sob refluxo durante quatro horas. Após o resfriamento transferir a solução para um funil de separação. Lavar o balão com 3 a 4 mL de hidróxido de sódio *M*, em seguida, com 3 a 4 mL de água. Transferir a água de lavagem para o funil de separação. Extrair com 30 mL de uma mistura de hexano e éter etílico (3:1). Repetir a extração três vezes. Transferir a fase orgânica para outro funil de separação e lavá-la, duas vezes, utilizando 10 mL de água em cada lavagem. Descartar a fase aquosa. Após esse procedimento diluir a fase orgânica para 100 mL com a mistura de hexano e éter etílico (3:1). Em seguida, transferir 20 mL e evaporar até resíduo em banho-maria. Dissolver o resíduo com 10 mL de uma solução de acetato de magnésio 5 g/L em álcool metílico.

*Procedimento*: medir a absorvância em 440 nm e em 515 nm. Utilizar álcool metílico para ajuste do zero. A razão entre os valores de absorvância em 515 nm e em 440 nm, menor que 2,4, invalida o ensaio. Calcular o teor de glicosídeos hidroxiantracênicos sem cascarosídeos (HAC), em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{THAC} = \frac{\mathrm{A} \times 6{,}95}{m}$$

em que,

THAC = teor de glicosídeos hidroxiantracênicos sem cascarosídeo % (p/p);
A = absorvância medida em 515 nm para a *Solução amostra*;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

**Cascarosídeos**

*Solução amostra*: diluir a fase aquosa num balão volumétrico de 50 mL com água. Utilizar 20 mL dessa solução.

*Solução branco*: álcool metílico.

*Procedimento*: medir a absorvância em 440 nm e em 515 nm, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. A razão entre os valores de absorvância em 515 nm e em 440 nm, menor que 2,4, invalida o ensaio. Calcular o teor de cascarosídeos, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TC} = \frac{\mathrm{A} \times 6{,}95}{m}$$

em que,

TC = teor de cascarosídeos % (p/p);
A = absorvância medida em 515 nm para a *Solução amostra*;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

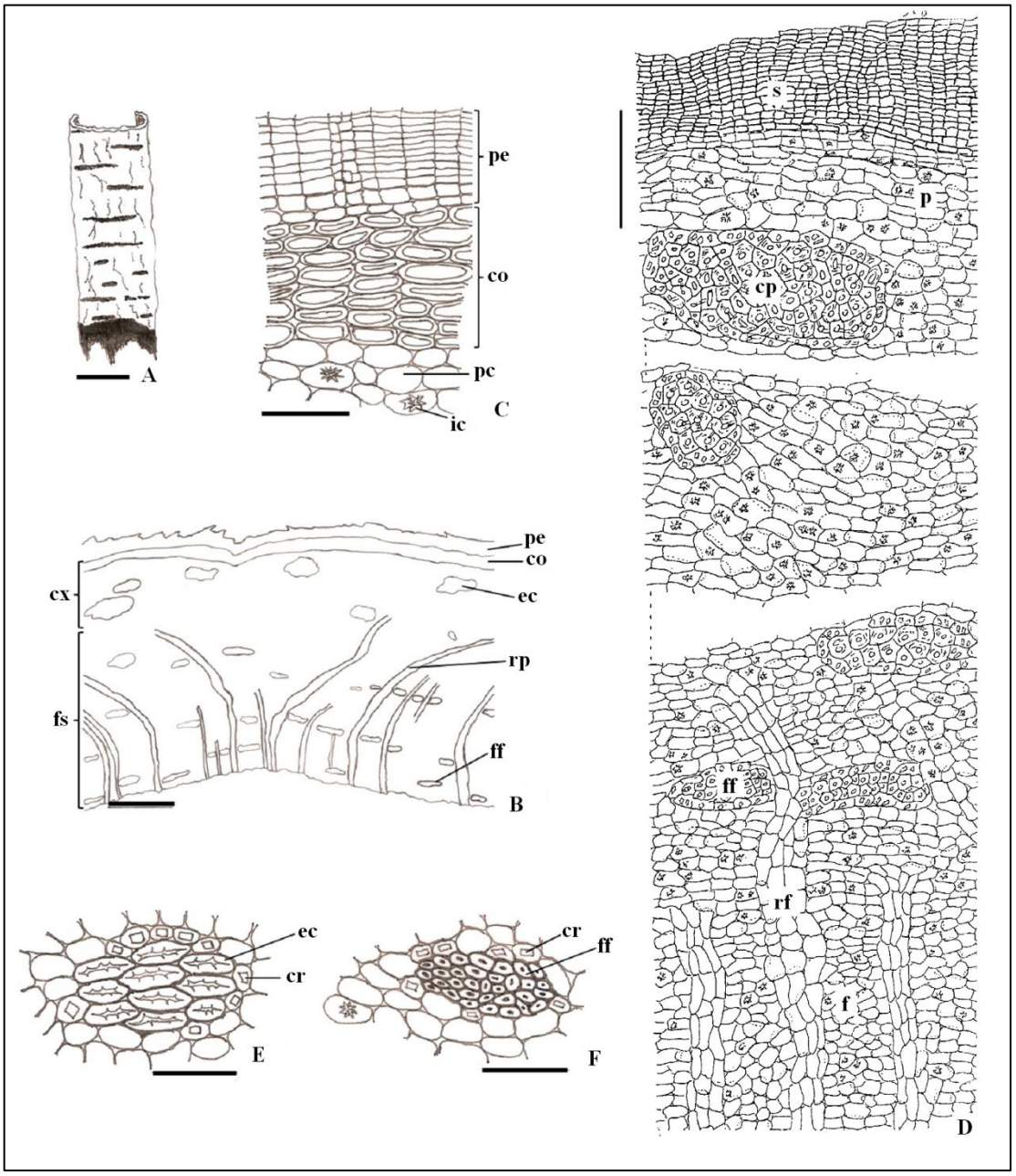



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Frangula purshiana* (DC.) A.Gray**

As escalas correspondem em A a 1 cm; em B a 200 µm; em C a 50 µm; em D a 100 µm; em E e F a 50 µm.
**A** – aspecto geral da casca em vista frontal. **B** - representação esquemática da casca em secção transversal: colênquima (co); córtex (cx); esclereídes (células pétreas) (ec); fibras do floema (ff); floema secundário (fs); periderme (pe); raio parenquimático do floema (rp). **C** - detalhe da secção transversal da parte mais externa da casca: colênquima (co); parênquima cortical (pc); periderme (pe); idioblastos com drusas (ic). **D** – detalhe de toda a secção transversal da casca: esclereídes (células pétreas) (cp); floema (f); fibras do floema (ff); parênquima (p); raios do floema (rf); súber (s). **E** - detalhe do feixe de esclereídes (ec) na região cortical da casca circundado por parênquima contendo cristais prismáticos (cr) em secção transversal. **F** - detalhe do feixe de fibras (ff) na região do floema secundário circundado por parênquima contendo cristais prismáticos (cr) em secção transversal.

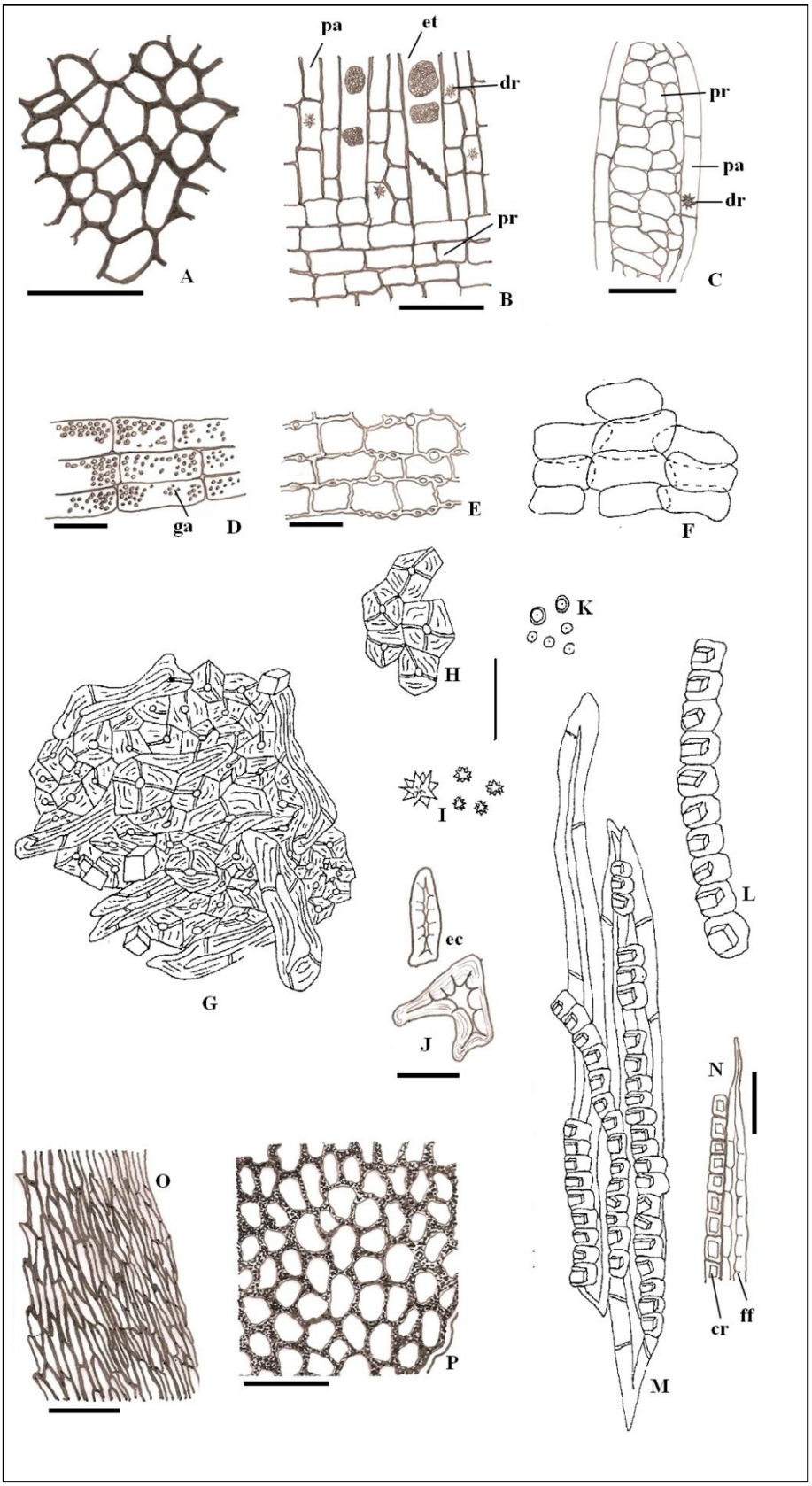



**Figura 2 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Frangula purshiana* (DC.) A.Gray**

As escalas correspondem a 50 µm.

**A** - fragmento do súber em vista frontal. **B** - fragmento da secção longitudinal radial do floema secundário: elemento de tubo crivado (et); parênquima axial (pa) contendo cristais de oxalato de cálcio do tipo drusa (dr) e parênquima radial (pr). **C** - fragmento da secção longitudinal tangencial do floema secundário mostrando parênquima radial (pr) e parênquima axial (pa) contendo drusa (dr). **D** - fragmento do parênquima cortical com grãos de amido (ga). **E** - fragmento do

parênquima do floema com abaulamento nas paredes celulares. **F –** fragmento de parênquima. **G** – fragmento com esclereídes (células pétreas). **H** – esclereídes agrupados. **I** – drusas. **J** – esclereídes (células pétreas) isolados (ec). **K** – grãos de amido isolados. **L** – bainha parenquimática cristalífera isolada. **M** – fibras do floema com bainhas cristalíferas. **N** – fragmento de fibra do floema com bainha cristalífera. **O** – fragmento de musgo. **P** – fragmento de hepática.

# CASTANHA-DA-ÍNDIA, semente
## *Hippocastani semen*

A droga vegetal consiste de sementes maduras e secas de *Aesculus hippocastanum* L., contendo, no mínimo, 3,0% de glicosídeos triterpênicos, calculados como escina anidra.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

As sementes são duras, irregularmente ovoides ou subesféricas, de 2,5 a 4,0 cm de diâmetro, achatadas em ambos os pólos ou somente no do hilo, ou ainda achatadas de forma irregular pela dessecação. A semente fraturada apresenta um tegumento com 1,0 a 2,0 mm de espessura, liso, coriáceo, quebradiço, de coloração castanho-avermelhada ou castanho-clara, geralmente lustroso, raro opaco e com grande mancha clara correspondente ao hilo em um dos pólos. O embrião possui uma pequena radícula e dois grandes cotilédones córneos e amiláceos, de coloração castanho-clara externamente e quase branca na fratura.

**B.** Descrição microscópica

O tegumento da semente apresenta externamente uma cutícula espessa e lisa e uma epiderme uniestratificada de coloração castanho-amarelada, com células de paredes espessas, poligonais em vista frontal e colunares e compactas, orientadas radialmente, formando uma paliçada, em secção transversal. Abaixo se observam até quatro zonas distintas: a primeira, mais externa, é formada por algumas camadas de células colenquimáticas de coloração amarelo-acastanhada; a segunda é formada por dez ou mais camadas de células esclerenquimáticas, achatadas tangencialmente e de coloração castanho-amarelada; a terceira é formada por quatro a dez camadas de células parenquimáticas, incolores, de forma mais poliédrica e de paredes mais delgadas do que as das regiões anteriores, apresentando espaços intercelulares; a quarta região, que pode estar ausente, é formada por algumas camadas de células achatadas tangencialmente e de paredes espessadas. Delicados feixes vasculares ocorrem nesse parênquima; os elementos de vaso são estreitos e têm espessamento de parede helicoidal. Os grãos de amido são simples, esféricos, ovalados ou piriformes, medindo de 2 µm a 80 µm de diâmetro. Os grãos menores têm hilo geralmente em forma de ponto; os outros, maiores e mais numerosos, apresentam hilo em forma de cruz, ramificado ou estrelado. Ocorrem poucos grãos compostos de duas a quatro unidades.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: fragmentos da testa irregulares, amarelo-dourados, com células de contornos irregulares, fortemente interligadas, cujos limites não são reconhecíveis, com prolongamentos da parede celular parecendo tubiformes, de lume estreito, semelhante ao de fibras em secção transversal; fragmentos da testa mostrando células de paredes espessadas; fragmentos da epiderme da testa, em vista frontal, com paredes periclinais uniformemente espessadas, e, quando em secção transversal, com paredes radiais e periclinal externa fortemente espessadas, lembrando uma paliçada estreita, com células castanho-avermelhadas; fragmentos de parênquima de reserva, com células achatadas a elípticas, contendo grãos de amido e gotas lipídicas; fragmentos de parênquima de reserva com porções de feixes vasculares; abundantes grãos de amido, isolados ou agrupados, de diferentes tamanhos e formas, conforme descrito. Quando submetido ao hidrato de cloral frio, o amido incha imediatamente. Nos fragmentos de tecidos cotiledonares, submetidos a longo cozimento, o amido não perde o caráter pegajoso característico. Nesses tecidos, gotas lipídicas incolores são observadas tanto no interior das células quanto espalhadas ao redor dos fragmentos.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

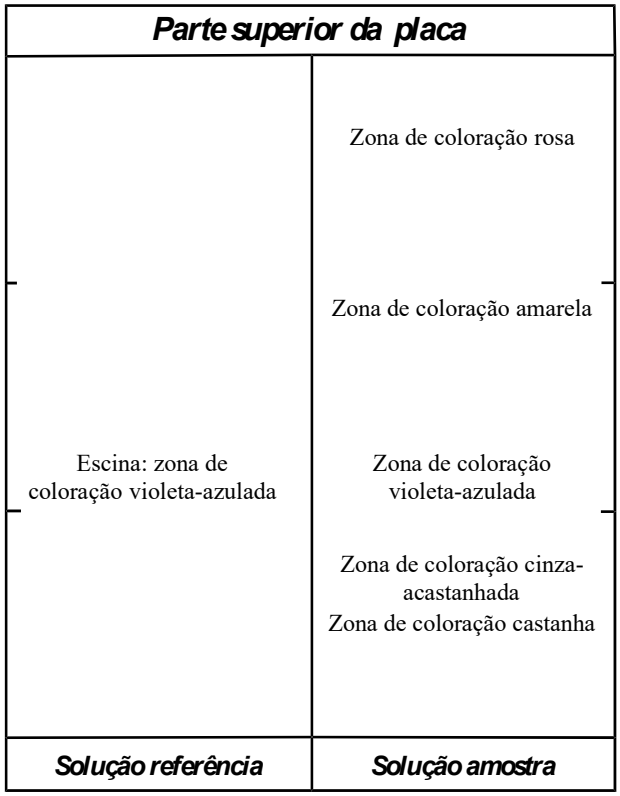
*Fase móvel*: camada superior da mistura de álcool butílico, água e ácido acético glacial (50:40:10).

*Solução amostra*: aquecer 1 g da droga pulverizada com 10 mL de álcool etílico a 70% (v/v), sob refluxo, por 15 minutos. Esfriar e filtrar.

*Solução referência*: dissolver 10 mg de escina em 1 mL de álcool etílico a 70% (v/v).

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com anisaldeído SR e aquecer em estufa entre 100 °C e 105 °C durante cinco a 10 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 10,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 4,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Escina**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: transferir 1 g de droga pulverizada para balão de 250 mL, e adicionar 100 mL de álcool metílico a 65% (v/v). Pesar o conjunto, com exatidão, e aquecê-lo, sob refluxo, em banho-maria por 30 minutos. Esfriar, completar até o peso inicial com álcool metílico a 65% (v/v). Filtrar. Evaporar 30 mL do filtrado até secura em balão de 100 mL, sob pressão reduzida. Dissolver o resíduo em 20 mL de ácido clorídrico 0,1 *M*, transferir para funil de separação de 250 mL e lavar o balão com duas porções de 5 mL de ácido clorídrico 0,1 *M*. Reunir as fases ácidas. Extrair com mistura de 20 mL de álcool *n*-propílico e 50 mL de clorofórmio, agitar, energicamente, durante dois minutos. Separar a fase orgânica inferior. Adicionar à fase remanescente no funil, 30 mL de ácido clorídrico 0,1 *M*, e extrair com mistura de 20 mL de álcool *n*-propílico e 50 mL de clorofórmio. Agitar, energicamente, durante dois minutos. Separar a fase inferior e reuni-la à fase inferior da extração anterior. Evaporar as soluções reunidas, sob pressão reduzida, até secura. Lavar o resíduo com quatro porções de 10 mL de éter etílico isento de peróxidos. Filtrar a fase etérea. Lavar o filtro com 10 mL de éter etílico isento de peróxidos. Descartar o filtrado. Eliminar o éter etílico remanescente no filtro e no balão. Lavar o filtro e o balão contendo o resíduo, com ácido acético glacial transferindo para balão volumétrico de 50 mL. Completar o volume com ácido acético glacial e homogeneizar.

*Solução amostra*: transferir 2 mL da *Solução estoque* para tubo de ensaio e adicionar 4 mL de cloreto férrico ácido SR. Homogeneizar.

*Solução branco*: transferir 2 mL de ácido acético glacial para tubo de ensaio e adicionar 4 mL de cloreto férrico ácido SR. Homogeneizar.

*Procedimento*: aquecer os tubos de ensaio, em banho-maria, a 60 °C durante 25 minutos. Resfriar à temperatura ambiente e medir a absorvância em 540 nm utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular teor de escina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TE} = \frac{\mathrm{A} \times 500}{m \times 60}$$

em que,

TE = teor de escina % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado;
60 = coeficiente de absorção específica;
500 = fator de diluição da *Solução amostra*.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

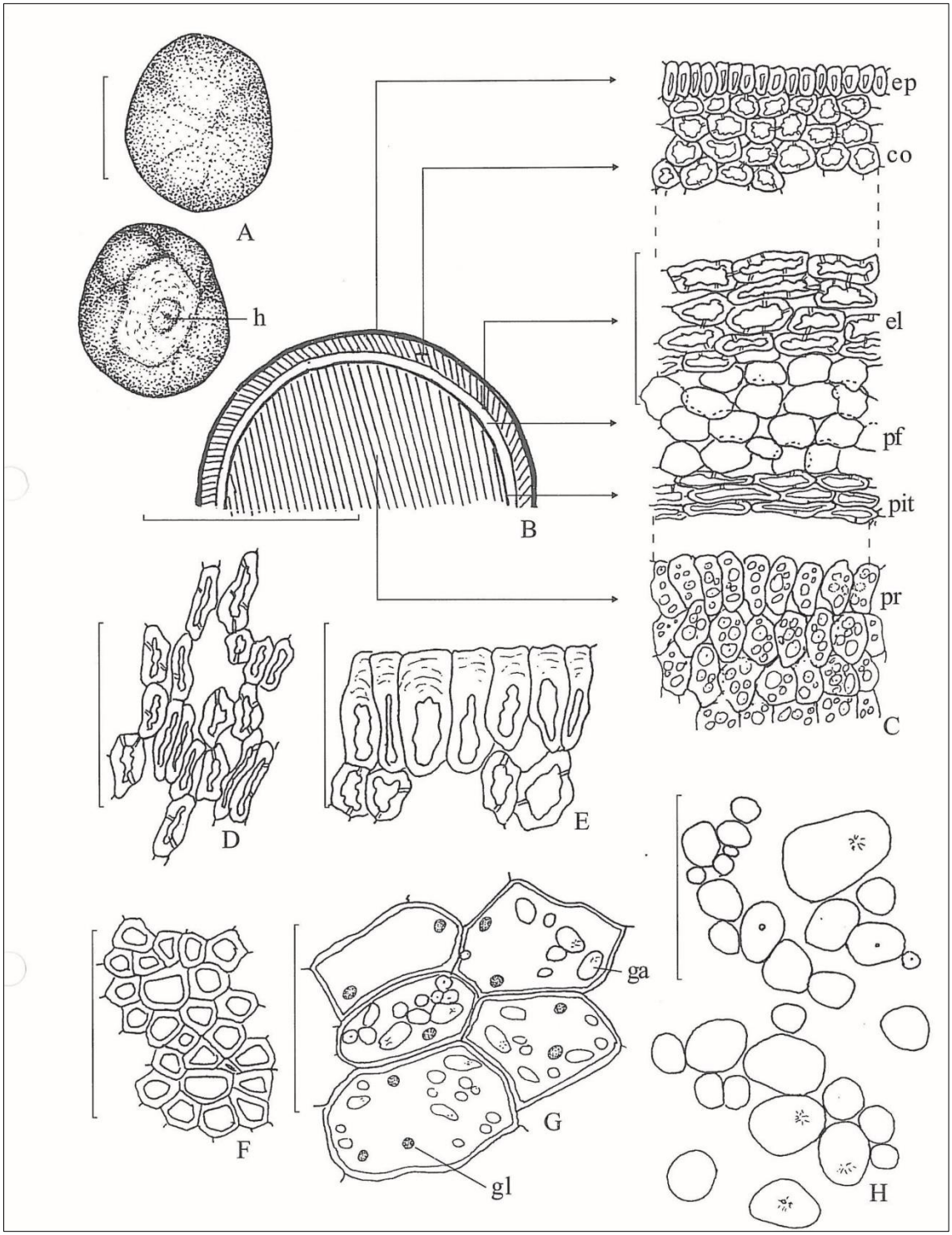



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Aesculus hippocastanum* L.**

As escalas correspondem em A e B a 0,5 cm, em C a 300 µm, em D a G a 100 µm e em H a 50 µm.
**A**. representações esquemáticas da semente, em vista abaxial e em vista adaxial, mostrando a região do hilo; hilo (h). **B**. representação esquemática da semente, em secção transversal. **C**. detalhes da semente, em secção transversal, conforme mostrado em **B;** colênquima (co); esclerênquima (el); epiderme (ep); parênquima fundamental (pf); parênquima interno da testa, com paredes celulares espessadas (pit); parênquima de reserva do cotilédone (pr). **D**. detalhe da epiderme do

tegumento da semente em vista frontal. **E**. detalhe da epiderme da testa, em secção transversal. **F**. células esclerenquimáticas, em secção transversal. **G**. células do parênquima de reserva cotiledonar; grão de amido (ga); gota lipídica (gl). **H**. grãos de amido.

# CENTELA, folha
## *Centellae folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas de *Centella asiatica* (L.) Urb., contendo, no mínimo, 2,0% de asiaticosídeo, em relação ao material dessecado ($C_{48}H_{78}O_{19}$, 959,12).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

As lâminas foliares são membranáceas, raramente papiráceas, verde-acinzentadas na face adaxial e verde-pálidas na face abaxial, glabras a tomentosas em ambas as faces, cobertas de tricomas hialinos de até 2 mm, pluricelulares, unisseriados, formados por duas a cinco células. A célula inferior é oriunda de uma só célula basal. Lâmina ovalada a orbicular-reniforme, palminérvea, com cinco a nove nervuras, base cordada a truncada, ápice arredondado, obtuso a truncado, margem levemente sinuada a crenado-dentada, medindo 1,5 a 7 cm de comprimento e 1 a 6 cm de largura. A venação é pouco densa, actinódroma. As nervuras de primeira ordem são, longitudinalmente, retilíneas. As nervuras de segunda ordem apresentam ângulo de divergência moderada. As ramificações das nervuras secundárias e terciárias terminam no epitema dos hidatódios. As aréolas são pentagonais ou poligonais, com vênula simples, curvada ou ramificada só uma vez e disposta ao acaso. Pecíolo de até 15 cm de comprimento, alargado na porção basal e canaliculado na face adaxial, viloso-tomentoso, castanho-esverdeado a castanho-avermelhado.

**B.** Descrição microscópica

Em vista frontal, as epidermes mostram células poligonais de paredes retas a curvas, estômatos projetados, paracíticos, raros anisocíticos, cutícula estriada, tricomas simples, unisseriados, retorcidos, formados por duas a cinco células, geralmente três, escassos na face adaxial. Hidatódios ocorrem na margem foliar. Em secção transversal, as epidermes mostram células retangulares achatadas, alternadas com células quadrangulares papilosas; a projeção dos estômatos é mais evidente e a cutícula é fina. O mesofilo é dorsiventral, com uma a três camadas de parênquima paliçádico frouxo e parênquima esponjoso ocupando mais da metade do mesofilo, formado por células oblongas no sentido horizontal; nesses parênquimas ocorrem drusas de oxalato de cálcio. Na nervura mediana, observam-se, cerca de dois canais secretores, dispostos na região do parênquima fundamental, um voltado para a face adaxial e outro para a abaxial, próximos ao sistema vascular; o colênquima é lacunar e formado por uma a três camadas mais evidentes na face adaxial. O sistema vascular é colateral, em arco aberto. O pecíolo é fistuloso e, em secção transversal, mostra contorno circular, com duas arestas opostas na face adaxial, separadas por uma pequena região levemente côncava. A epiderme é formada por células quadrangulares, algo papilosas, com estômatos paracíticos e tricomas simples, iguais aos da lâmina foliar; a cutícula é fina e estriada. O colênquima é angular, contínuo, seguido de um clorênquima, contendo sete feixes vasculares colaterais, dispostos em círculo, separados por largas faixas de parênquima fundamental. O floema pode apresentar células amilíferas, sendo sempre acompanhado de uma calota de fibras. Canais secretores ocorrem internamente ao colênquima, outros aproximadamente equidistantes dos feixes vasculares e da epiderme, dois opostos entre si, em um mesmo feixe vascular. No parênquima fundamental encontram-se drusas de oxalato de cálcio.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: fragmentos de epiderme com tricomas unisseriados ou porções deles; fragmentos de parênquima com drusas de oxalato de cálcio; drusas de oxalato de cálcio

isoladas; fragmentos de epiderme com cutícula estriada; fragmentos de epiderme com estômatos paracíticos e cutícula estriada; raros fragmentos de células epidérmicas com estômatos anisocíticos; fragmentos com aréolas e mais raro com hidatódios; fragmentos de lâmina, em secção transversal, mostrando estômatos projetados; fragmentos de parênquima frouxo; fragmentos com canal secretor; fragmentos de parênquima do pecíolo com porções de colênquima.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

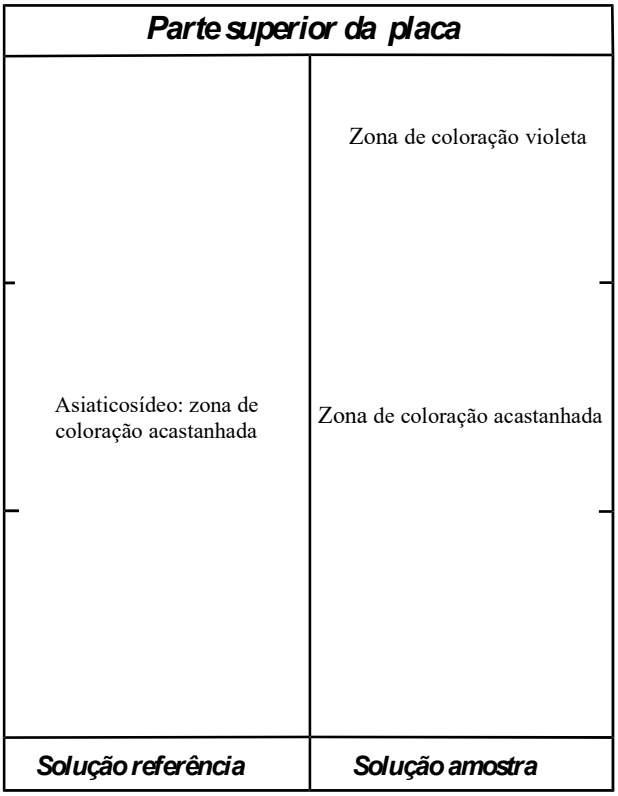
*Fase móvel*: clorofórmio, ácido acético glacial, álcool metílico e água (60:32:12:8).

*Solução amostra*: ferver 3 g da amostra (355 µm) em 30 mL de mistura de álcool etílico e água (1:1). Filtrar e concentrar até secura. Retomar em 0,5 mL de álcool metílico.

*Solução referência*: dissolver 1 mg de asiaticosídeo em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e secar em capela por cinco minutos. Nebulizar com anisaldeído SR e aquecer em estufa entre 100 °C a 105 °C durante 10 minutos. A seguir, Nebulizar novamente com anisaldeído SR e aquecer em estufa entre 100 °C a 105 °C por 10 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 12,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 11,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 2,0%.

**Índice de espuma (5.4.1.8).** Determinar em 1 g da droga pulverizada, transferir para tubo de ensaio e ferver por dois minutos. Utilizar 100 mL de água destilada. No máximo 100.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Asiaticosídeo**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 200 nm; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (3 µm a 10 µm), mantida à temperatura ambiente; fluxo da *Fase móvel* de 0,5 mL/minuto.

*Eluente (A)*: acetonitrila.

*Eluente (B)*: ácido fosfórico a 0,5% (v/v).

*Gradiente da Fase móvel*: adotar o sistema de gradiente descrito na tabela a seguir:

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 – 40 | 25 → 50 | 75 → 50 | gradiente linear |

*Solução amostra*: extrair 5,0 g da droga seca em pó com 150 mL de álcool metílico em aparelho de Soxhlet durante quatro horas. Evaporar o solvente em banho-maria até cerca de 50 mL. Filtrar em funil de vidro sinterizado (G4). Transferir o filtrado para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com álcool metílico e homogeneizar.

*Solução referência (1)*: dissolver 30 mg de asiaticosídeo em 5 mL de álcool metílico. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (2)*: diluir a *Solução referência (1)* em álcool metílico de modo a obter solução a 80% (v/v). Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (3)*: diluir a *Solução referência (1)* em álcool metílico de modo a obter solução a 60% (v/v). Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (4)*: diluir a *Solução referência (1)* em álcool metílico de modo a obter solução a 40% (v/v). Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (5)*: diluir a *Solução referência (1)* em álcool metílico de modo a obter solução a 20% (v/v). Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência (1)*; 10 µL da *Solução referência (2)*; 10 µL da *Solução referência (3)*; 10 µL da *Solução referência (4)* e 10 µL da *Solução referência (5)*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção correspondente ao asiaticosídeo é de 30 a 40 minutos. Determinar a equação da curva analítica a partir dos valores obtidos com a *Solução referência (1)*; a *Solução referência (2)*; a *Solução referência (3)*; a *Solução referência (4)* e a *Solução referência (5)*. Calcular o teor de asiaticosídeo na amostra, a partir da determinação, por meio da equação da curva analítica, da concentração da *Solução amostra*.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

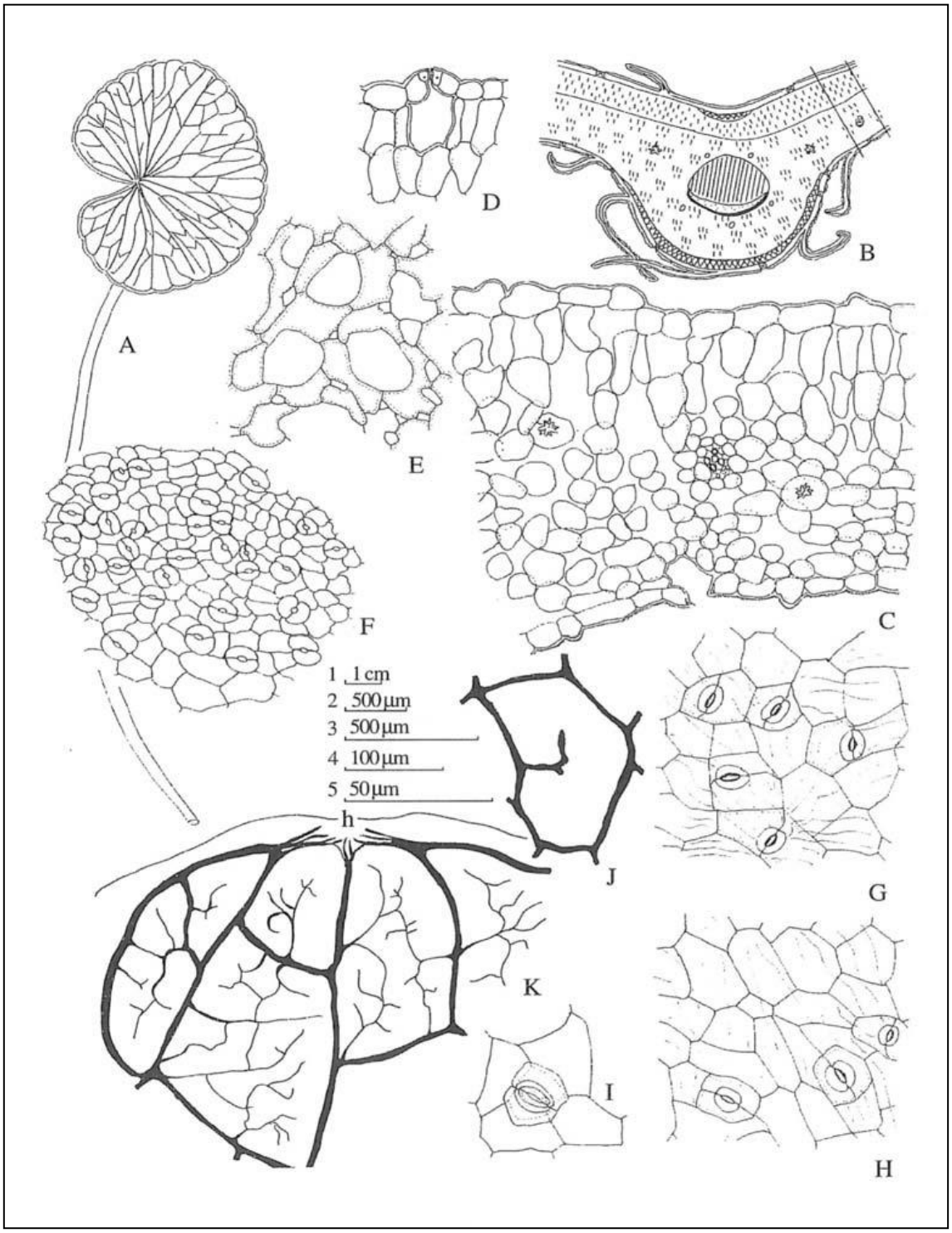



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Centella asiatica* (L.) Urb.**

As escalas correspondem em **A** a 1 cm (régua 1); **K** a 500 µm (régua 2); **B**, **F** e **J** a 500 µm (régua 3); **C**, **D**, **E**, **G** e **H** a 100 µm (régua 4); **I** a 50 µm (régua 5).

**A** – aspecto da folha. **B** – esquema da secção transversal da folha na nervura mediana. **C** – secção transversal da folha na região do limbo na porção indicada em **B**. **D** – detalhe de secção transversal da folha com estômato e câmara subestomática. **E** – aspecto do parênquima. **F** – hidatódio na epiderme adaxial. **G** – epiderme adaxial mostrando cutícula estriada. **H** – epiderme abaxial mostrando cutícula estriada. **I** – detalhe de estômato paracítico. **J** – arquitetura foliar: aréola. **K** – arquitetura foliar: margem e hidatódio.

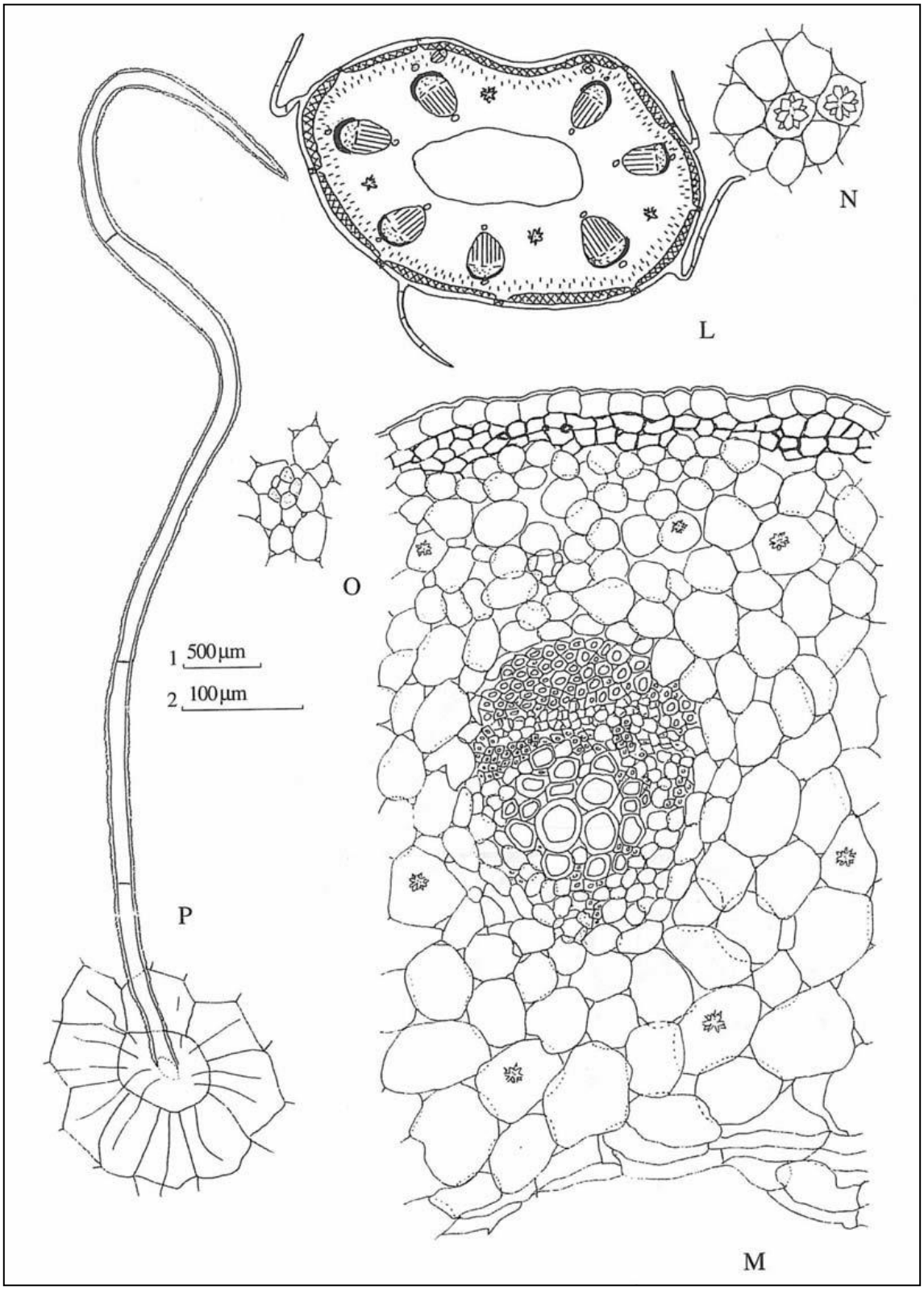



**Figura 2 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Centella asiatica* (L.) Urb.**

As escalas correspondem em **L** a 500 µm (régua 1); **M** a **P** a 100 µm (régua 2).
**L** – esquema do pecíolo em secção transversal. **M** – detalhe de uma porção transversal do pecíolo, mostrando um feixe vascular e diversas células contendo cristais do tipo drusa. **N** – drusas de oxalato de cálcio no interior de porção de células parenquimáticas. **O** – canal secretor. **P** – tricoma simples pluricelular e unisseriado.

# CHAMBÁ, folha
## *Justicia pectoralis folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas de *Justicia pectoralis* Jacq., rasuradas ou pulverizadas, contendo, no mínimo, 0,2% de cumarina ($C_9H_6O_2$, 146,15).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas inteiras, membranáceas, de coloração verde-clara. Lâmina foliar lanceolada, com ápice atenuado, base aguda e margem inteira, com tricomas em ambas as faces, medindo 2 a 6 cm de comprimento e 0,4 a 1,0 cm de largura; pecíolo de 0,2 a 0,5 mm de comprimento.

**B.** Descrição microscópica

A lâmina foliar apresenta simetria dorsiventral e é anfihipoestomática, com estômatos diacíticos. Em secção paradérmica, a face adaxial da epiderme mostra células de contorno sinuoso e tricomas tectores pluricelulares unisseriados. A face abaxial da lâmina mostra células da epiderme de contorno ondeado e tricomas glandulares formados por uma célula no pé e uma célula no pedúnculo e por uma cabeça composta por quatro células secretoras, onde se visualiza conteúdo em forma de gotas. Em secção transversal a lâmina mostra epiderme unisseriada recoberta por cutícula espessa, com células de formato quadrangular, sendo as da face abaxial menores. Em algumas células da epiderme ocorrem cistólitos em formato de bastão que possuem tamanhos variados. A região do mesofilo é recoberta por uma cutícula espessa, apresentando uma camada do parênquima paliçádico e quatro camadas de parênquima esponjoso, com espaços intercelulares. Na região da nervura central, foram observadas duas camadas de colênquima do tipo angular em ambas as faces. O feixe vascular é colateral e está disposto na forma de um arco central e nas extremidades mostra dois pequenos feixes também colaterais, voltados para a face adaxial. O pecíolo, em secção transversal, apresenta formato quase plano-convexo. A epiderme é unisseriada e recoberta por uma cutícula delgada, com tricomas tectores semelhantes aos encontrados na lâmina. Abaixo da epiderme ocorrem cinco camadas de colênquima angular na face adaxial, inclusive nas alas laterais, e duas camadas na face abaxial. O feixe vascular é do tipo colateral, ocorrendo um maior e principal, em forma de arco e três feixes menores. No feixe principal ocorrem dez raios de elementos xilemáticos.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as características estabelecidas para espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: cor verde-clara; fragmentos de epiderme mostrando estômatos diacíticos e raros tricomas tectores; cistólitos isolados e seus fragmentos.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

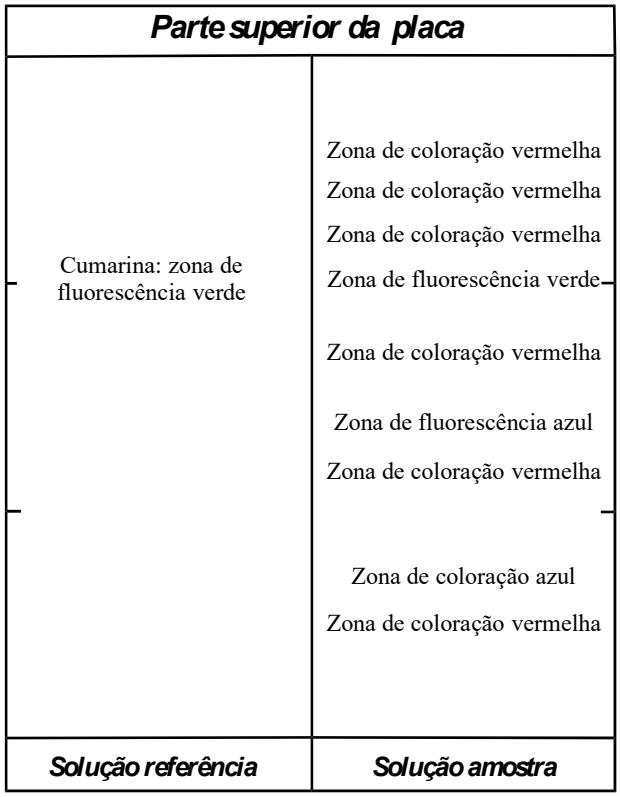
*Fase móvel*: mistura de éter, tolueno e saturada com ácido acético a 10% (v/v) (50:50:50).

*Solução amostra*: pesar cerca de 2 g de droga vegetal em erlenmeyer, adicionar 20 mL de álcool metílico e submeter à decocção em chapa aquecedora. Manter sob fervura durante cinco minutos.

*Solução referência*: pesar cerca de 1 mg de cumarina e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 15 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar em capela de exaustão. A seguir, nebulizar a placa com hidróxido de potássio a 10% (v/v). Examinar sob a luz ultravioleta a 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. A mancha principal obtida com a *Solução amostra* corresponde em posição e cor àquela obtida com a *Solução referência*. Para a aceitação da amostra sob teste como correspondente a *Justicia pectoralis* é necessário que, além da correspondência da mancha obtida com a *Solução amostra* com a mancha relativa a *Solução referência*, sejam evidenciadas outras zonas, tais como a zona de coloração fluorescente azul e demais zonas representadas no esquema a seguir, indicando um perfil químico semelhante.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 1,0%.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico.* No máximo 13,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 14,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 1,6%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 277 nm; pré-coluna empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (3,9 µm), coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura ambiente (23 °C); fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

*Eluente (A)*: ácido trifluoracético a 0,05% (v/v).

*Eluente (B)*: ácido trifluoracético a 0,05% em álcool metílico (v/v).

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0-4 | 80 → 75 | 20 → 25 | gradiente linear |
| 4-8 | 75 → 60 | 25 → 40 | gradiente linear |
| 8-23 | 60 → 25 | 40 → 75 | gradiente linear |
| 23-26 | 25 | 75 | isocrática |
| 26-27 | 25 → 80 | 75 → 20 | gradiente linear |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, 0,50 g da droga vegetal pulverizada e transferir para um balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 100 mL de solução de álcool etílico a 40% (v/v). Aquecer em banho-maria, sob refluxo, durante 30 minutos, à temperatura entre 85 ºC e 90 °C. Resfriar em água corrente e filtrar o extrato em algodão para um balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com o líquido extrator e homogeneizar. Transferir 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver 25 mg de cumarina em balão volumétrico de 50 mL com solução de álcool etílico a 40% (v/v). Transferir 0,320 mL para balão volumétrico de 10 mL e completar o volume com o mesmo solvente para obter solução de concentração igual a 16 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção da cumarina na amostra é de aproximadamente 17,7 minutos. Calcular o teor de cumarina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TC} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_\mathrm{a}}{\mathrm{A}_\mathrm{r} \times m} \times 500 \times 100$$

em que,

TC = teor de cumarina em % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à cumarina na *Solução referência*;
$A_a$ = área sob o pico correspondente na *Solução amostra*;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
500 = fator de diluição.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

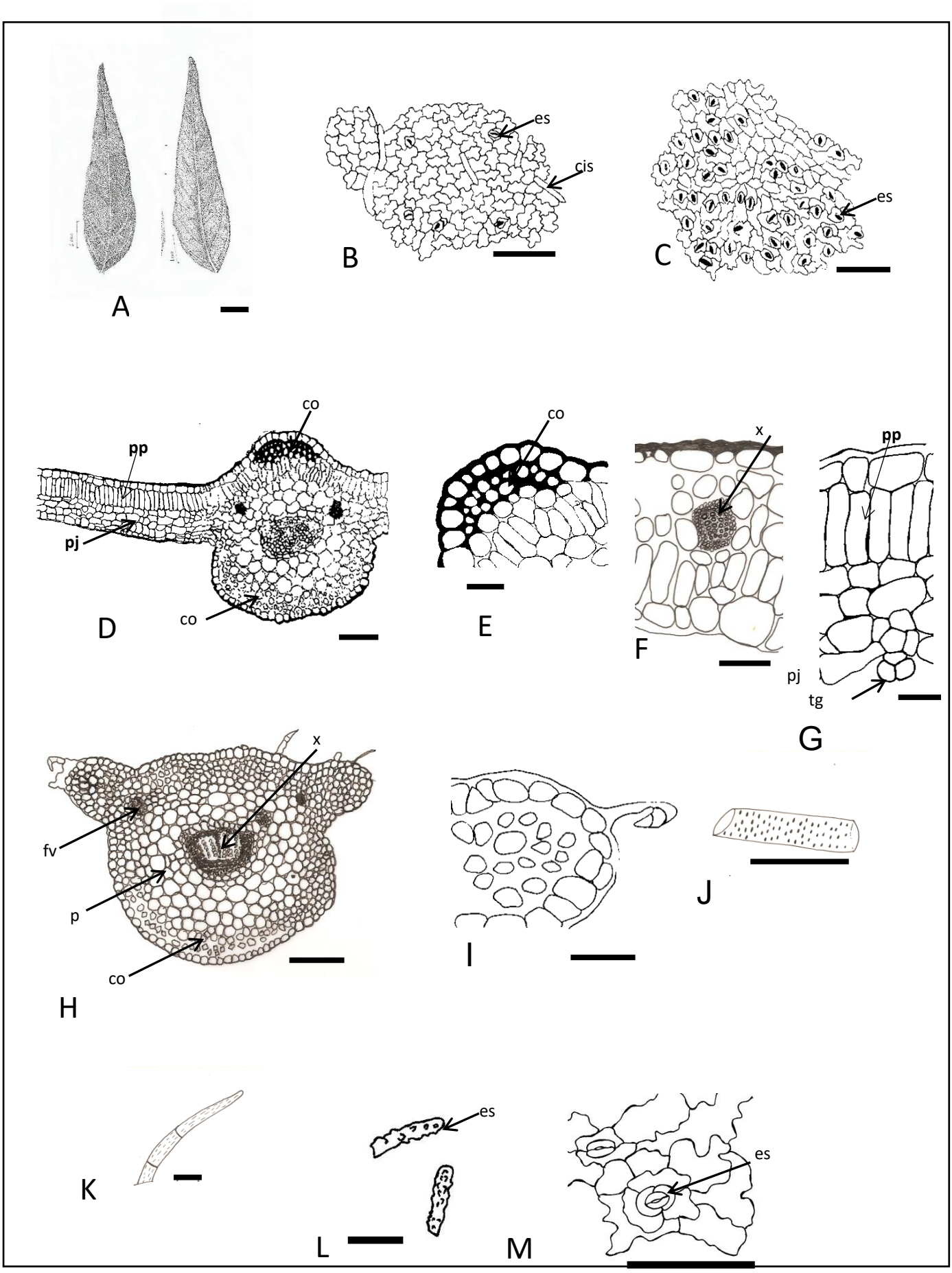

A
B
es
cis
C
es
D
co
pp
pj
co
E
co
F
x
G
pp
pj
tg
H
x
fv
p
co
I
J
K
L
es
M
es

**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Justicia pectoralis* Jacq.**

As escalas correspondem em **A** a 2 cm; **D, E, F, G, H, I** a 100 µm; **B, C**, **J**, **K, L, M** a 25 µm.
**A** - aspecto geral da folha, em vista frontal. **B** – detalhe da secção paradérmica da folha: face adaxial, estômatos do tipo diacítico e cistólitos. **C** –detalhe da secção paradérmica da folha: face abaxial, estômatos do tipo diacítico. **D** - detalhe da secção transversal da folha: vista geral da região do mesofilo e nervura central. **E –** detalhe da secção transversal da folha: colênquima angular. **F -** detalhe da secção transversal da folha: feixe vascular do mesofilo, detalhe xilema. **G -** detalhe da secção transversal da folha: parênquima paliçádico, parênquima esponjoso e tricoma. **H -** Secção transversal do pecíolo: vista geral. **I –** detalhe da secção transversal do pecíolo: região da ala lateral. **J** - maceração do pó da folha: elemento de vaso. **K** – maceração do pó da folha: tricoma. **L** - maceração do pó da folha: cistólito. **M** – maceração do pó da folha: estômatos.

# CHAPÉU-DE-COURO, folha
## *Echinodorus folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas de *Echinodorus grandiflorus* (Cham. & Schltdl.) Micheli contendo, no mínimo, 2,8% de derivados do ácido hidroxicinâmico, expressos em verbascosídeo ($C_{29}H_{36}O_{15}$, 624,59).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas simples, coriáceas, cordiformes, com base cordada e ápice agudo a arredondado. Lâmina foliar de dimensões variadas, de 10 a 35 cm de comprimento e 20 a 25 cm de largura na porção mediana; pecíolo longo de secção transversal circular a ovalada, com expansões aladas curtas e estriações longitudinais. A nervação é do tipo campilódroma, com 12 a 14 nervuras de calibres semelhantes, que partem de um único ponto na base do limbo, proeminentes na face abaxial. Dessas partem nervuras de menor calibre, paralelas entre si, e dessas as terciárias, culminando na formação de aréolas fechadas com terminações pouco ramificadas. Tanto a lâmina quanto o pecíolo são pubescentes e relativamente ásperos pela presença de tricomas estrelados. Dutos secretores translúcidos são abundantes por toda a lâmina foliar.

**B.** Descrição microscópica

A lâmina foliar apresenta simetria dorsiventral e é anfiestomática, com estômatos paralelocíticos. Em vista frontal, as paredes anticlinais das células epidérmicas são retas a sinuosas. Sobre as nervuras ocorrem tricomas tectores pluricelulares estrelados. Em secção transversal, a epiderme é uniestratificada e coberta por cutícula delgada, com papilas pouco evidentes. O mesofilo é formado por uma camada de parênquima paliçádico e várias de parênquima esponjoso com expansões braciformes. No aerênquima ocorrem trabéculas de células braciformes com reentrâncias espessadas, permitindo a formação de espaços intercelulares triangulares. Dutos secretores estão distribuídos por todo o aerênquima. Nos feixes vasculares do mesofilo ocorrem calotas polares esclerenquimáticas e externamente uma bainha parenquimática. Na nervura principal ocorrem entre oito e onze feixes vasculares, acompanhados de fibras e de bainha parenquimática. O parênquima fundamental é braciforme. O pecíolo, em vista frontal, apresenta células epidérmicas poliédricas, alongadas longitudinalmente. Em secção transversal, ocorrem feixes vasculares nas duas alas. O aerênquima é similar ao descrito para a nervura principal, entretanto diversas células são repletas de grãos de amido. Os feixes vasculares mais calibrosos (de um a dois) estão dispostos na região central do pecíolo, e são menos calibrosos em direção à periferia, semelhantes ao da nervura principal, mas contando com uma lacuna de protoxilema de grandes dimensões. Os feixes de menor calibre apresentam esclerênquima apenas junto ao polo floemático, enquanto que os de maior calibre mostram um anel contínuo.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: fragmentos de epiderme da lâmina foliar, com estômatos paralelocíticos e células epidérmicas de contorno reto a sinuoso, recobertas por cutícula com papilas; tricomas tectores estrelados com ou sem porções de epiderme; células com pequenas expansões braciformes, do parênquima esponjoso; porções de aerênquima contendo duto secretor; células braciformes com reentrâncias espessadas, que compõem as trabéculas da nervura principal e pecíolo.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,250 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, tolueno, ácido fórmico e água (100:10:10:1).

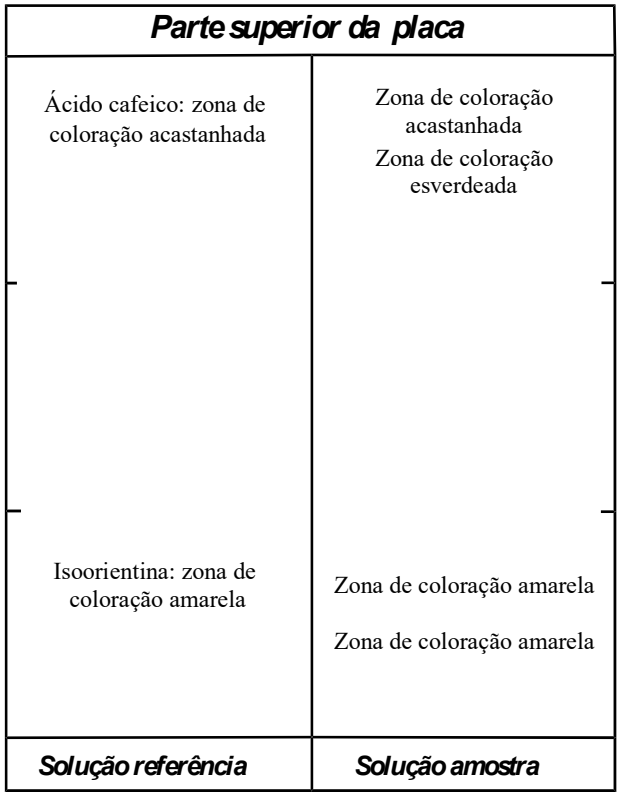
*Solução amostra*: turbolisar cerca de 10 g da droga vegetal pulverizada pesada, com exatidão, em 100 mL de álcool etílico a 70% (v/v) durante 15 minutos, com intervalos de cinco minutos, em temperatura não superior a 40 °C. Filtrar, eliminar o álcool etílico em rotaevaporador sob pressão reduzida. Extrair a fase aquosa resultante com três porções de 25 mL de acetato de etila em funil de separação (125 mL). Deixar em repouso em freezer (-18 °C) por 15 minutos, para total separação das fases. Reunir as frações orgânicas e lavar com 50 mL de água. Evaporar a fração obtida em rotaevaporador sob pressão reduzida até resíduo. Retomar o resíduo com 1 mL de álcool metílico.

*Solução referência (1)*: pesar cerca de 1 mg de ácido cafeico e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Solução referência (2)*: pesar cerca de 1 mg de isorientina e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência (1)* e 5 µL da *Solução referência (2).* Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar em capela de exaustão. Nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR e deixar secar em capela de exaustão.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 9,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 11,0%.

**Cinzas sulfatadas (5.4.1.5.2).** No máximo 13,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Derivados do ácido *o*-hidroxicinâmico**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,5 g da droga pulverizada (210 µm) **(5.2.11)** e adicionar 90 mL de álcool etílico a 50% (v/v) em balão de fundo redondo de 250 mL. Aquecer sob refluxo por 30 minutos. Esfriar e filtrar para balão volumétrico de 100 mL. Lavar o balão de fundo redondo e o filtro com 10 mL de álcool etílico a 50% (v/v) para o mesmo balão volumétrico. Completar o volume com álcool etílico a 50% (v/v) e homogeneizar.

*Solução amostra*: adicionar, volumetricamente, em balão volumétrico de 10 mL, 1 mL da *Solução estoque*, 2 mL de ácido clorídrico 0,5 *M*, 2 mL da mistura de nitrito de sódio a 20% (p/v) e molibdato de sódio a 20% (p/v) (1:1). Adicionar 2 mL de solução de hidróxido de sódio a 8% (p/v), completar o volume com álcool etílico a 50% (v/v) e homogeneizar.

*Solução branco*: adicionar, volumetricamente, em balão volumétrico de 10 mL, 1 mL da *Solução estoque*, 2 mL de ácido clorídrico 0,5 *M*, 2 mL de solução de hidróxido de sódio a 8% (p/v), completar o volume com álcool etílico a 50% (v/v) e homogeneizar.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra*, imediatamente após o seu preparo, a 525 nm, utilizando a *Solução branco* para o ajuste do zero. Calcular o teor de derivados do ácido hidroxicinâmico, expressos em verbascosídeo, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{A \times 1000}{m \times 185}$$

em que,

TA = teor de derivados do ácido hidroxicinâmico, expressos em verbascosídeo % (p/p);
*A* = absorvância medida para a *Solução amostra*;
185 = coeficiente de absorção específica do verbascosídeo;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada no ensaio, considerando o teor de água determinado.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

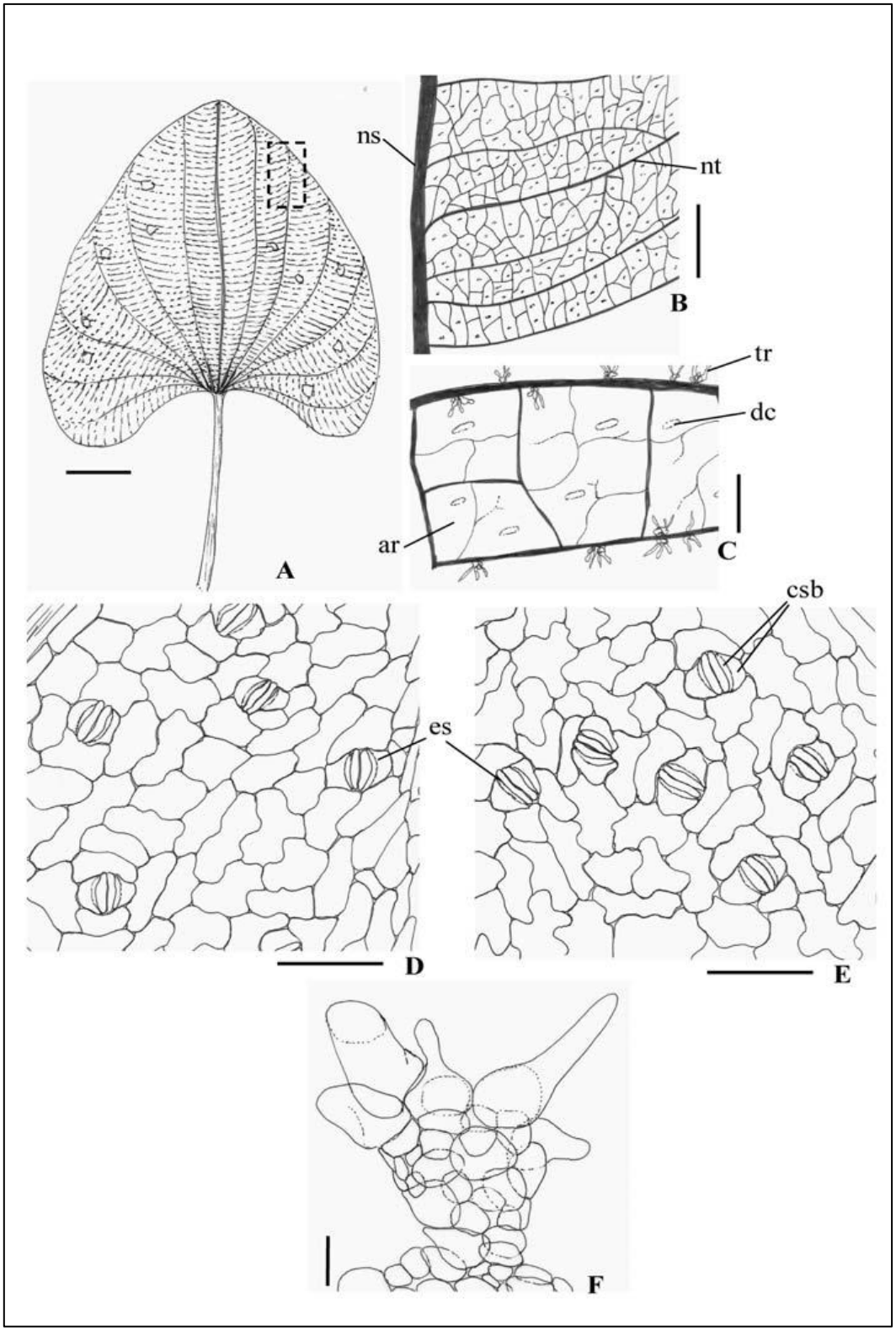



**Figura 1** – **Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Echinodorus grandiflorus* (Cham. & Schltdl.) Micheli**

As escalas correspondem em **A** a 8 cm, em **B** a 5 mm, em **C** a 1 mm, em **D** e **E** a 100 µm, em **F** a 50 µm.
**A** – aspecto geral da folha, em vista frontal. **B** – detalhe parcial de nervura secundária (ns) e de nervuras terciárias (nt) destacadas em **A**. **C** – detalhe de algumas aréolas e terminações vasculares da lâmina foliar: aréola (ar); duto secretor (dc); tricoma estrelado (tr). **D** – detalhe de porção da epiderme da lâmina foliar voltada para a face adaxial, em vista

frontal: estômato (es). **E** – detalhe de porção da epiderme da lâmina foliar voltada para a face abaxial, em vista frontal: células subsidiárias (csb); estômato (es). **F** – detalhe de um tricoma estrelado.

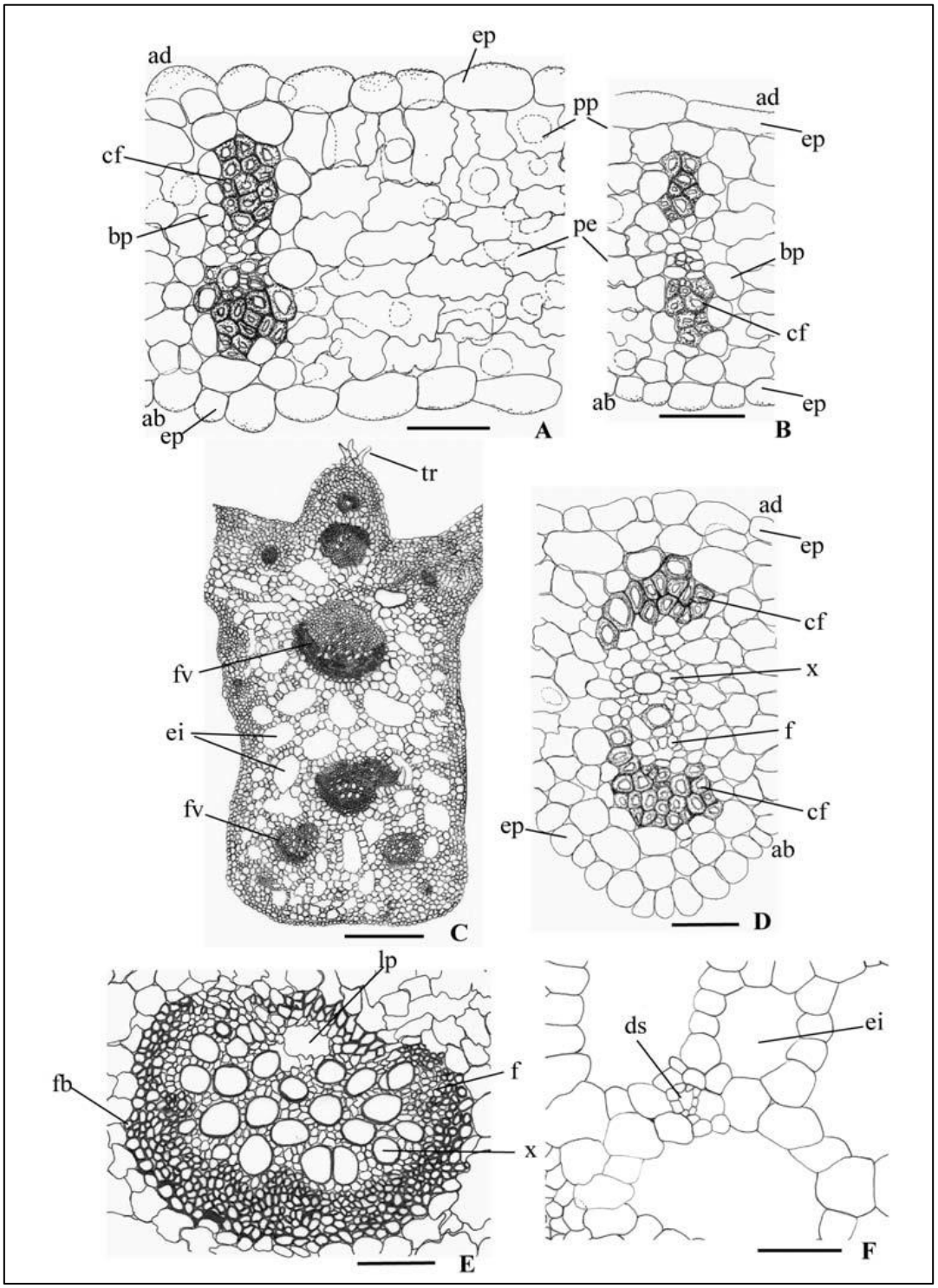



**Figura 2 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Echinodorus grandiflorus* (Cham. &Schltdl.) Micheli**

As escalas correspondem em **A**, **B** e **D** a 50 µm, em **C** a 500 µm, em **E** e **F** a 100 µm.

**A** – detalhe de porção do mesofilo na região mediana da lâmina foliar, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); bainha parenquimática (bp); calota de fibras (cf); epiderme (ep); parênquima esponjoso (pe); parênquima paliçádico (pp). **B** – detalhe de porção do mesofilo na região mediana da lâmina foliar, evidenciando feixe terciário, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); bainha parenquimática (bp); calota de fibras (cf); epiderme (ep); parênquima esponjoso (pe); parênquima paliçádico (pp). **C** – detalhe da região da nervura principal, em secção transversal: espaço intercelular (ei); feixe vascular (fv); tricoma estrelado (tr). **D** – detalhe de porção do mesofilo, evidenciando um feixe vascular, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); calota de fibras (cf); epiderme

(ep); floema (f); xilema (x). **E** – detalhe de um feixe vascular da nervura principal, em secção transversal: floema (f); fibroesclereídes (fb); lacuna do protoxilema (lp); xilema (x). **F** – detalhe de porção do aerênquima na região da nervura principal, em secção transversal: duto secretor (ds); espaço intercelular (ei).

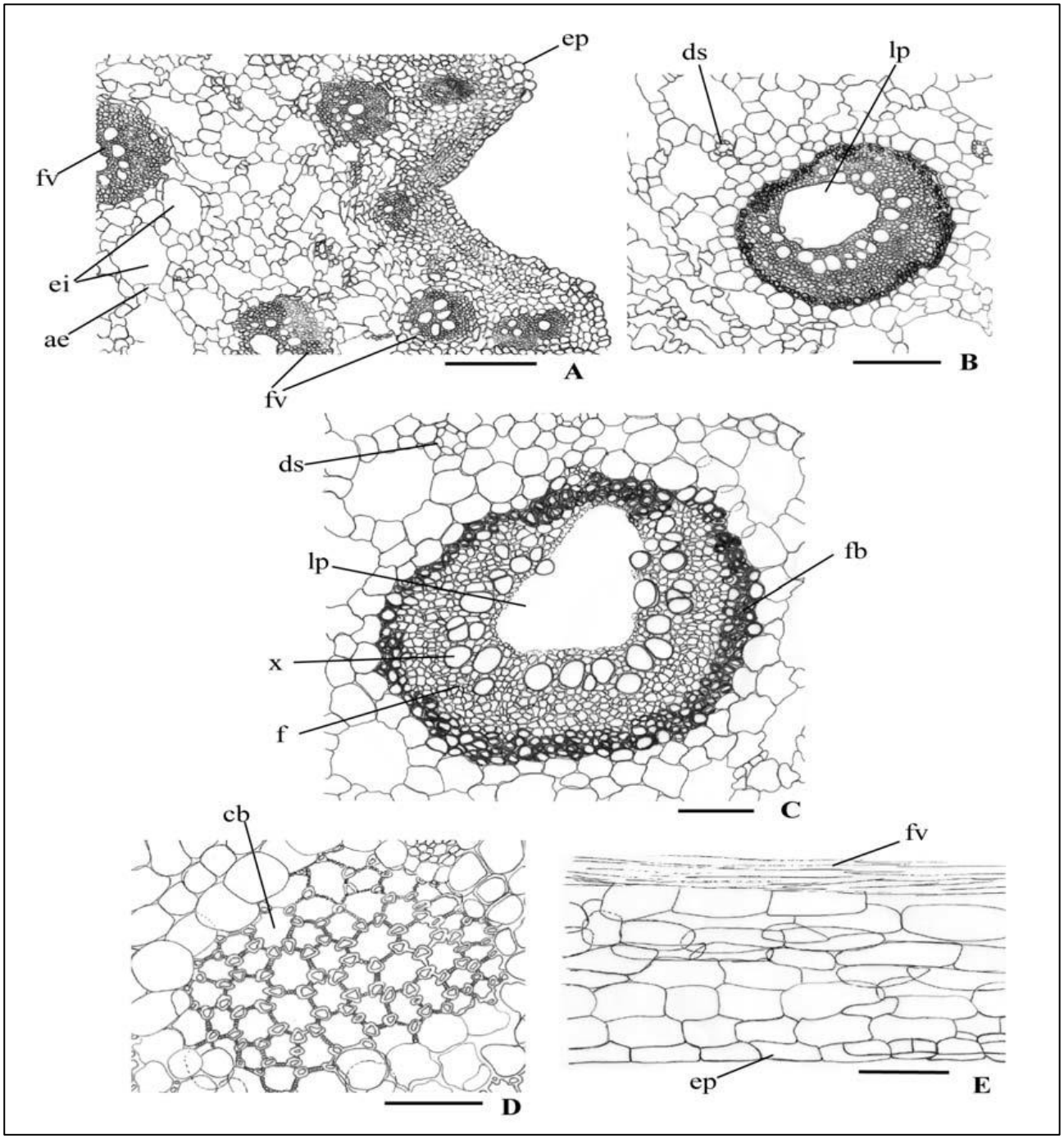



**Figura 3 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Echinodorus grandiflorus* (Cham. &Schltdl.) Micheli**

As escalas correspondem em **A** e **B** a 200 µm; em **C**, **D** e **E**a 100 µm.

**A** a **D** – secções transversais do pecíolo. **A** – detalhe de porção do pecíolo: aerênquima (ae); espaço intercelular (ei); epiderme (ep); feixe vascular (fv). **B** – detalhe de porção do pecíolo, na região do aerênquima, evidenciando um feixe vascular: duto secretor (ds); lacuna do protoxilema (lp). **C** – detalhe de um feixe vascular, na região central do pecíolo: duto secretor (ds); floema (f); fibroesclereíde (fb); lacuna do protoxilema (lp); xilema (x). **D** – detalhe das trabéculas do pecíolo: célula braciforme (cb). **E** – detalhe parcial do aerênquima em secção longitudinal: epiderme (ep); feixe vascular (fv).

# CIPÓ-CABELUDO, folha
## *Mikania hirsutissima folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas de *Mikania hirsutissima* DC., contendo, no mínimo, 0,018% de ácido caurenoico ($C_{20}H_{30}O_2$, 302,45).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica.

Folhas simples, ovadas, com base cordada e ápice agudo a curtamente acuminado, de margem denteada e nervação actinódroma; lâmina foliar medindo 7 a 10 cm de comprimento e 5 a 6,5 cm de largura. Pecíolo cilíndrico de 2 a 3,5 cm de comprimento. As folhas secas são levemente enrugadas, friáveis e de textura áspera.

**B.** Descrição microscópica.

A lâmina foliar é hipoestomática e de simetria dorsiventral. Em vista frontal, apresenta as paredes anticlinais das células epidérmicas sinuosas e estômatos anomocíticos. Em secção transversal, a epiderme é unisseriada, sendo as células da face adaxial maiores do que as da face abaxial. A cutícula é lisa e mais espessa na face abaxial. Os tricomas tectores são simples e longos, formados por duas a quatro células, ocorrendo principalmente na face abaxial. Os tricomas glandulares curvos são formados por cerca de 5 células e ocorrem em ambas as faces epidérmicas, porém são menos abundantes que os tricomas tectores. O mesofilo é formado por uma camada de parênquima paliçádico e quatro a cinco camadas de parênquima esponjoso composto por células de formato irregular com espaços intercelulares evidentes. A nervura principal é biconvexa, sendo arredondada na face inferior e acuminada na face superior. Apresenta de três a cinco camadas de colênquima angular subepidérmico na face inferior, sendo a face superior composta exclusivamente por colênquima. Apresenta de três a quatro feixes vasculares colaterais em arco aberto, sendo que feixes menores podem estar presentes junto a face adaxial. Fibras esclerenquimáticas estão apostas ao floema nos feixes vasculares de maior porte.

**C.** Descrição microscópica do pó.

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração verde clara; fragmentos de epiderme com células de paredes anticlinais sinuosas; fragmentos do mesofilo com parênquima paliçádico uniestratificado; fragmentos de epiderme, mostrando estômatos anomocíticos; fragmentos de epiderme contendo tricomas tectores simples; fragmentos de epiderme contendo tricomas glandulares curvos; e fragmentos do sistema vascular evidenciados por elementos traqueais.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: diclorometano, acetato de etila e metanol (500:25:1).

*Solução referência*: solução a 0,77 mg/mL de ácido caurenoico em álcool metílico.

*Solução amostra:* pesar 0,50 g da droga vegetal pulverizada (1,70 mm – 355 μm) e adicionar 7 mL de *n*-hexano e homogeneizar. Levar ao ultrassom por 40 minutos e, em seguida, centrifugar por dois minutos a 2000 rpm. Filtrar em papel filtro para frasco de vidro, lavando duas vezes o filtro com 2,5

mL de *n*-hexano. Concentrar as amostras até secura em banho-maria (65 a 75 °C). Suspender o resíduo em 1 mL de acetonitrila, com auxílio do ultrassom por 90 segundos.

*Revelador*: anisaldeído, solução.

*Procedimento*: aplicar à cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar com o *Revelador* e aquecer entre 100 °C e 105 °C durante cinco minutos e examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| **Parte superior da placa** | |
|---|---|
| | Zona de coloração rosa de baixa intensidade<br>Zona de coloração roxo de baixa intensidade |
| Ácido caurenoico: zona de coloração vermelha | Zona de coloração rosa |
| | Zona de coloração violeta de baixa intensidade |
| *Solução referência* | *Solução amostra* |

TESTES

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 14,6%.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 17,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 12,5%.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Ácido caurenoico**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 210 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm), coluna de 250 mm de comprimento, 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm), mantida à temperatura de 20 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,80 mL/minuto.

*Eluente (A):* água e ácido fosfórico (99,9:0,1).

*Eluente (B):* acetonitrila.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 17 | 10 | 90 | isocrática |
| 17 – 17,3 | 10 → 0 | 90 → 100 | gradiente linear |
| 17,3 - 27 | 0 | 100 | isocrática |
| 27 – 30 | 0 → 10 | 100 → 90 | gradiente linear |
| 30 – 40 | 10 | 90 | equilíbrio |

*Solução amostra:* pesar 0,50 g da droga vegetal pulverizada (1,70 mm – 355 µm). Adicionar 7 mL de *n*-hexano, homogeneizar e levar ao ultrassom por 40 minutos. Centrifugar por dois minutos a 2000 rpm. Filtrar em papel filtro para frasco de vidro e lavar duas vezes o filtro com 2,5 mL de *n*-hexano. Concentrar até secura em banho-maria (65 a 75 °C). Suspender o resíduo em 1 mL de acetonitrila e levar ao ultrassom por 90 segundos. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência:* dissolver quantidade pesada, com exatidão, de ácido caurenoico em álcool metílico, para obter uma solução com concentração de 180 µg/mL e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento:* Injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob o pico referente ao ácido caurenoico. Calcular o teor de ácido caurenoico, em porcentagem, de acordo com a expressão:

$$TA = \frac{C_r \times A_a}{A_r \times m} \times 100$$

em que,

TA = teor de ácido caurenoico % (p/p);
$C_r$ = concentração de ácido caurenoico, em g/mL, na *Solução referência* considerando pureza da substância de referência;
$A_a$ = área sob o pico correspondente ao ácido caurenoico na *Solução amostra*;
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao ácido caurenoico na *Solução referência*;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

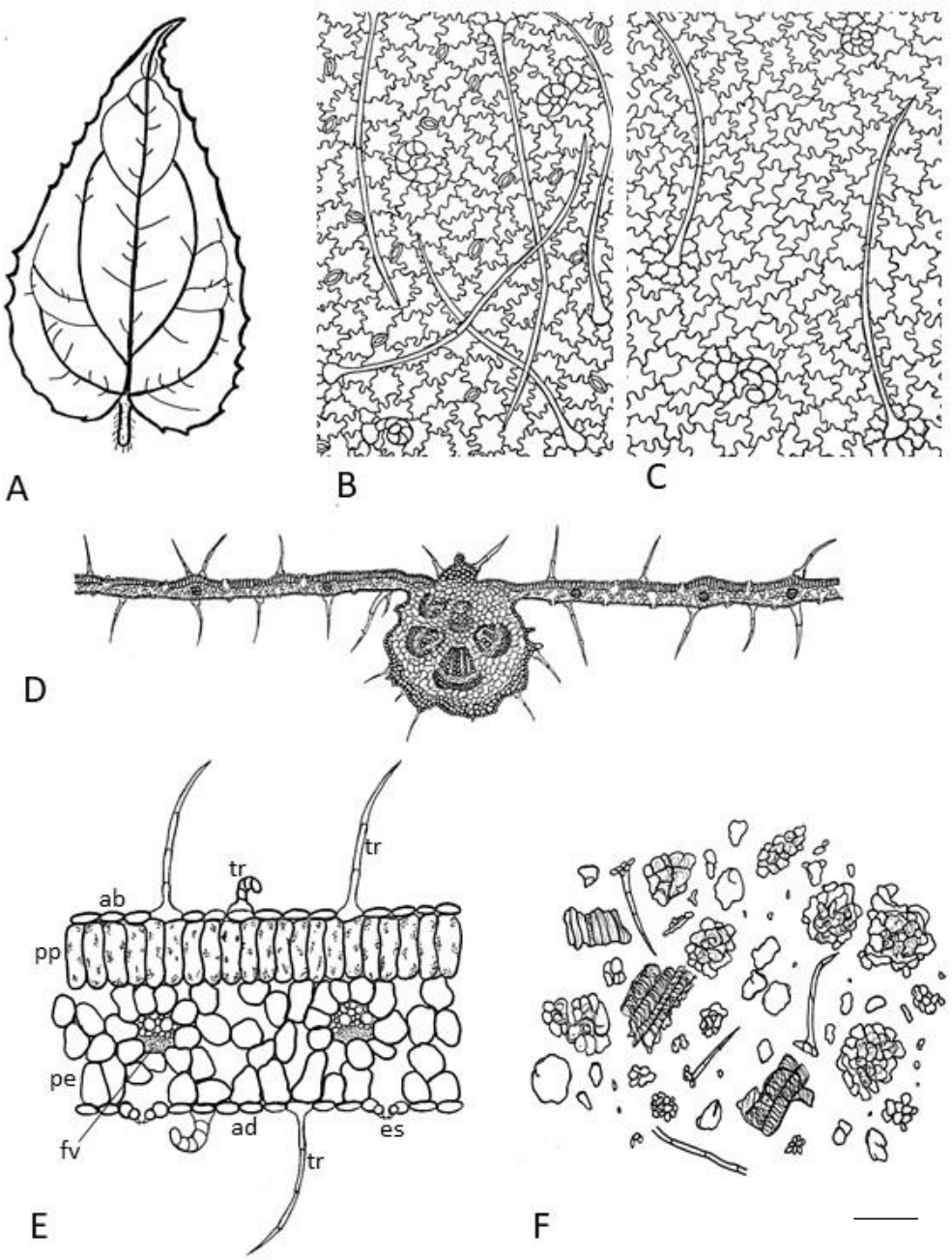



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Mikania hirsutissima* DC.**

_____

As escalas correspondem em A: 1,5 cm; B-C: 120 µm; D: 400 µm; E: 40 µm; F: 50 µm.

**A** - aspectos geral da folha, mostrando a lâmina ovalada; **B** – detalhe da epiderme abaxial, em vista frontal, com estômatos e tricomas tectores; **C** – detalhe da epiderme abaxial, em vista frontal, com tricomas tectores; **D** – esquema do aspecto geral da lâmina foliar em secção transversal; **E** - detalhe de porção do mesofilo em secção transversal; face abaxial (ab); face adaxial (ad); feixe vascular (fv); parênquima esponjoso (pe); parênquima paliçádico (pp); tricoma (tr); **F** – microscopia do pó; fragmento da epiderme e do parênquima clorofiliano; fragmentos dos feixes vasculares.

# COENTRO, fruto
## *Coriandri fructus*

A droga vegetal consiste de frutos secos de *Coriandrum sativum* L., contendo, no mínimo, 0,3% de óleo volátil.

CARACTERÍSTICAS

Os frutos possuem odor aromático e característico.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

O fruto é um diaquênio, formado de dois mericarpos, subglobular e glabro, de aproximadamente 0,2 a 0,5 cm de diâmetro, castanho, castanho-amarelado ou castanho-avermelhado; possui no ápice um estilopódio curto com dois estiletes divergentes e restos de cinco sépalas reflexas. Cada um dos mericarpos, usualmente aderidos pelas margens, possui cinco arestas longitudinais primárias, onduladas, alternadas com quatro arestas longitudinais secundárias, mais proeminentes. O fruto, em secção transversal, exibe na porção dorsal do pericarpo uma banda contínua de esclerênquima lignificado e na face comissural ou ventral dois, raramente mais, canais secretores grandes. O endosperma é oleoso e côncavo na face comissural.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal, o diaquênio é circular, com 10 arestas primárias onduladas, em cada uma das quais se observa um feixe vascular, e oito arestas secundárias mais proeminentes. O epicarpo é constituído por uma camada incolor de células epidérmicas de paredes finas e cutícula lisa, que podem conter ocasionalmente um ou dois cristais de oxalato de cálcio, prismáticos, pequenos. Em vista frontal, o epicarpo mostra células poligonais e estômatos anisocíticos e/ou anomocíticos, pouco frequentes. O mesocarpo é formado por três zonas distintas: externamente ocorrem algumas camadas de células grandes, de paredes delgadas, entre as quais ocorrem resquícios de canais secretores rudimentares, voltados para a face adaxial e no lado comissural são visíveis dois grandes canais secretores de forma elíptica; a porção mediana é formada por uma zona ampla e contínua de fibras fusiformes, sinuosas, de paredes espessas, pontoadas e de lúmen estreito, formando camadas entrelaçadas que externamente orientam-se longitudinalmente e internamente tangencialmente, formando um ângulo reto entre si; a seguir ocorrem duas ou três camadas de esclereídes grandes, poligonais ou retangulares, alargados tangencialmente, de paredes espessas, com numerosas pontoações bem evidentes, de coloração amarela, frequentemente aderidos ao endocarpo, que é formado por uma ou duas camadas de células de paredes finas, lignificadas, alongadas em vista frontal, com aspecto aparquetado (disposição em "parquet"). A semente, de forma reniforme, está coberta por um tegumento formado por uma camada de células marrons e de paredes grossas, exceto sobre a superfície comissural; o endosperma é constituído por células poligonais, de paredes espessas, contendo óleo incolor ou levemente amarelado, grãos de aleurona e pequenas drusas de oxalato de cálcio, de 3 a 10 μm de diâmetro.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanho-amarelada; fragmentos do endosperma e do pericarpo; fragmentos de fibras fusiformes de paredes lignificadas espessas; esclereídes agrupados; poucos fragmentos acastanhados do canal secretor; numerosos cristais de oxalato de cálcio, a maioria

em rosetas agregadas; numerosas gotas de óleo; fragmentos do epicarpo com células poligonais; elementos de vaso do tipo helicoidal e parênquima do xilema.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel G.

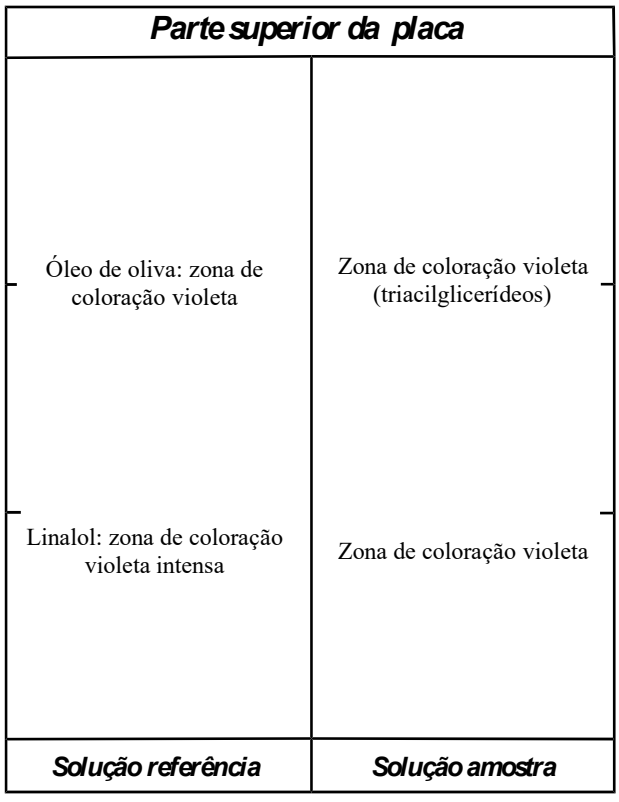
*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (97:3).

*Solução amostra*: agitar por três minutos 0,5 g da droga (500 µm) **(5.2.11)** em 5 mL de hexano. Filtrar em 2 g de sulfato de sódio anidro e recolher 1 mL para proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência*: diluir 15 µL de linalol e 25 µL de óleo de oliva em 5 mL de hexano.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído, aquecer entre 100 ºC e 105 °C durante um a dois minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Perda por dessecação** (**5.2.9.1**)**.** *Método gravimétrico*. No máximo 10,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 5,0%.

**Cinzas totais** (**5.4.1.5.1**)**.** No máximo 8,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 500 mL contendo 300 mL de água como líquido de destilação e 0,5 mL de xileno no tubo graduado. Reduzir o fruto de coentro a pó grosseiro. Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil, a partir de 30 g da droga seca. Destilar durante duas horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

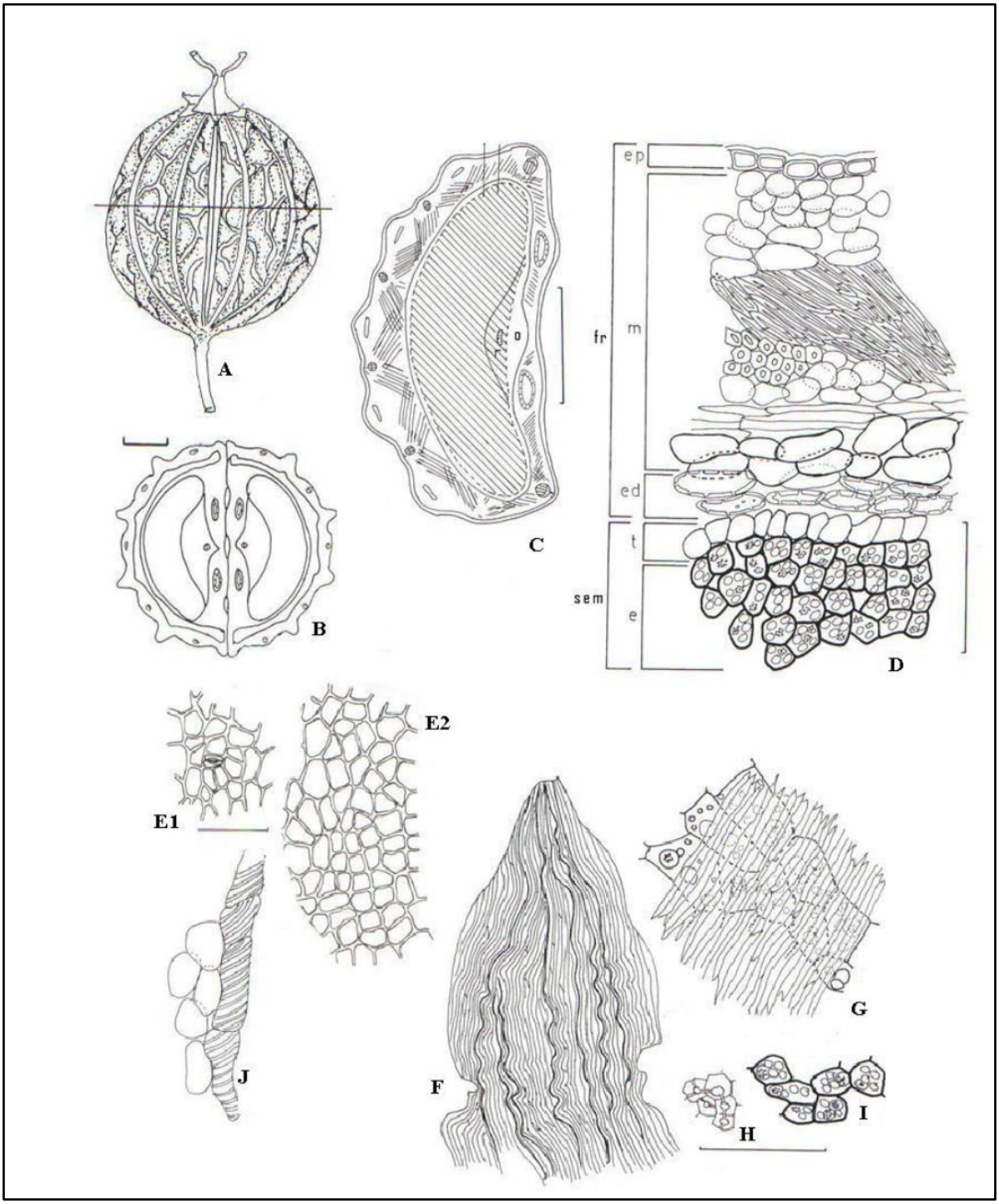



**Figura 1–Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Coriandrum sativum* L.**

As escalas correspondem em A e B a 1 mm, em C a 500 µm, em D a J a 100 µm.

**A** - aspecto geral do fruto. **B** - secção transversal do diaquênio, segundo indicado em A. **C** - esquema de um mericarpo; oco (o); rafe (r). **D** - detalhe de secção transversal em um mericarpo, segundo indicado em C; endocarpo (ed); endosperma (e); epicarpo (ep); mesocarpo (m); porção do pericarpo do fruto (fr); porção da semente (sem); tegumento (t). **E** a **J** - detalhes observados no pó. **E1** - fragmento do epicarpo com estômato. **E2** - fragmento do epicarpo em vista frontal. **F** - fragmento das fibras do mesocarpo em vista frontal. **G** - fragmento do endocarpo e endosperma em vista frontal. **H** - fragmento de fibras do mesocarpo em secção transversal. **I** - detalhe de fragmento do endosperma com gotas de óleo e cristais do tipo drusa. **J** - fragmento do xilema com elementos de vaso de espessamento helicoidal e parênquima subjacente.

# COLÔNIA, folha
## *Alpiniae zerumbet folium*

A droga vegetal é constituída por folhas secas de *Alpinia zerumbet* (Pers.) B.L.Burtt & R.M.Sm., contendo no mínimo, 0,9% de flavonoides totais e, no mínimo 0,08% de rutina ($C_{27}H_{30}O_{16}$, 610,52).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Lâmina foliar simples, inteira e de coloração verde a amarelada quando seca, lanceolada, de base aguda e ápice cuspidado, pubescente nos bordos, com 40,0 a 67,0 cm de comprimento e 5,6 a 7,8 cm de largura; pecíolo com 2,0 a 3,0 cm de comprimento e 1,0 a 3,0 mm de largura.

**B.** Descrição microscópica

A lâmina foliar apresenta simetria dorsiventral e é anfi-hipoestomática, com estômatos tetracíticos localizados no mesmo nível das demais células epidérmicas. Em vista frontal, as paredes anticlinais das células epidérmicas são retas, delgadas e cobertas por cutícula lisa, em ambas as faces. Na face abaxial, as células sobre a nervura contêm corpúsculos silicosos. Em secção transversal, a nervura apresenta formato plano-convexo com epiderme unisseriada e coberta por cutícula delgada. Subjacente à epiderme, em ambas as faces são observadas uma a duas camadas de hipoderme de forma contínua. Na face adaxial, subjacente a hipoderme observa-se uma a duas camadas de parênquima paliçádico. O feixe vascular é colateral e calotas de fibras perivasculares são observadas apostas ao floema e ao xilema. Cristais prismáticos são vistos no parênquima fundamental e na hipoderme. Tricomas não glandulares unicelulares estão localizados no limite do bordo. Mucilagem ocorre nas células do parênquima fundamental. O mesofilo é formado por uma a duas camadas de parênquima paliçádico e duas a quatro camadas de parênquima esponjoso. Observa-se uma a duas camadas de hipoderme, na face adaxial de forma contínua e na face abaxial interrompida pelos feixes vasculares. Feixes vasculares colaterais, apresentando a mesma conformação da nervura, estão espalhados de forma organizada ao longo do mesofilo e localizados entre o parênquima paliçádico e parênquima esponjoso. O pecíolo, em secção transversal, apresenta formato plano-convexo com projeção nas duas extremidades. A epiderme é unisseriada e coberta por cutícula delgada. Os feixes vasculares colaterais estão espalhados por todo o parênquima fundamental, na região do bordo e na região central, acompanhados de uma calota de fibras perivasculares. Tricomas não glandulares unicelulares de tamanhos variados estão distribuídos em maior quantidade na face adaxial.

**C.** Descrição microscópica do pó

O pó atende a todas as características estabelecidas para espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração verde-clara, elementos de vaso do tipo escalariforme, fragmentos de parênquima fundamental, fragmentos de epiderme mostrando estômatos tetracíticos, fragmentos de tricomas não glandulares e fragmento de cristal tipo prisma.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* (**5.2.17.1**).

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico e água (90:5:5) (v/v).

*Solução amostra:* pesar cerca de 2 g de droga e levar à fervura, sob refluxo, com 20 mL de álcool metílico durante 15 minutos. Filtrar em papel de filtro após resfriamento.

*Solução referência:* pesar cerca de 1 mg de rutina, dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da Solução de *referência*, preparadas antes do uso. O tempo de saturação câmara otimizado para a *Fase móvel* é de aproximadamente 30 minutos, à temperatura ambiente. Desenvolver o cromatograma. Após eluição, remover a cromatoplaca e deixar secar em capela de exaustão. Em seguida, nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR seguido de macrogol 400 a 5%, (p/v) em álcool metílico.

*Resultados*: após a visualização deverão ser observadas na região do cromatograma da *Solução amostra* e *Solução referência*, zonas de fluorescência laranja.

| **Parte superior da placa** | |
|---|---|
| Rutina: zona de fluorescência laranja | Zona de fluorescência amarela<br>Zona de fluorescência laranja rutina<br>Zona de fluorescência laranja |
| ***Solução referência*** | ***Solução teste*** |

TESTES

**Matéria estranha (5.4.2.2).** No máximo 1%.

**Perda por dessecação (5.2.9).** No máximo 10%.

**Cinzas totais (5.4.2.4).** No máximo 6%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Determinação de aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.3.2.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Flavonoides totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: pesar exatamente 0,75 g da droga pulverizada e transferir para um balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 30 mL álcool etílico 80% (v/v). Aquecer em banho-maria durante 30 minutos à temperatura de 80 a 85 °C. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 100 mL. Em seguida adicionar 30 mL de álcool etílico a 80% e levar ao banho-maria por mais 15 minutos, resfriar em água corrente e filtra transferindo sempre todo o conteúdo do funil para o balão de fundo redondo e repetir o processo mais uma vez. Completar o volume com o solvente extrator.

*Solução amostra*: diluir 8,0 mL da solução estoque para balão volumétrico de 25 mL, adicionar 2,0 mL de solução de cloreto de alumínio a 2,5% (p/v) em álcool metílico e completar o volume com solvente extrator (álcool etílico a 80%). Após 30 minutos, medir a absorvância em 410 nm, utilizando a amostra sem cloreto de alumínio para ajuste do zero.

Calcular o teor em porcentagem de flavonoides, expressos em rutina, usando a expressão:

$$TFT = \frac{A \times FD}{m \times 216{,}16}$$

em que,

TFT = teor de flavonoides totais, expresso em gramas do padrão por 100 g de droga vegetal seca;
*m* = massa da droga vegetal;
A = absorvância da *Solução amostra*;
500 = fator de diluição (FD); e
216,16 = coeficiente de absorção específica da rutina.

**Rutina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 356 nm; pré-coluna de 3,9 µm, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura ambiente (24°C); fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

*Eluente (A)*: ácido trifluoracético a 0,05%.

*Eluente (B)*: ácido trifluoracético a 0,05% em álcool metílico.

*Gradiente de fase móvel:* adotar sistema de gradiente descrito na tabela a seguir.

| ***Tempo (min)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0-8 | 80 → 60 | 20 → 40 | gradiente linear |
| 8-16 | 60 → 30 | 40 → 70 | gradiente linear |
| 16-28 | 30 → 15 | 70 → 85 | gradiente linear |
| 28-31 | 15 → 10 | 85 → 90 | gradiente linear |

| | | | |
|---|---|---|---|
| 31-33 | 10 | 90 | isocrático |
| 33-34 | 10→80 | 90→ 20 | gradiente linear |

*Solução estoque*: pesar exatamente 0,75 g da droga pulverizada e transferir para um balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 30 mL de álcool etílico a 80%. Aquecer em banho-maria durante 30 minutos à temperatura entre 80 e 85 °C. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 100 mL. Em seguida adicionar 30 mL de álcool etílico a 80% e levar ao banho maria por mais 10 minutos, resfriar em água corrente e filtra transferindo sempre todo o conteúdo do funil para o balão de fundo redondo e repetir o mesmo processo mais uma vez. Completar o volume com o solvente extrator.

*Solução amostra*: transferir 10,0 mL da solução estoque para balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com água ultrapura. Filtrar em membrana de fluoreto de polivinilideno (PVDF) 0,45 µm.

*Solução referência:* pesar 5 mg de rutina e transferir para balão volumétrico de 50 mL, completando o volume com álcool etílico a 80%. Desta solução, transferir 250 µL para um balão volumétrico de 25 mL. Desta segunda solução, pipetar 1 mL para um balão volumétrico de 10 mL e completando o volume do balão com água ultrapura. Filtrar em membrana de fluoreto de polivinilideno (PVDF) 0,45 µm.

*Procedimento:* injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e *Solução amostra*, em triplicata. Registrar os cromatogramas e medir as áreas dos picos. Tempo de análise: 34 minutos. O tempo de retenção da rutina é de, aproximadamente, 16,8 minutos. Calcular o teor de rutina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\frac{Cp \times AA}{Ap \times m} \times FD \times 100$$

em que,

Cp = concentração da *Solução referência* em g/mL;
Ap = área sob o pico para a *Solução referência*;
AA = área sob o pico para a *Solução amostra*;
*m* = massa da amostra, em gramas, considerando a perda por dessecação; e
FD = fator de diluição (250).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente fechado, protegido da luz e do calor.

ROTULAGEM

Observar a legislação vigente.

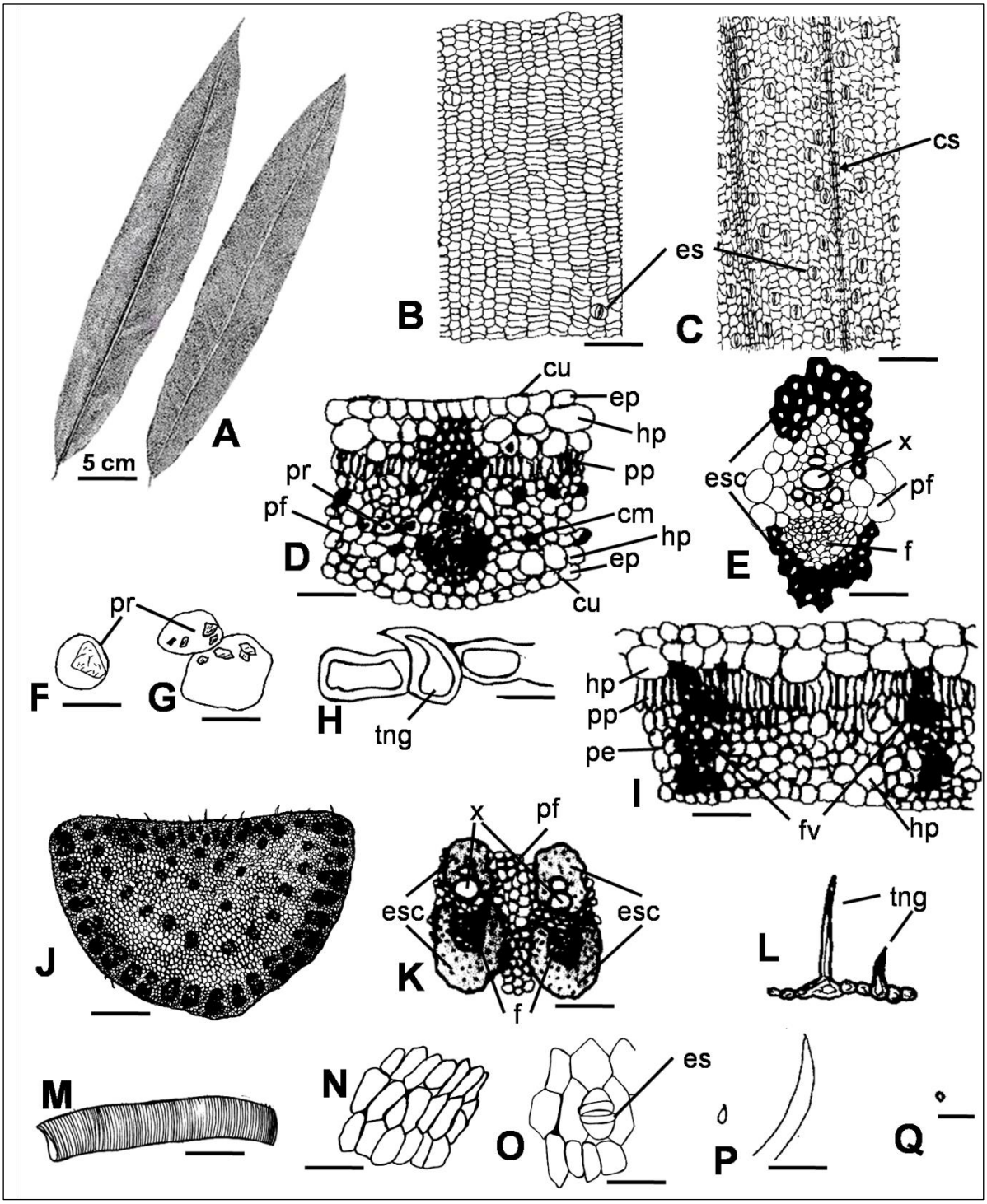



**Figura 1 - Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Alpinia zerumbet* (Pers.) B.L.Burtt & R.M.Sm.**

As escalas correspondem em **A** a 5 cm; D, I, J a 500 µm; K a 200 µm; B, C, E, M, N, Oa 100 µm; F, G, La 50 µm; H, P, Q a 20 µm.

**A**- aspecto geral da folha, em vista frontal. **B** – vista frontal da face adaxial.**C** – vista frontal da face abaxial; estômato (es); corpúsculo silicoso (cs). **D** - secção transversal da lâmina foliar; concentração de mucilagem (cm); cutícula (cu); epiderme (ep); hipoderme (hp); parênquima fundamental (pf); parênquima paliçádico (pp); cristal prismático (pr). **E –** secção transversal da nervura central, detalhe do feixe vascular; esclerênquima (esc); floema (f); parênquima fundamental (pf); xilema (x). **F** – secção transversal da nervura central, detalhe da célula da hipoderme contendo cristal prismático; cristal prismático(pr). **G** – secção transversal da nervura central, detalhe das células do parênquima fundamental contendo cristal prismático; cristal prismático(pr). **H** – secção transversal da nervura central, detalhe do tricoma não glandular; tricoma não glandular (tng). **I** – secção transversal do mesofilo; feixe vascular (fv); hipoderme (hp); parênquima esponjoso (pe); parênquima paliçádico (pp). **J** – secção transversal do pecíolo. **K –** secção transversal do pecíolo, detalhe do esclerênquima (esc); floema (f); parênquima fundamental (pf); xilema (x). **L** – secção transversal do pecíolo, detalhe do tricoma não glandular; tricoma não glandular (tng). **M** – elemento de vaso. **N** – fragmento de parênquima fundamental.

**O** – fragmento contendo células epidérmicas e estômato; estômato (es). **P –** fragmentos de tricomas não glandulares. **Q** – fragmento de cristal tipo prisma.

# CRATEGO, folha e flor
## *Crataegi folium cum flore*

A droga vegetal consiste das sumidades floridas secas, inteiras ou rasuradas de *Crataegus monogyna* Jacq., *Crataegus rhipidophylla* Gand., *Crataegus laevigata* (Poir.) DC., *Crataegus pentagyna* Waldst. & Kit. ex Willd., *Crataegus nigra* Waldst. & Kit. e *Crataegus azarolus* L., ou de híbridos entre elas, contendo, no mínimo, 1,5% de flavonoides totais expressos como hiperosídeo ($C_{21}H_{20}O_{12}$; 464,38), em relação à droga seca.

CARACTERÍSTICAS

As folhas secas possuem odor característico.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas simples, partidas a lobadas, com três ou mais lóbulos, alternas, pilosas e com pecíolo longo. Lâmina com base e ápice agudos, bordo serrilhado irregularmente, peninérvea, com nervuras secundárias partindo em ângulo agudo em relação à principal e terminando no bordo do limbo; nervuras de ordens superiores formando aréolas fechadas com poucas ramificações terminais. Flores pentâmeras, pequenas, longamente pedunculadas. Cálice com sépalas de ápice triangular a agudo, formando com o hipanto uma estrutura geralmente pilosa e de coloração pardo-esverdeada; sépalas com aproximadamente 2 mm de comprimento e 1 mm de largura. Corola com pétalas levemente pardas, livres entre si, de contorno arredondado e unha curta; pétalas com cerca de 4 mm comprimento e 5 mm de largura. Estames 15 a 20, com filetes e anteras expostos.

**B.** Descrição microscópica

Folhas hipoestomáticas, de mesofilo dorsiventral. Em vista frontal, as células epidérmicas apresentam-se com dimensões variadas e paredes anticlinais de ondeadas a sinuosas. Os estômatos são ciclocíticos, com células-guarda reniformes e pronunciado espessamento na parede anticlinal interna; sobre as células subsidiárias a cutícula é estriada concentricamente em direção às células-guarda. Em ambas as faces ocorrem tricomas unicelulares, pontiagudos, longos e de paredes espessas; em sua base ocorrem sete ou oito células epidérmicas dispostas em roseta, recobertas por pronunciado acúmulo de cutícula. Em secção transversal, a epiderme é uniestratificada e o mesofilo apresenta dois a três estratos de parênquima paliçádico; o parênquima esponjoso apresenta células alongadas com braços curtos. Drusas são comuns em todo o clorênquima, enquanto cristais prismáticos, cúbicos e rômbicos, de tamanhos variados, ocorrem nas proximidades dos feixes vasculares. A nervura principal apresenta três ou quatro estratos de colênquima anelar na face abaxial e um aglomerado de células colenquimáticas na face adaxial. O feixe vascular é colateral em arco aberto, com fibras floemáticas e xilemáticas em ambos os polos, estando o conjunto envolto por uma bainha parenquimática. Esse feixe pode ser único, ou em número de dois ou três. O pecíolo, em secção transversal, apresenta cutícula espessa e epiderme uniestratificada, seguida de cinco ou seis estratos de colênquima anelar e tecidos condutores organizados em um único feixe vascular em arco aberto. As pétalas apresentam epiderme papilosa, recoberta por cutícula ornamentada com pequenas projeções, também presentes nas sépalas e anteras. O mesofilo das pétalas é homogêneo, composto por 10 a 12 estratos de células na região central-mediana e dois ou três estratos nos bordos e terço superior. Nas anteras, o endotécio apresenta espessamentos anticlinais paralelos entre si, às vezes entrelaçados na diagonal. Os grãos de pólen são tricolpados e ornamentados com pequenas papilas esféricas. Na face interna da base das sépalas está o nectário floral, formado por células com conteúdo denso, típicas de estruturas secretoras.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração pardacenta; fragmentos de lâminas foliares mostrando as aréolas; fragmentos de epiderme foliar com células de paredes sinuosas e sem estômatos; fragmentos de epiderme foliar com células de paredes pouco sinuosas e estômatos ciclocíticos com células subsidiárias e cutícula estriada; tricomas unicelulares com paredes espessas, fragmentados ou íntegros; fragmentos de epiderme foliar com células dispostas em roseta na base dos tricomas; fragmentos de parênquima e epiderme, em secção transversal, com bases de tricomas; fragmentos de mesofilo dorsiventral com drusas disformes e/ou cristais prismáticos acompanhando os feixes vasculares; fragmentos de pétalas com epiderme papilosa e de sépalas com tecido secretor; fragmentos de anteras com células espessadas (endotécio) e grãos de pólen ornamentados; cristais isolados.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, metil-etil-cetona, ácido fórmico anidro e água (50:30:10:10).

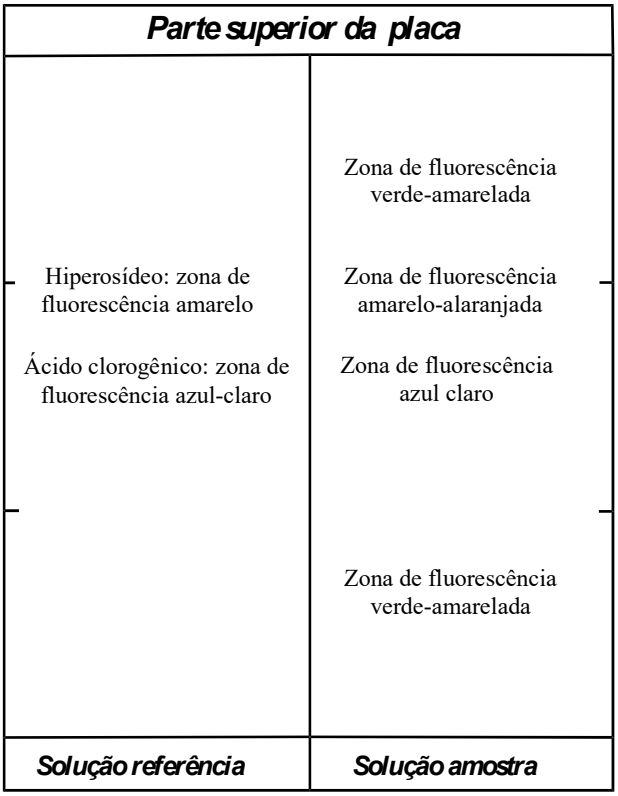
*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 1 g da droga pulverizada (355 µm) **(5.2.11)**, acrescentar 10 mL de álcool metílico, aquecer sob refluxo por cinco minutos, à temperatura de 65 °C. Após resfriamento à temperatura ambiente, filtrar a solução obtida em papel de filtro.

*Solução referência (1)*: dissolver 1 mg de ácido clorogênico em 10 mL de álcool metílico.

*Solução referência (2)*: dissolver 1 mg de hiperosídeo em 5 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra*, 20 µL da *Solução referência (1)* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e aquecer em estufa a temperatura entre 100 °C a 105 °C por 15 minutos, e, ainda morna, nebulizar com difenilborato de aminoetanol SR, seguido de uma solução de macrogol 400 a 5% (p/v) em álcool metílico. Deixar a placa secar ao ar durante 30 minutos e examinar a placa sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução amostra*, *Solução referência (1)* e *Solução referência (2)*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 8,0% de ramos lignificados e 2,0% de outros materiais estanhos.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 11,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 10,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Flavonoides totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,4 g da droga pulverizada (250 μm) **(5.2.11)**, transferir para erlenmeyer de 200 mL e adicionar 40 mL de álcool etílico a 60% (v/v). Aquecer em banho-maria a 60 °C durante 10 minutos com agitação frequente. Resfriar e filtrar em algodão para balão volumétrico de 100 mL. Retornar o resíduo insolúvel e o algodão para o mesmo erlenmeyer, adicionar 40 mL de álcool etílico a 60% (v/v) e levar, novamente ao banho-maria por 10 minutos com

agitação frequente. Filtrar a solução em algodão para o balão volumétrico como previamente descrito. Completar o volume com álcool etílico a 60% (v/v) e homogeneizar.

*Solução amostra*: transferir, volumetricamente, 5 mL da *Solução estoque* para balão de fundo redondo de 100 mL e evaporar até secura em rotaevaporador. Solubilizar o resíduo em 8 mL de mistura de solução álcool metílico com ácido acético glacial (10:100) e transferir para balão volumétrico de 25 mL. Lavar o balão de fundo redondo com 3 mL da mistura de solução álcool metílico com ácido acético glacial (10:100) e transferir para o balão volumétrico como previamente descrito. Adicionar 10 mL da *Solução reagente*. Levar ao banho de gelo para resfriar, por 10 minutos. Não permitir o congelamento. Completar o volume com ácido acético anidro e homogeneizar. Colocar imediatamente em banho de gelo. Retirar 10 minutos antes da leitura em espectrofotômetro.

*Solução branco*: transferir, volumetricamente, 5 mL da *Solução estoque* para balão de fundo redondo de 100 mL e evaporar até secura em rotaevaporador. Solubilizar o resíduo em 8 mL da mistura de solução álcool metílico com ácido acético glacial (10:100) e transferir para balão volumétrico de 25 mL. Lavar o balão de fundo redondo com 3 mL da mistura de solução álcool metílico com ácido acético glacial (10:100) e transferir para o balão volumétrico como previamente descrito. Adicionar 10 mL de ácido fórmico anidro. Levar ao banho de gelo para resfriar por 10 minutos. Não permitir o congelamento. Completar o volume com ácido acético anidro e homogeneizar. Colocar imediatamente em banho de gelo. Retirar 10 minutos antes da leitura em espectrofotômetro.

*Solução reagente*: ácido bórico a 2,5% (p/v) e ácido oxálico a 2% (p/v) em ácido fórmico anidro. Solubilizar com aquecimento, em capela de exaustão.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* após 30 minutos, no comprimento de onda de 410 nm. Calcular o teor de flavonoides totais expressos em hiperosídeo, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TF} = \frac{\mathrm{A} \times 500}{m \times 405}$$

em que,

TF = teor de flavonoides totais expressos em hiperosídeos % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*;
500 = fator de diluição;
405 = coeficiente de absorção específica do hiperosídeo;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

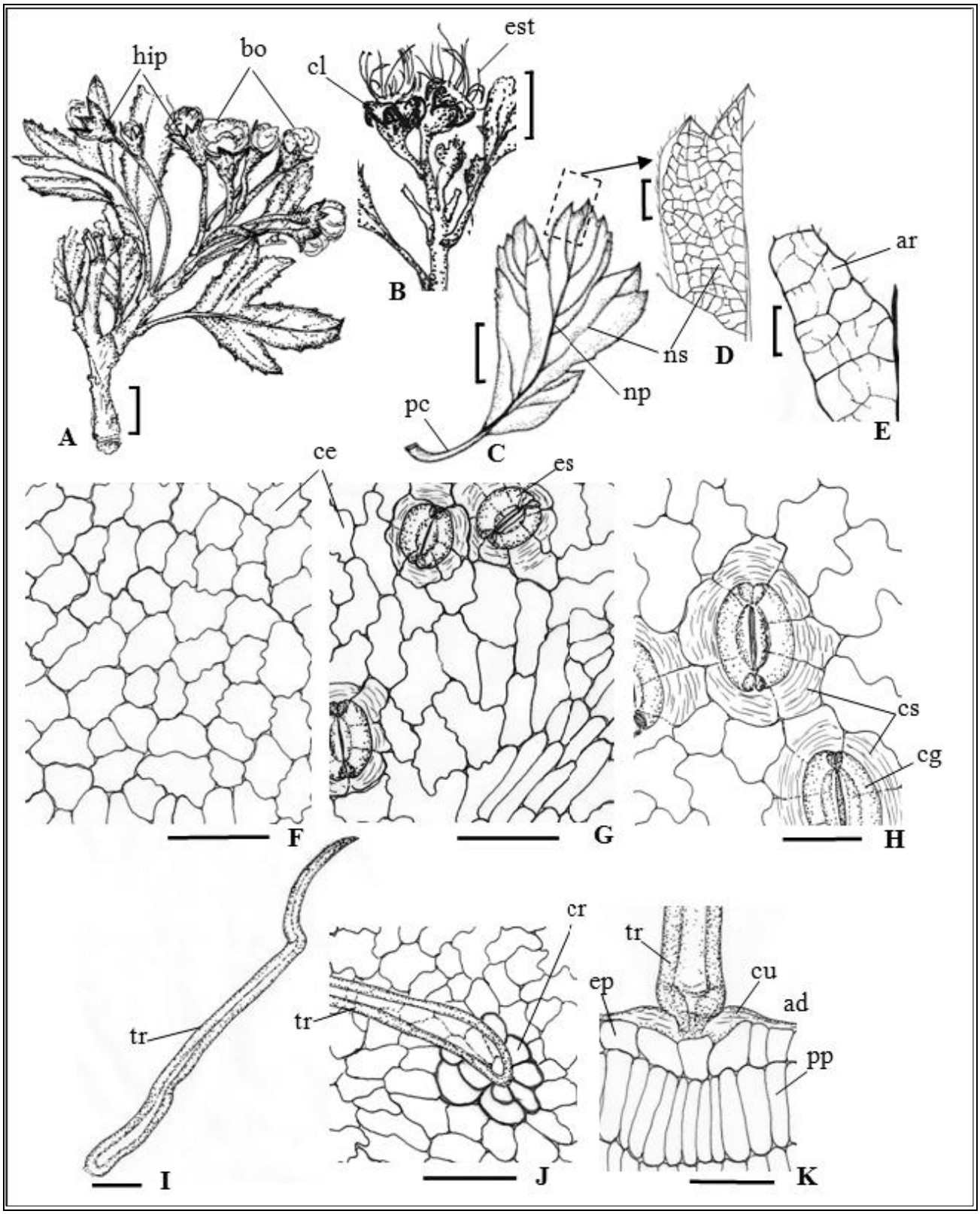



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em espécies de *Crataegus***

As escalas correspondem em **A**, **B**, **C** a 0,5 cm; em **D** a 1 mm; em **E** a 0,5 mm; em **F**, **G**, **I** e **J** a 50 μm; em **H** e **K** a 25 μm.

**A –** aspecto geral de um ramo na fase de pré-antese: hipanto (hip); botão floral (bo). **B –** detalhe parcial de um ramo após a queda das corolas: cálice (cl); estames (est). **C –** aspecto geral de uma folha: pecíolo (pc); nervura principal (np); nervura secundária (ns). **D –** detalhe parcial da nervação foliar em destaque em **C**: nervura secundária (ns). **E –** detalhe parcial das aréolas e terminações vasculares: aréola (ar). **F** e **G –** vista frontal das faces adaxial e abaxial foliar, respectivamente: célula epidérmica comum (ce); estômato (es). **H –** detalhe dos estômatos: célula-guarda (cg); célula subsidiária (cs). **I –**

tricoma tector foliar: tricoma (tr). **J** e **K -** detalhes da inserção do tricoma em vista frontal e transversal, respectivamente: tricoma (tr); células em roseta (cr); epiderme (ep); cutícula (cu); face adaxial (ad); parênquima paliçádico (pp).

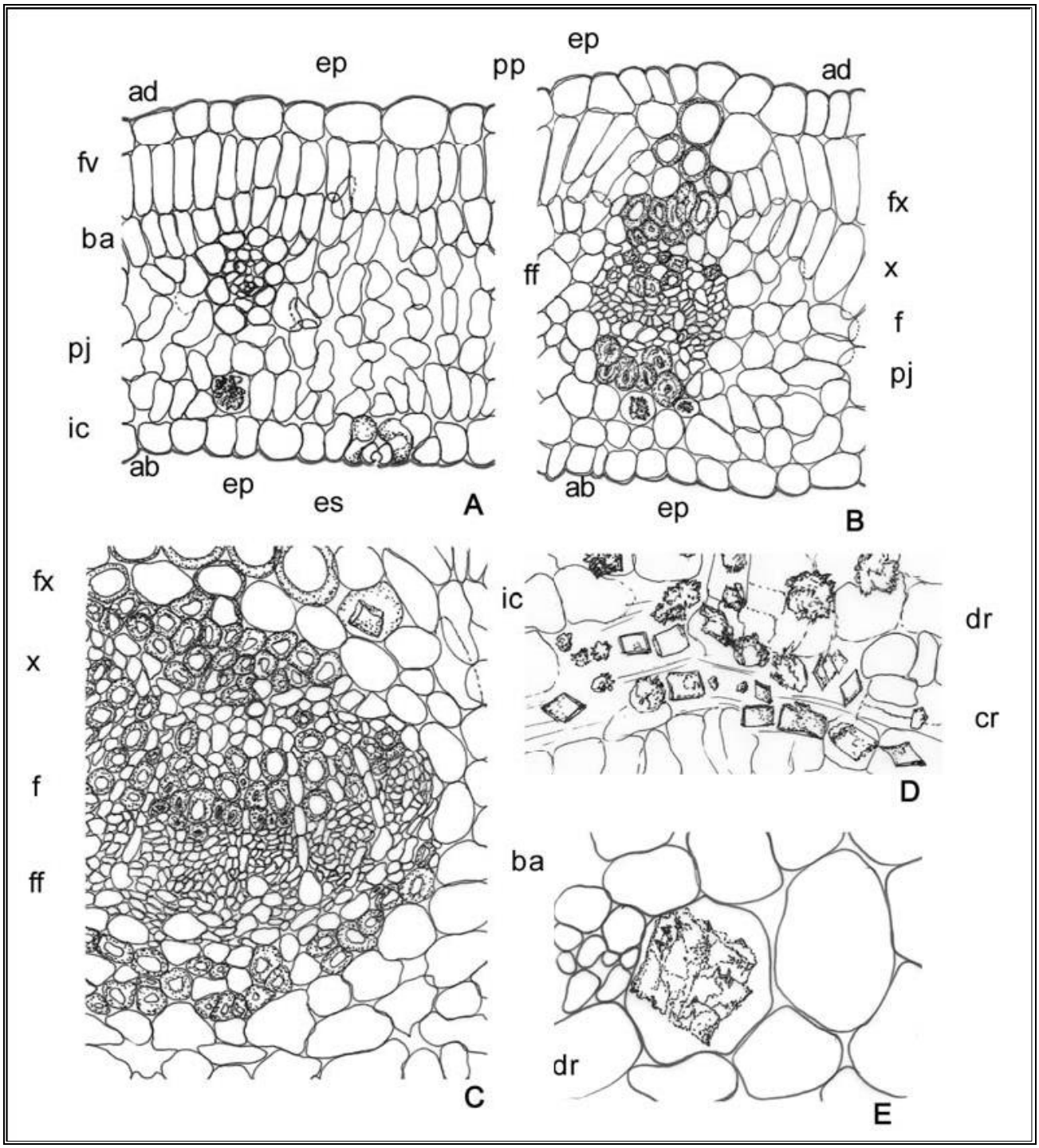



**Figura 2 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em espécies de *Crataegus***

As escalas correspondem em **A**, **B**, **C** e **D** a 50 μm; em **E** a 25 μm.

**A –** detalhe do mesofilo mediano com um feixe vascular terciário: face abaxial (ab); face adaxial (ad); feixe vascular (fv); bainha do feixe vascular (ba); parênquima esponjoso (pj); idioblasto cristalífero (ic); epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); estômato (es). **B –** detalhe de um feixe vascular secundário nas proximidades do bordo foliar: face abaxial (ab); face adaxial (ad); epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); fibras do floema (ff); fibra do xilema (fx); xilema (x); floema (f); parênquima esponjoso (pj); epiderme (ep). **C –** detalhe parcial do feixe vascular da nervura principal: fibra do xilema (fx); xilema (x); floema (f); fibras do floema (ff); idioblasto cristalífero (ic); bainha do feixe vascular (ba). **D –** fragmento do pó mostrando cristais próximos aos feixes vasculares: idioblasto cristalífero (ic); drusa (dr); cristal prismático (cr). **E –** detalhe de uma drusa em um fragmento do pó: drusa (dr).

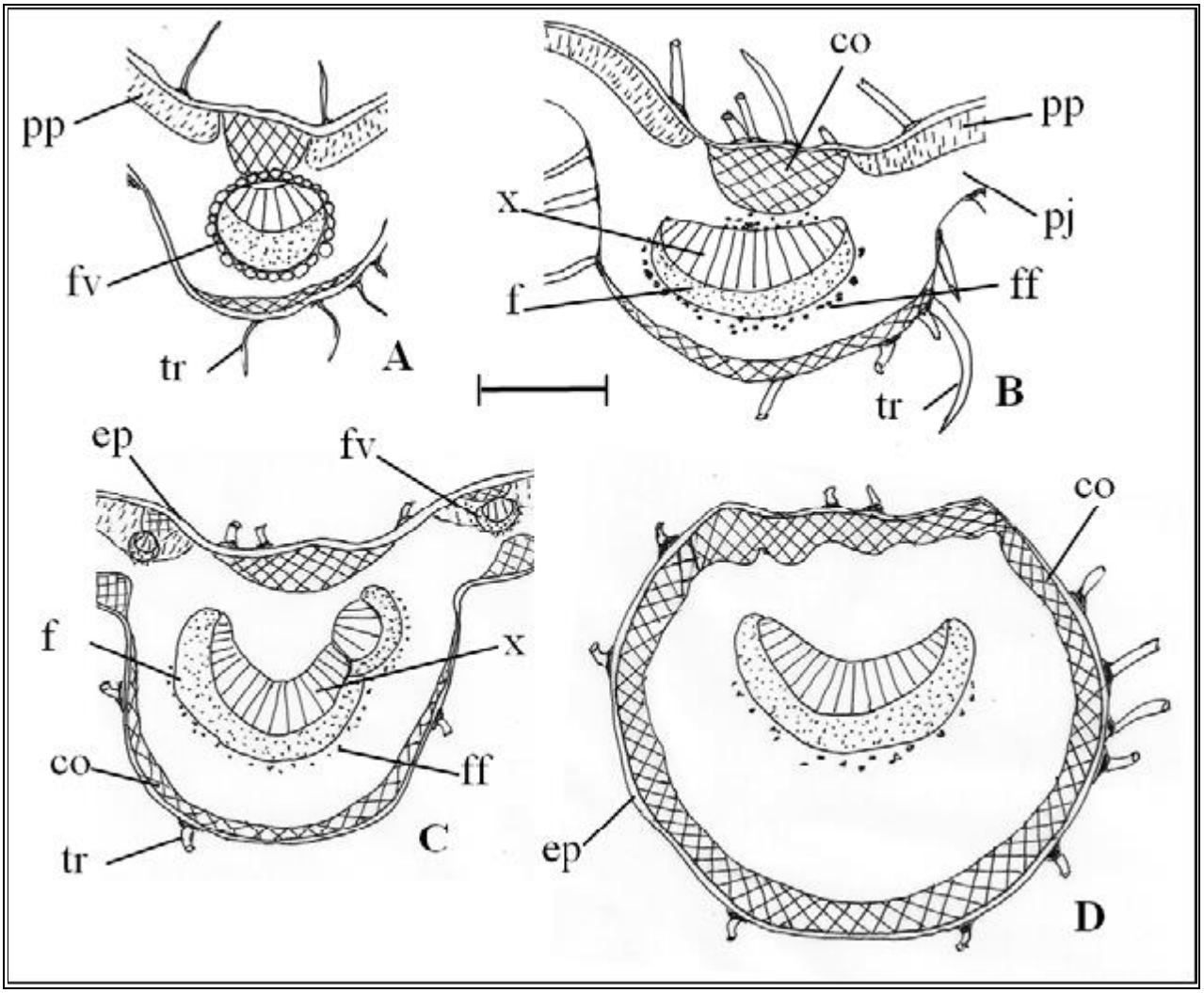



**Figura 3 – Esquemas da distribuição dos tecidos na folha e no pecíolo em espécies de *Crataegus***

As escalas correspondem em **A**, **B**, **C** e **D** a 250 µm.

**A –** região apical da nervura principal: parênquima paliçádico (pp); feixe vascular (fv); tricoma (tr). **B –** região mediana da nervura principal: xilema (x); floema (f); colênquima (co); parênquima paliçádico (pp); parênquima esponjoso (pj); fibras do floema (ff); tricoma (tr). **C –** região basal da nervura principal: epiderme (ep); feixe vascular (fv); xilema (x); floema (f); colênquima (co); fibras do floema (ff); tricoma (tr). **D –** região mediana do pecíolo: colênquima (co); epiderme (ep).

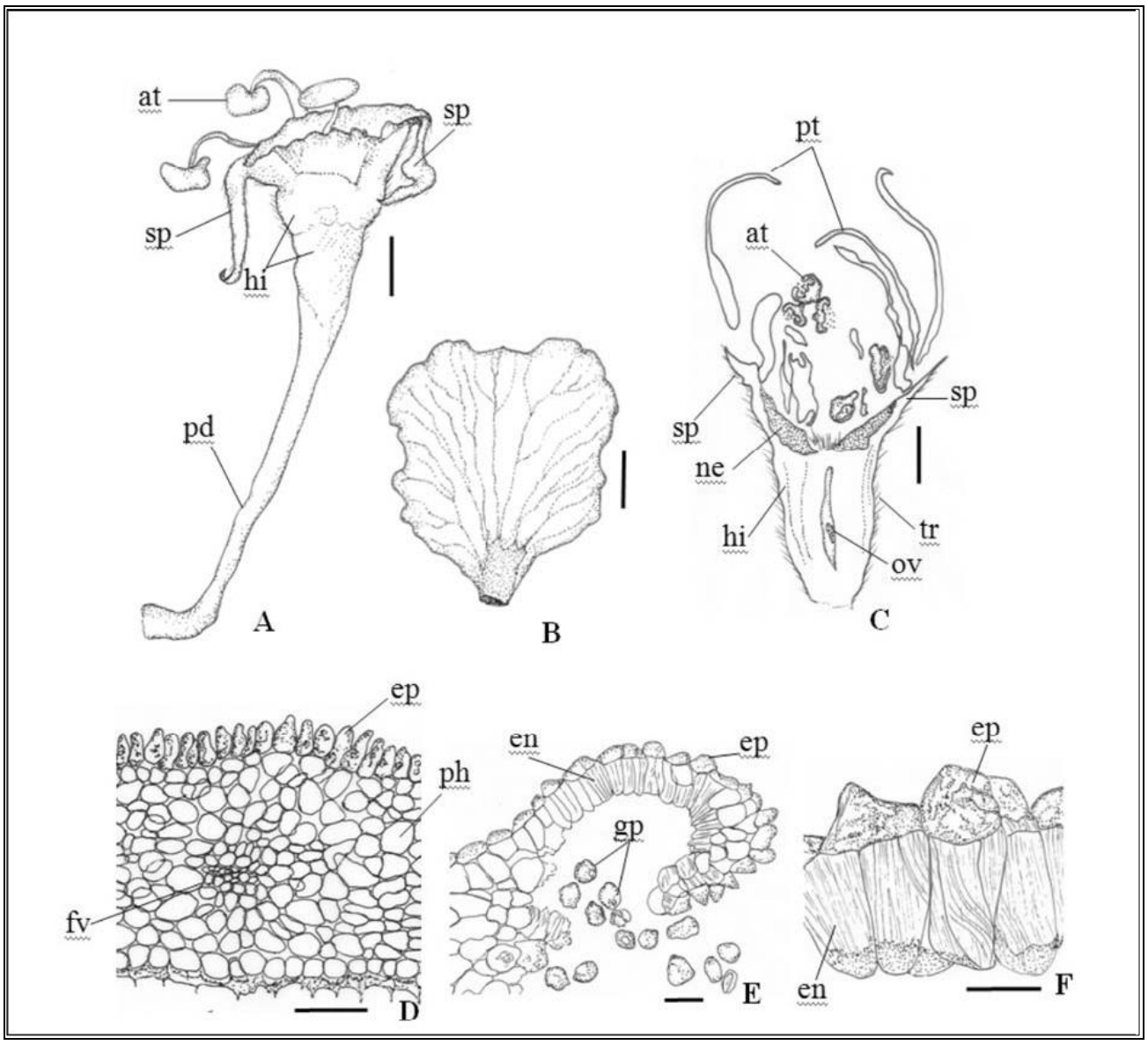



**Figura 4 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó das flores em espécies de *Crataegus***

As escalas correspondem em **A**, **B** e **C** a 1 mm; em **D** e **E** a 50 µm; em **F** a 25 µm.
**A –** aspecto geral do hipanto, pedúnculo floral, algumas sépalas e anteras: antera (at); sépala (sp); hipanto (hi); pedúnculo floral (pd). **B –** aspecto geral de uma pétala. **C –** aspecto geral de uma flor em secção longitudinal mediana: antera (at); pétala (pt); sépala (sp); nectário (ne); hipanto (hi); óvulo (ov); tricoma (tr). **D –** detalhe parcial da base da pétala em secção transversal: epiderme (ep); parênquima homogêneo (ph); feixe vascular (fv). **E** e **F –** detalhes parciais da antera e parede da teca, respectivamente, em secções transversais: endotécio (en); epiderme (ep); grão de pólen (gp).

# CRAVO-DA-ÍNDIA, botão floral
## *Caryophylli flos*

A droga vegetal consiste de botões florais secos de *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & L.M.Perry, contendo, no mínimo, 15,0% de óleo volátil.

CARACTERÍSTICAS

Os botões florais possuem odor forte, aromático e característico; os botões exsudam óleo ao serem pressionados.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

O botão floral tem coloração castanho-enegrecida, com 1 a 2,1 cm de comprimento e 0,2 a 0,4 cm de diâmetro na porção do botão; apresenta na sua porção inferior um hipanto subcilíndrico, de quatro lados algo achatados, que contém na região interna e superior um ovário ínfero, com dois lóculos, mostrando vários rudimentos seminais aderidos à placenta axilar. Na extremidade superior do hipanto existe um cálice com quatro sépalas divergentes, pontiagudas, espessas, com cerca de 0,3 cm de comprimento, que circundam uma região globosa formada por quatro pétalas imbricadas, membranosas, de coloração mais clara, dispostas em forma de domo, sob a qual se encontram numerosos estames recurvados para dentro, inseridos em um disco nectarífero côncavo, circundando um único estilete ereto e subulado, de cerca de 0,3 cm de comprimento.

**B.** Descrição microscópica

Em vista frontal, a epiderme do hipanto mostra células poligonais de paredes espessadas e numerosos estômatos anomocíticos, quase circulares, de 30 a 35 μm de diâmetro. Por transparência observam-se glândulas esquizolisígenas e agrupamentos de cristais de oxalato de cálcio, do tipo drusas ou cristais prismáticos. Em secção transversal, observam-se cutícula espessa e lisa, células epidérmicas tubulosas, estômatos elevados e câmara subestomática bem definida, seguidos de um parênquima com zonas distintas: zona externa, de coloração castanho-amarelada, com glândulas esquizolisígenas ovoides, de eixo radial longo, medindo até 200 μm de comprimento, distribuídas próximas umas das outras, em duas ou três fileiras, acompanhadas de agrupamentos de células contendo drusas; zona média formada por células parenquimáticas, de aspecto colenquimático, com um anel de feixes vasculares bicolaterais, arredondados, envolvidos por anel incompleto de fibras, além de fibras ocasionais isoladas ou em grupos de duas ou três células e lúmen preenchido por conteúdo castanho; feixes vasculares circundados por células parenquimáticas contendo cristais prismáticos; abaixo dos feixes ocorre um tecido parenquimático frouxo, do tipo aerênquima, seguido de um anel com cerca de 17 feixes vasculares bicolaterais menores, circundados por algumas fibras; zona central ocupada por um parênquima de preenchimento, com células contendo cristais do tipo drusa. Ocasionalmente ocorrem esclereídes ovais a subretangulares, de paredes estriadas e fortemente espessadas, apresentando numerosas pontoações simples ou ramificadas e com lúmen frequentemente preenchido com conteúdo castanho. No cálice, corola, filete e estilete também ocorrem células com cristais semelhantes aos já descritos e glândulas esquizolisígenas. A antera, em secção transversal, apresenta uma camada fibrosa de células epidérmicas alongadas tangencialmente, com espessamento lignificado nas paredes anticlinais; no ápice do conetivo ocorre uma glândula esquizolisígena. Os grãos de pólen medem de 15 a 20 μm de diâmetro, são biconvexos, de contorno arredondado a triangular, com exina lisa. Grãos de amido estão ausentes.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanho-enegrecida a castanho-avermelhada; fragmentos do parênquima do hipanto com glândulas esquizolisígenas; fragmentos da epiderme do hipanto em vista frontal, com estômatos anomocíticos grandes e glândulas subjacentes; fragmentos de parênquima do hipanto com células contendo cristais do tipo drusa; fragmentos de aerênquima do hipanto; porção do hipanto, em secção transversal, mostrando cutícula espessa, epiderme e parênquima subjacente com glândulas; esclereídes do hipanto, isolados; fragmentos de camada fibrosa da antera em vista frontal; fragmentos da epiderme do filete em vista frontal, com cutícula estriada; filetes com cordão vascular central e células parenquimáticas com drusas; grãos de pólen; fibras pontiagudas com espessas paredes, associadas a células parenquimáticas.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

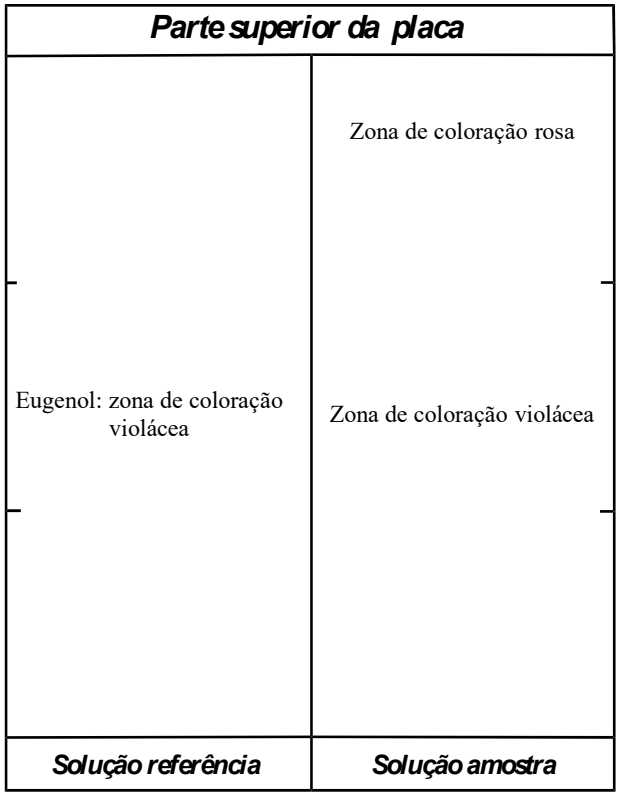
*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (93:7).

*Solução amostra*: diluir em 1 mL de tolueno, 10 µL de óleo volátil de cravo obtido na *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**.

*Solução referência*: diluir em 1 mL de tolueno, 10 µL de eugenol.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 5 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante três minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Água (5.2.20.2).** *Método azeotrópico*. No máximo 10,0%.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 4,0% de pedúnculos, pecíolos e frutos. No máximo 2,0% de botões florais alterados. No máximo 0,5% de outros elementos estranhos. É permitida a presença de 1,0% do peso seco de pedicelos da inflorescência.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 7,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 250 mL contendo 100 mL de água como líquido de destilação e 0,5 mL de xileno no tubo graduado. Moer 5 g de botões florais dessecados a pó junto com 5 g terra diatomácea. Do pó obtido, pesar 4 g e proceder imediatamente à determinação do óleo volátil. Destilar durante duas horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

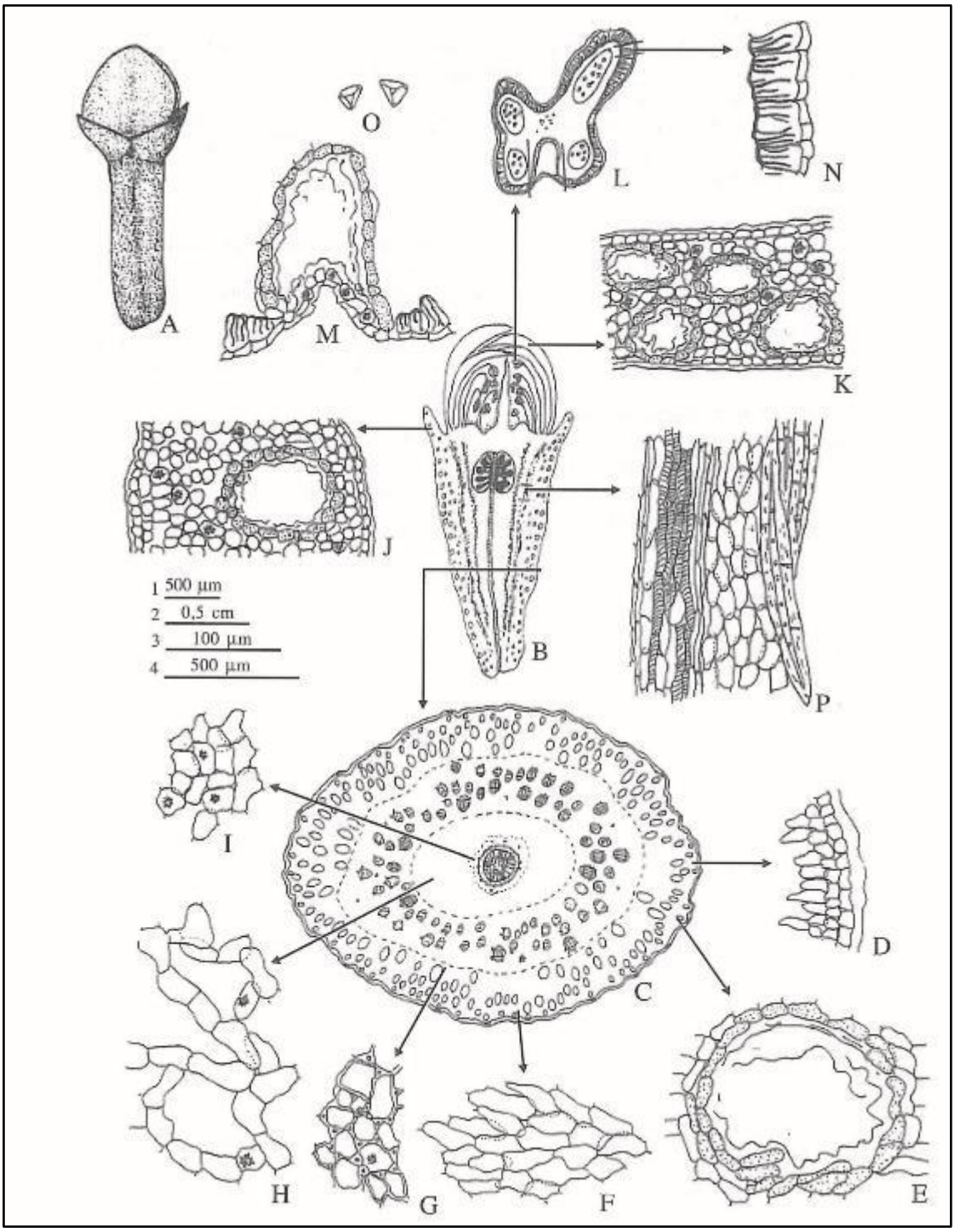



**Figura 1 - Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & L.M.Perry**

As escalas correspondem em **A** a 0,5 cm, em **B** a 500 µm, em **D-K, M-P** a 100 µm e em **L** a 500 µm.
**A** - exomorfologia do botão floral em vista lateral. **B** - botão floral em secção longitudinal ao longo da porção mediana. **C** a **O** - secção transversal do botão floral: **C** - hipanto, abaixo da região do ovário. **D** - porção de epiderme e parênquima cortical. **E** - glândula esquizolisígena. **F** - parênquima com células alongadas radialmente. **G** – colênquima. **H** - aerênquima. **I** - parênquima. **J** - porção da sépala mostrando glândula esquizolisígena. **K** - porção da pétala. **L** - antera.

**M** - detalhe da glândula esquizolisígena do conetivo da antera. **N** - detalhe da camada fibrosa da antera. **O** - grãos de pólen. **P** - feixe vascular em secção longitudinal.

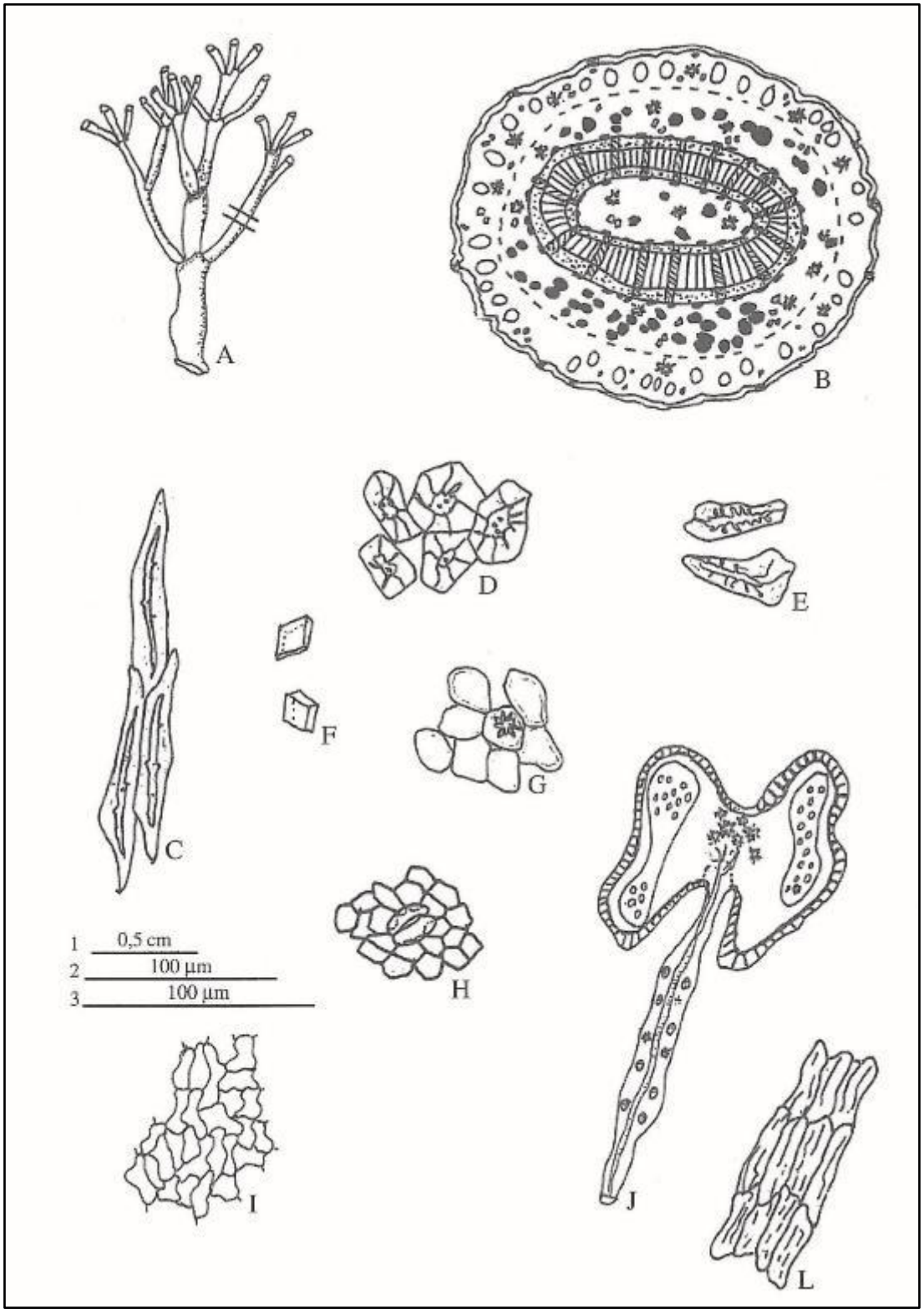



**Figura 2 - Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & L.M.Perry**

As escalas correspondem em **A** a 0,5 cm, em **B** a **J** a 100 µm.

**A -** pedúnculo e pedicelos da inflorescência. **B -** secção transversal do pedúnculo como assinalado em A. **C -** fibras em secção longitudinal. **D -** fibras em secção transversal. **E -** esclereídes. **F -** cristais isolados. **G -** parênquima contendo drusas. **H -** epiderme do hipanto em vista frontal mostrando estômato. **I -** epiderme da pétala em vista frontal. **J -** estame em secção longitudinal. **L -** vista frontal da epiderme do filete mostrando cutícula estriada.

# CÚRCUMA, rizoma
## *Curcumae longae rhizoma*

A droga vegetal consiste de rizomas secos de *Curcuma longa* L. (*syn*. *Curcuma domestica* Valeton), contendo, no mínimo, 2,5% de óleo volátil e, no mínimo, 2,5% de derivados do dicinamoilmetano expressos em curcumina ($C_{21}H_{20}O_6$, 368,4).

CARACTERÍSTICAS

A droga tem odor fracamente aromático, lembrando o do gengibre.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Rizomas principais ovalados, oblongos ou arredondados, medindo até 12 cm de comprimento e até 5 cm de diâmetro; rizomas laterais cilíndricos e alongados, arredondados nas extremidades, medindo de 6 a 15 cm de comprimento e de 1 a 4 cm de diâmetro, geralmente portando pequenas ramificações. Os rizomas possuem coloração amarelo-parda a amarelo-acastanhada, superfície lisa, com cicatrizes anelares provenientes das bases das bainhas foliares, cicatrizes irregulares provenientes das ramificações laterais e pequenas cicatrizes arredondadas, de raízes. Raízes laterais, quando presentes, amarronzadas, paleáceas e estriadas; pelos longos são visíveis com auxílio de lente nos rizomas e raízes; bainhas fibrosas podem acompanhar o rizoma principal. A fratura é lisa, nítida e gelatinosa, amarelo-alaranjada a alaranjada, com pontos mais claros dispersos, correspondentes aos feixes vasculares. Em secção transversal são visíveis duas zonas: uma região cortical estreita e mais clara e o cilindro central, cuja medula é bem desenvolvida e alaranjada.

**B.** Descrição microscópica

Em vista frontal, a epiderme apresenta células de variadas formas e de paredes retilíneas e espessas, com algumas gotas lipídicas. Os estômatos são anomocíticos. Os pelos são simples, uni a tricelulares, longos, de paredes espessas, muitas vezes caducos e de base nítida, arredondada e espessa. O súber, visualizado por transparência, apresenta células quadrangulares a retangulares, de paredes espessas, com gotas lipídicas. Em secção transversal, a cutícula é delgada e lisa. A epiderme é formada por células achatadas tangencialmente, a maioria tabular, de paredes finas e os estômatos localizam-se um pouco acima das demais células epidérmicas. O súber é constituído por poucas camadas de células retangulares, muito maiores do que as da epiderme, compactas, de paredes suberizadas, enfileiradas radialmente e com gotas lipídicas. As últimas camadas do súber podem se apresentar colapsadas. O parênquima cortical é constituído por células de várias formas e tamanhos, geralmente poligonais, volumosas, com espaços intercelulares evidentes. Grãos de amido grandes, de variadas formas, com lamelação bem definida e hilo excêntrico ocorrem no parênquima cortical em grande quantidade. Dispersos no córtex ocorrem idioblastos secretores de óleo, cada um deles comumente constituído por uma célula secretora geralmente circular, com uma grande gota amarela, e com células parenquimáticas dispostas radialmente em torno dessa célula. Pequenos feixes vasculares colaterais, células contendo compostos fenólicos e pequenas gotas lipídicas também são comuns nessa região. A endoderme é praticamente contínua e é formada por células pequenas e achatadas, com paredes delgadas. O cilindro central é bastante desenvolvido, formado por células parenquimáticas e idioblastos secretores, contendo compostos fenólicos e gotas lipídicas; grãos de amido são mais raros. Pequenos feixes vasculares de distribuição anelar ocorrem junto à endoderme e feixes de maior desenvolvimento, de distribuição aleatória e em grande número, ocorrem mais internamente.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. A observação microscópica do pó torna-se mais clara, quando utilizado hidrato de cloral. São características: coloração amarelo-escura; fragmentos da epiderme com pelos, em vista frontal; pelos isolados ou parte desses; fragmentos da epiderme com estômatos, em vista frontal; fragmentos da epiderme com células mostrando gotas lipídicas; fragmentos da epiderme mostrando a cicatriz de pelos, em vista frontal; fragmentos da epiderme e do córtex, visualizado por transparência, em vista frontal; fragmentos de epiderme e de súber, em secção transversal; fragmentos de súber, em vista oblíqua; fragmentos de súber, em secção transversal; fragmentos de súber e de parênquima cortical, em secção transversal; células parenquimáticas isoladas ou agrupadas; fragmentos de parênquima, em secção transversal; fragmentos de parênquima de reserva com células repletas de grãos de amido, em secção transversal; células parenquimáticas isoladas, repletas de grãos de amido, em secção transversal; massas de grãos de amido; grãos de amido isolados e/ou agrupados; porções de elementos de vaso agrupados, com espessamento escalariforme, em secção longitudinal; porções de elementos de vaso isolados, com espessamento reticulado, em secção longitudinal; porções de elementos de vaso com espessamento reticulado, em secção longitudinal, associado a células parenquimáticas, em secção transversal; porções de elementos de vaso com espessamento reticulado e com espessamento helicoidal, em secção longitudinal; porções de elementos de vaso isolados, com espessamento helicoidal, em secção longitudinal; gotas lipídicas isoladas.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

*Fase móvel*: clorofórmio, álcool etílico e ácido acético glacial (95:5:0,5).

*Solução amostra*: agitar 0,5 g da amostra recentemente pulverizada com 5 mL de álcool metílico, por 30 minutos, centrifugar durante 10 minutos a 116 × *g*. Filtrar.

*Solução referência*: dissolver 5 mg de curcumina SQR, demetoxicurcumina SQR e bisdemetoxicurcumina SQR em 5 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar à cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Curcumina: zona de fluorescência verde | Zona de fluorescência verde |
| Demetoxicurcumina: zona de fluorescência verde | Zona de fluorescência verde |
| Bisdemetoxicurcumina: zona de fluorescência verde-clara | Zona de fluorescência verde |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

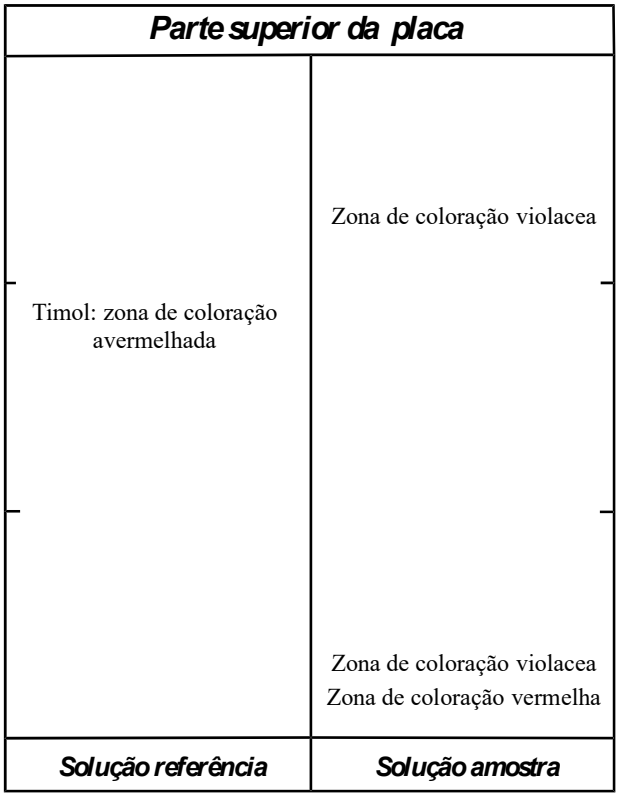
*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (97:3).

*Solução referência*: dissolver 10 mg de timol em 10 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* descrita no teste **D.** de *Identificação* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Na *Solução amostra* não deve ser observada zona em posição correspondente ao verificado para a *Solução referência*, característica de outra espécie de cúrcuma. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Água (5.4.1.4).** No máximo 12,0%. Determinar em 15 g de droga vegetal pulverizada (500 μm) **(5.2.11)**.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 8,0%**.**

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de fundo redondo de 500 mL contendo 200 mL de água como líquido de destilação e 0,5 mL de xileno no tubo graduado. Reduzir a amostra a pó (500 μm) **(5.2.11)** e proceder imediatamente à determinação em 5 g da droga em pó. Destilar durante quatro horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

**Derivados do dicinamoilmetano**

*Solução amostra*: introduzir 10 mg da amostra em béquer de 50 mL, adicionar 6 mL de ácido acético glacial e aquecer em banho-maria a 90 °C durante 60 minutos. Adicionar 0,2 g de ácido bórico e 0,2 g de ácido oxálico, aquecer em banho-maria a 90 °C durante 10 minutos. Esfriar, diluir com ácido acético glacial em balão volumétrico de 10 mL e homogeneizar. Transferir 1 mL dessa solução para balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com ácido acético glacial e homogeneizar.

*Procedimento*: medir a absorvância em 530 nm, logo após o seu preparo utilizando ácido acético glacial para ajuste do zero. Calcular o teor de derivados de dicinamoilmetano, expressos como curcumina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TDC} = \frac{\mathrm{A} \times 100}{m \times 2350}$$

em que,

TDC = teor de derivados de dicinamoilmetano, expressos como curcumina % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*;
100 = fator de diluição;
2350 = coeficiente de absorção específica da curcumina; e
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

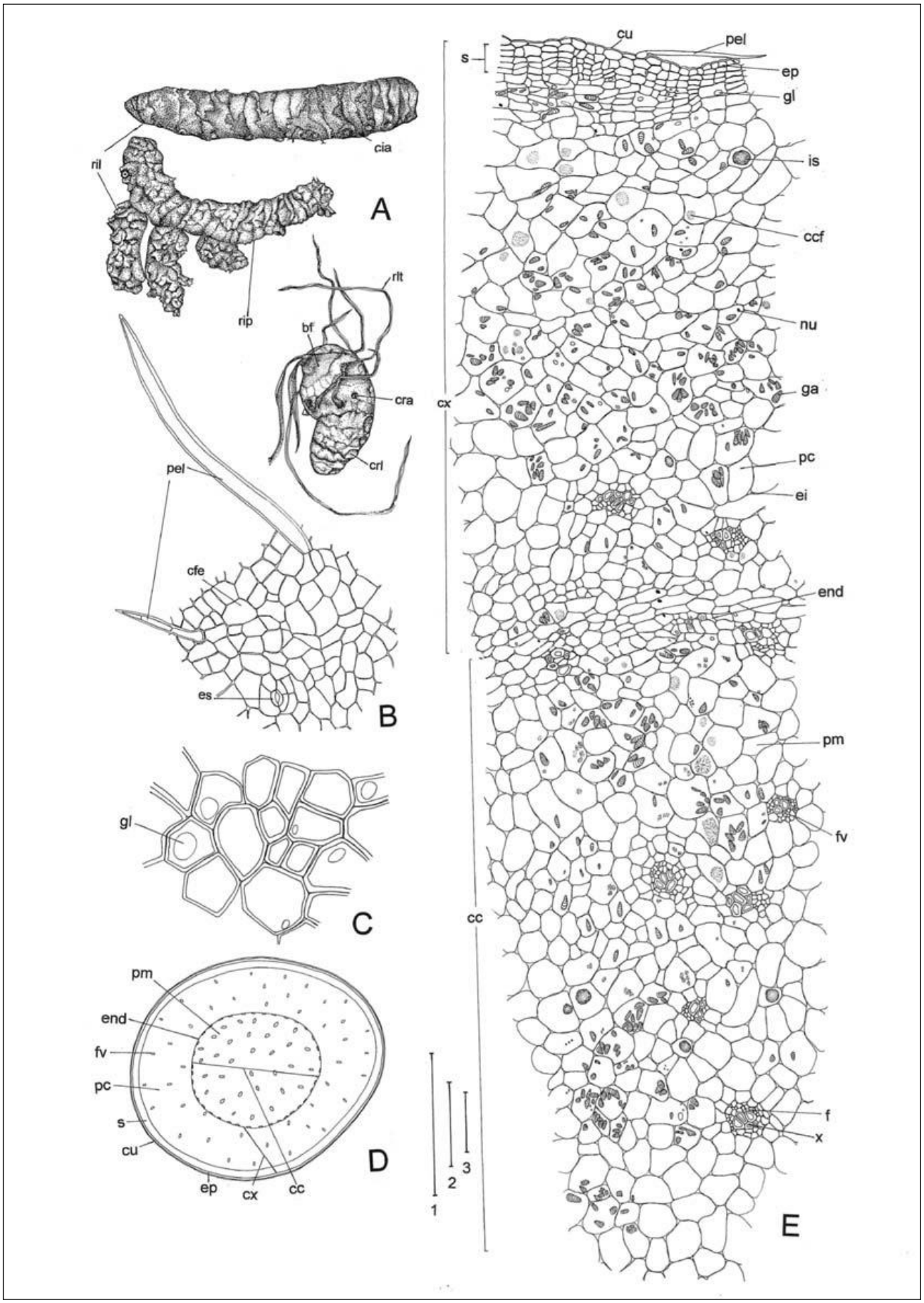



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Curcuma longa* L.**

As escalas correspondem em **A** a 5 cm (régua 1); em **B**, **C** e **E** a 100 µm (régua 2); em **D** a 1,0 mm (régua 3).

**A** – aspectos gerais de rizomas: bainha foliar (bf); cicatriz anelar proveniente da base da bainha foliar (cia); cicatriz de ramificação lateral (crl); cicatriz de raiz (cra); rizoma lateral (ril); rizoma principal (rip); raiz lateral (rlt). **B** – detalhe de porção da epiderme, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es); pelo (pel). **C** – detalhe de porção do súber, em vista frontal: gota lipídica (gl). **D** – esquema do rizoma em secção transversal: cilindro central (cc); cutícula (cu); córtex (cx); endoderme (end); epiderme (ep); feixe vascular (fv); parênquima cortical (pc); parênquima medular (pm); súber (s). **E** – detalhe de porção do rizoma em secção transversal: cilindro central (cc); célula contendo composto fenólico (ccf); cutícula (cu); córtex (cx); espaço intercelular (ei); endoderme (end); epiderme (ep); floema (f); feixe vascular (fv); grão de amido (ga); gota lipídica (gl); idioblasto secretor (is); núcleo (nu); pelo (pel); parênquima cortical (pc); parênquima medular (pm); súber (s); xilema (x).

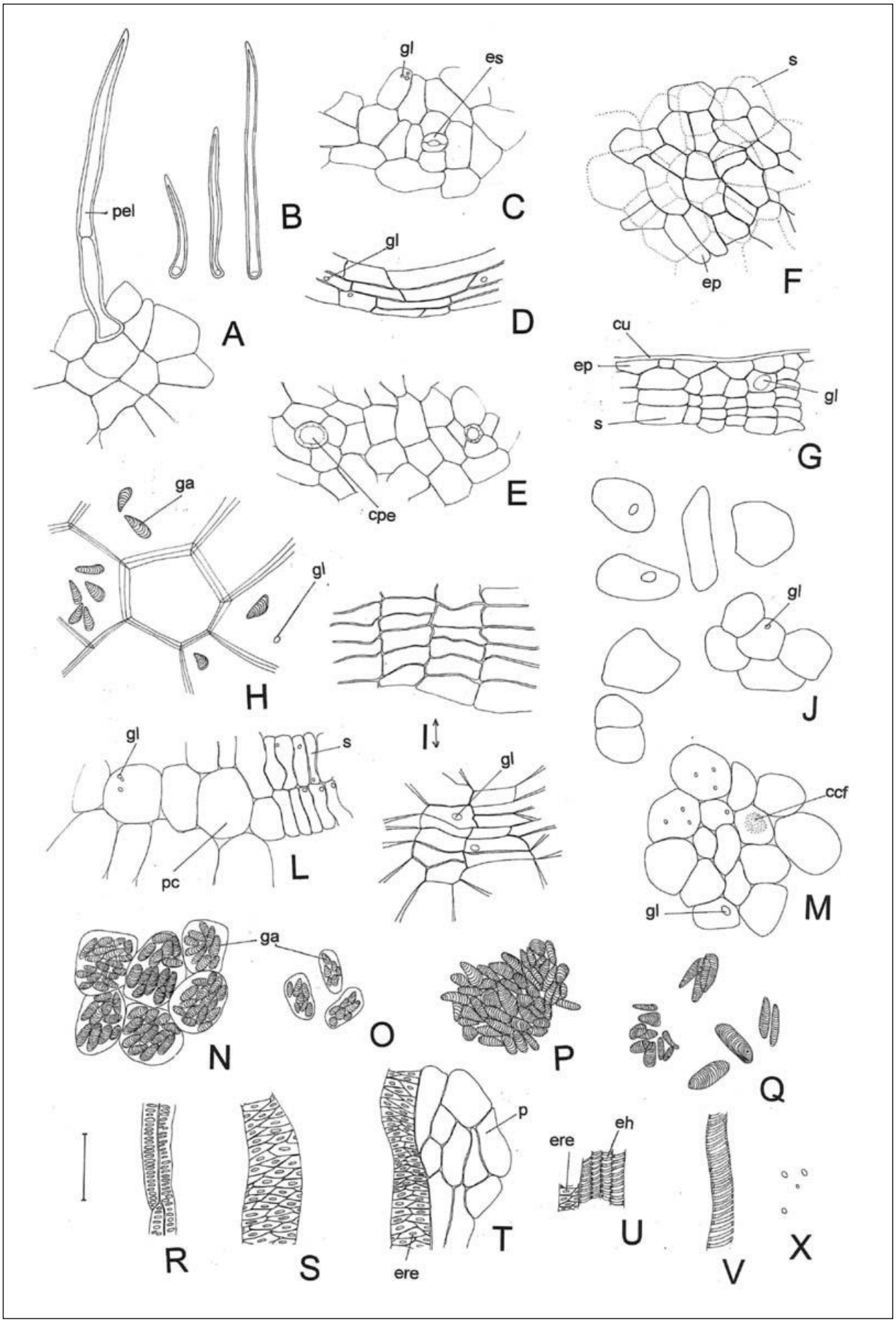

pel
A
B
gl
es
C
gl
D
s
ep
F
cu
ep
s
gl
G
cpe
E
ga
gl
H
I
gl
J
gl
s
pc
L
gl
ccf
gl
M
ga
N
O
P
Q
p
ere
T
eh
ere
U
R
S
V
X

**Figura 2 – Aspectos microscópicos do pó em *Curcuma longa* L.**

A escala corresponde a 100 μm.

**A** – fragmento de epiderme, com pelo, em vista frontal: pelo (pel). **B** – pelos isolados. **C** – fragmento de epiderme com estômato, em vista frontal: estômato (es); gota lipídica (gl). **D** – fragmento de epiderme, em vista frontal: gota lipídica (gl). **E** – fragmento de epiderme com cicatrizes de pelos, em vista frontal: cicatriz de pelo (cpe). **F** – fragmento de epiderme e do córtex, visto por transparência, em vista frontal: epiderme (ep); súber (s). **G** – fragmento de epiderme e de súber, em secção transversal: cutícula (cu); epiderme (ep); gota lipídica (gl); súber (s). **H** – fragmento de súber, em vista oblíqua: grão de amido (ga); gota lipídica (gl). **I** – fragmentos de súber, em secção transversal: gota lipídica (gl). **J** – células parenquimáticas isoladas ou agrupadas: gota lipídica (gl). **L** – fragmento de súber e de parênquima cortical, em secção transversal: gota lipídica (gl); parênquima cortical (pc); súber (s). **M** – fragmento de parênquima, em secção transversal: célula contendo composto fenólico (ccf); gota lipídica (gl). **N** – fragmento de parênquima de reserva com células repletas de grãos de amido, em secção transversal: grão de amido (ga). **O** – células parenquimáticas isoladas, repletas de grãos de amido, em secção transversal: grão de amido (ga). **P** – massa de grãos de amido. **Q** – grãos de amido isolados e/ou agrupados. **R** – porções de elementos de vaso agrupados, com espessamento escalariforme, em secção longitudinal. **S** – porção de elemento de vaso isolado, com espessamento reticulado, em secção longitudinal. **T** - porção de elemento de vaso com espessamento reticulado em secção longitudinal, associado a células parenquimáticas, em secção transversal: elemento de vaso com espessamento reticulado (ere); parênquima (p). **U** – porções de elementos de vaso com espessamento reticulado e com espessamento helicoidal, em secção longitudinal: elemento de vaso com espessamento helicoidal (eh); elemento de vaso com espessamento reticulado (ere). **V** – porção de elemento de vaso isolado, com espessamento helicoidal, em secção longitudinal. **X** – gotas lipídicas isoladas.

# ENDRO, fruto
## *Anethi fructus*

A droga vegetal consiste de frutos secos de *Anethum graveolens* L., contendo, no mínimo, 2,0% de óleo volátil, 30,0% de carvona e 30,0% de dilapiol.

CARACTERÍSTICAS

Possui odor aromático.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

O fruto é um diaquênio ovalado, constituído de dois mericarpos comprimidos dorsalmente, de 0,3 a 0,6 cm de comprimento e 0,12 a 0,3 cm de largura, de coloração castanha a castanho-clara, com dois estilopódios e ápice dos estiletes retrorsos. Na dessecação, os mericarpos estão usualmente separados e, em regra, não estão acompanhados pelos carpóforos; restos do estilopódio e do cálice podem ocorrer. Cada mericarpo apresenta duas arestas marginais prolongadas em uma ala circundante, larga, membranácea, mais clara, amarelada e três arestas dorsais, longitudinais, filiformes, castanho-claras a amareladas, pouco elevadas, todas primárias. A face comissural é achatada e um pouco côncava pela dessecação, mostrando nitidamente a linha do carpóforo. A cutícula de cada mericarpo é recoberta por uma cera epicuticular formada por curtos filamentos distribuídos ao acaso. Esses filamentos são bem mais densos na face comissural, o que a torna esbranquiçada. O mericarpo, em secção transversal, é plano-convexo, deixando visíveis seis canais secretores elípticos, quatro deles grandes e estreitos, distribuídos na porção dorsal e dois, raramente mais, grandes, na face comissural ou ventral. Em cada aresta dorsal ocorrem feixes vasculares. Aqueles correspondentes às alas são levemente maiores do que os demais. O endosperma é oleoso e côncavo na face comissural.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal, o mericarpo, achatado dorsalmente, mostra três arestas primárias dorsais, estreitas, e duas arestas primárias laterais, alongadas. O epicarpo é constituído por cutícula estriada, formada por filamentos de cera dispostos ao acaso e por uma camada de células epidérmicas achatadas e de paredes finas, exceto a periclinal externa, que é mais espessa. O mesocarpo é formado externamente por algumas camadas de células parenquimáticas achatadas. Na região do mesocarpo, correspondente às arestas primárias, tanto marginais quanto dorsais, localizam-se cordões de fibras, com alguns elementos vasculares, nem sempre visíveis. Na região entre as arestas e na região comissural, ocorrem os canais secretores, esquizógenos, de forma elíptica e estreito-alongada no sentido tangencial. O epitélio secretor é formado por células achatadas tangencialmente e de paredes espessas. Na porção do canal secretor voltado para o epicarpo e logo abaixo desse, ocorrem esclereídes de formato quadrado ou retangular. A porção mais interna do mesocarpo é composta por duas a três camadas de células amarelo-acastanhadas, muito achatadas tangencialmente, de paredes espessas, quando comparadas com as do epicarpo. O endocarpo é composto por uma camada de células lignificadas. Entre o pericarpo e a semente, na face comissural, há uma câmara ao lado da rafe. Usualmente associada ao endocarpo, ocorre a testa, formada por uma única camada de células, em regra colapsadas, de coloração castanha e paredes finas. O endosperma é abundante, composto por células de paredes espessas, as mais externas mais alongadas e completamente preenchidas por grãos de amido. Gotas de óleo e inúmeros cristais de oxalato de cálcio de diferentes formas estão presentes. As células com grãos de amido, quando submetidas ao lugol, ficam avermelhadas e as gotas de óleo, isoladas no material, coram-se de amarelo a alaranjado.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanha; porções da epiderme do epicarpo, cujas células têm cutícula coberta por filamentos de cera dispostos ao acaso; porções do mesocarpo com células poligonais a retangulares de paredes com pontoações evidentes; porções do endocarpo com células de paredes sinuosas; cristais diminutos de diferentes formas, principalmente drusas, ocorrem abundantemente e agregados; cristais isolados em forma de prismas, principalmente romboédricos, em geral maiores do que os cristais agregados; agrupamentos de fibras associados aos feixes vasculares; elementos traqueais de espessamento helicoidal e/ou anelado, ou ocasionalmente, reticulado ou pontoado; porções do endosperma constituído por tecido parenquimático de paredes espessas, com células repletas de grãos de amido; esclereídes como descritos; canais secretores, ou porções desses, com células do epitélio secretor.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (93:7).

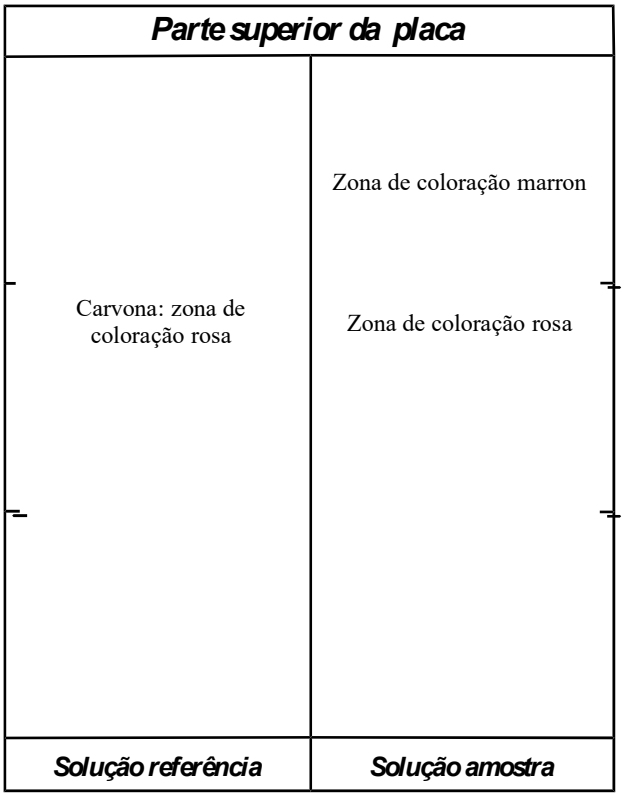
*Solução amostra (1)*: agitar, durante 10 minutos, 0,5 g da droga pulverizada com 10 mL de cloreto de metileno. Filtrar. Concentrar o filtrado em banho-maria, até resíduo, em temperatura não superior a 60 °C. Suspender o resíduo em 10 mL de tolueno.

*Solução amostra (2)*: diluir 2 µL do óleo volátil, obtido em *Doseamento* de *Óleos voláteis*, em 1 mL de tolueno.

*Solução referência*: diluir 2 µL de carvona em 1 mL de tolueno.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra (1)*, 10 µL da *Solução amostra (2)* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta a 254 nm. Nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR e aquecer em estufa entre 100 °C e 105 °C, durante cinco minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência*, *Solução amostra (1)* e a *Solução amostra (2)*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 11,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 7,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 250 mL contendo 100 mL de água como líquido de destilação e 0,5 mL de xileno no tubo graduado. Reduzir os frutos dessecados a pó grosseiro. Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil, a partir de 25 g da droga em pó. Destilar durante quatro horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

**Carvona e dilapiol**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de

detector por ionização de chamas, utilizando mistura de nitrogênio, ar sintético e hidrogênio (1:1:10) como gases auxiliares à chama do detector; coluna cromatográfica capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com polidifenildimetilsiloxano, com espessura do filme de0,25 µm. Utilizar hélio a 80 kPa de pressão, como gás de arraste; fluxo do gás de arraste de 1 mL/minuto.

*Temperatura:*

| Tempo (minutos) | | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 80 | 60 → 300 |
| Injetor | | 220 |
| Detector | | 250 |

*Solução amostra*: diluir o óleo volátil obtido em *Doseamento de óleos voláteis* em éter etílico (2:100).

*Procedimento*: injetar volume de 1 µL da *Solução amostra* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. O índice de retenção linear dos constituintes do óleo é calculado em relação a uma série homóloga de hidrocarbonetos ($C_8$ – $C_{22}$) e comparados com a amostra. A carvona e o dilapiol apresentam tempos de retenção linear de 1236 e 1615, respectivamente. Determinar as concentrações relativas por integração manual ou eletrônica pelo método de normalização.

Calcular o Índice de Retenção Relativa, segundo a expressão:

$$\mathrm{IRR} = 100 \times \mathrm{n} + \frac{100 \times (\mathrm{tr}_x + \mathrm{tr}_z)}{(\mathrm{tr}_{z+1} + \mathrm{tr}_z)}$$

em que,

IRR = Índice de Retenção Relativa;
n = número de átomos de carbono do alcano de menor peso molecular;
$\mathrm{tr}_X$ = tempo de retenção do composto "x" (intermediário a $\mathrm{tr}_Z$ e $\mathrm{tr}_{Z+1}$);
$\mathrm{tr}_Z$ = tempo de retenção do alcano com "n" carbonos; e
$\mathrm{tr}_{Z+1}$ = tempo de retenção do alcano com "n +1" carbonos.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente, hermeticamente fechado, ao abrigo da luz e do calor.

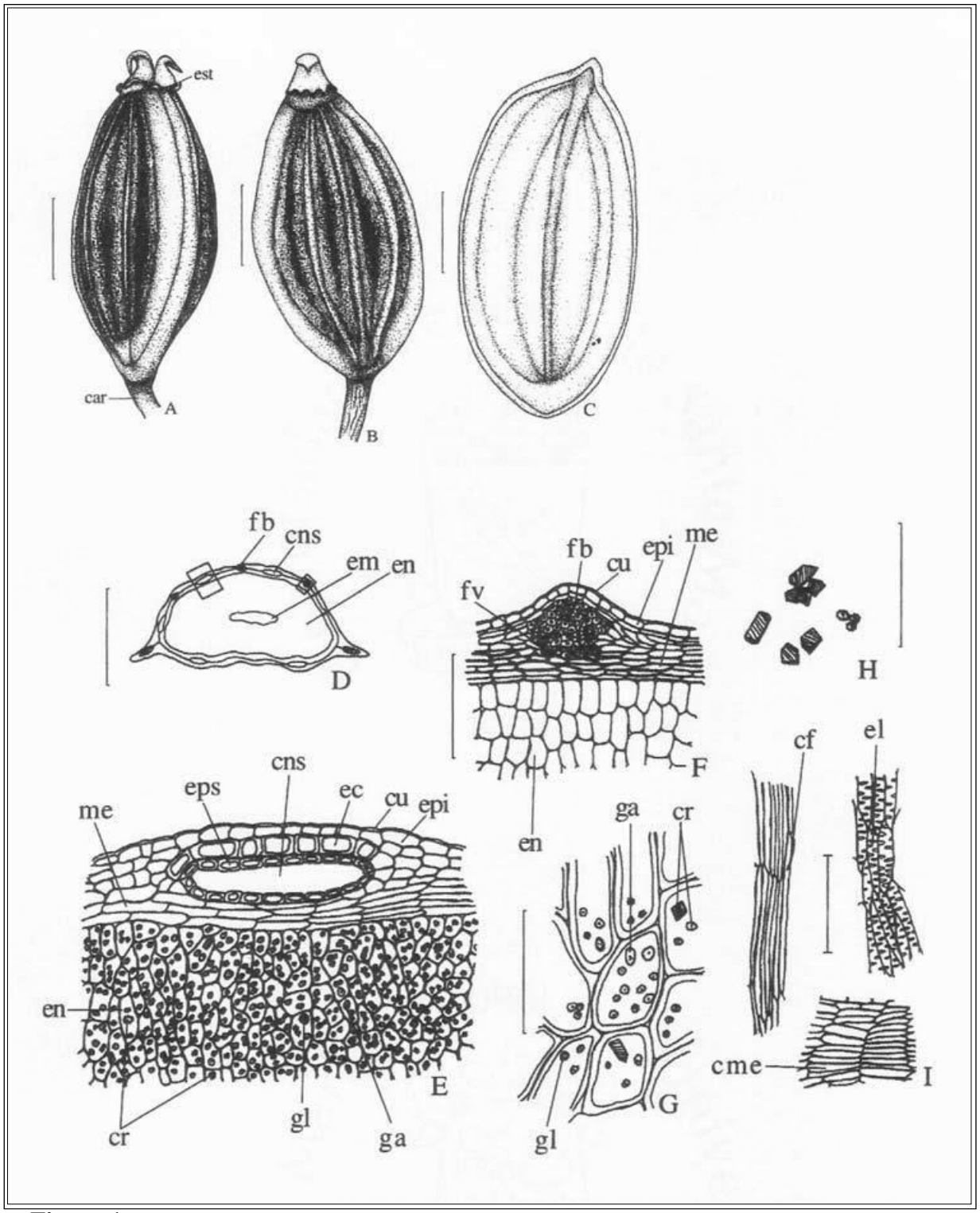



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Anethum graveolens* L.**

As escalas correspondem: em **A**, **B**, **C**, **D**. a 1 mm; em **E**, **F**, **I** a 100 μm; em **G** e **H** a 50 μm.
**A** – diaquênio em vista lateral: carpóforo (car); estilopódio (est). **B** – mericarpo em vista frontal. **C** – vista da face comissural do mericarpo. **D** – aspecto geral de um mericarpo em secção transversal: fibras (fb); canal secretor (cns); embrião (em); endosperma (en). **E** –. detalhe da secção transversal do mericarpo, como assinalado em **D**: mesocarpo (me); endosperma (en); cristais (cr); gota lipídica (gl); grão de amido (ga); epitélio secretor (eps); canal secretor (cns); esclereide (ec); cutícula (cu); epicarpo (epi). **F** – detalhe da secção transversal do mericarpo na região de uma aresta dorsal, como assinalado em **D**: feixe vascular (fv); fibras (fb); cutícula (cu); epicarpo (epi); mesocarpo (me); endosperma (en). **G** – detalhe de células do endosperma: gota lipídica (gl); grão de amido (ga); cristais (cr). **H** – cristais de diferentes formas. **I** – detalhes do pó: cordão de fibras (cf); detalhe de elementos traqueais em vista longitudinal (el); detalhe de células do mesocarpo com paredes espessas (cme).

# ESPINHEIRA-SANTA, folha
## *Mayteni folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas de *Monteverdia ilicifolia* (Mart. ex Reissek) Biral (syn. *Maytenus ilicifolia* Mart. ex Reissek), contendo no mínimo, 2,0% de taninos totais, expressos em pirogalol ($C_6H_6O_3$ 126,11), e, no mínimo, 0,28% de epicatequina ($C_{15}H_{14}O_6$, 290,27).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Ramos jovens, quando presentes, glabros, angulosos, com estrias longitudinais. Pecíolo curto, com 0,2 a 0,5 cm de comprimento. Folhas simples, inteiras, ovalado-oblongas à elípticas ou elíptico-lanceoladas; lâmina com 2,1 a 9 cm de comprimento, e 1 a 3,1 cm de largura, coriáceas a subcoriáceas, glabras, de coloração verde-acinzentada, mais clara na face abaxial; ápice mucronado, base aguda a obtusa. A nervação é peninérvea, craspedódroma mista, com nervuras secundárias partindo em ângulo agudo em relação à principal, terminando na margem da lâmina, ou ramificando-se nas proximidades dela, ou ainda seguindo em direção à margem, onde se reúnem com a superior subsequente, formando arcos. Na margem foliar, tanto as nervuras secundárias quanto as que delas partem, unem-se com a nervura marginal, formando projeções pontiagudas, de cinco a 15 unidades por folha, distribuídas em um ou nos dois lados da lâmina, mais frequentemente, em sua metade apical, sendo sempre uma delas terminal. Aréolas predominantemente retangulares, com terminações ramificadas; margem foliar espessada e amarelada.

**B.** Descrição microscópica

A folha apresenta mesofilo dorsiventral e é hipoestomática, com estômatos laterocíticos, de uma a três células subsidiárias para cada célula-guarda. A epiderme é uniestratificada e recoberta por cutícula espessa que se projeta entre as células, sempre mais proeminente na região da nervura principal, onde ocorrem ornamentações cuticulares na forma de estrias e papilas. As células epidérmicas comuns, em ambas as faces da lâmina, são poligonais, de dimensões variadas, com paredes anticlinais retas, maiores na face adaxial. Nelas estão presentes cristais de oxalato de cálcio, prismáticos retangulares e estiloides pequenos. O parênquima paliçádico é formado por dois estratos de células longas e finas, em paliçada típica, ou ainda, por dois a três estratos de células cúbicas. O parênquima esponjoso apresenta seis a nove estratos de células com expansões braciformes curtas, mais compactado na face abaxial. No mesofilo são comuns idioblastos fenólicos, isolados ou em grupos, além de cristais estiloides e prismáticos de pequenas dimensões. Na nervura principal, biconvexa em secção transversal, ocorrem três a quatro camadas de colênquima angular junto à face adaxial e duas a três na face oposta. O feixe vascular é único, colateral, em arco aberto, circundado por bainha parenquimática, e com calotas de fibras sobre ambos os polos de tecidos condutores. A distribuição dos tecidos nos feixes vasculares pode variar de acordo com a porção da lâmina e o grau de amadurecimento do órgão. O floema apresenta cristais rômbicos de oxalato de cálcio, esclereídes e idioblastos fenólicos. As fibras que o acompanham apresentam parede celular espessada, com pontoações simples. Folhas maduras podem apresentar feixe vascular bicolateral ou concêntrico (anficrival), sempre circundado por esclerênquima. Na margem foliar, o feixe vascular está envolto por 250 a 280 fibras. O pecíolo é circular a plano-convexo, em secção transversal e, em direção à porção distal da folha, ocorrem aletas laterais e uma leve convexidade na porção adaxial. A epiderme é uniestratificada e coberta por cutícula espessa. Nas células epidérmicas e nos estratos subjacentes ocorrem pequenos cristais de oxalato de cálcio ser idioblastos fenólicos. O parênquima colenquimatoso pode conter cristais estiloides prismáticos de pequenas dimensões. Braquiesclereídes isolados ocorrem ao acaso no parênquima fundamental do pecíolo. O feixe vascular é concêntrico,

cilíndrico a levemente côncavo-convexo, circundado por uma bainha esclerenquimática composta por fibras isoladas ou em grupos de dois a muitos elementos.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração verde-amarelada; fragmentos de epiderme com paredes periclinais retas, recobertas por cutícula espessa e contendo pequenos cristais estiloides ou prismáticos pequenos; fragmentos de epiderme com estômatos laterocíticos; fragmentos de epiderme, em secção transversal, com estômato evidenciando o átrio; fragmentos de parênquima paliçádico com duas ou três camadas; fragmentos de bordos foliares com porções de fibras; fragmentos de fibras de grosso calibre com pontoações simples; fragmentos de parênquima com braquiesclereides; fragmentos de parênquima contendo idioblastos fenólicos; fibras isoladas ou conjunto de fibras em vista longitudinal; cristais estiloides ou prismáticos ou rômbicos, isolados; braquiesclereides isolados.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,250 mm).

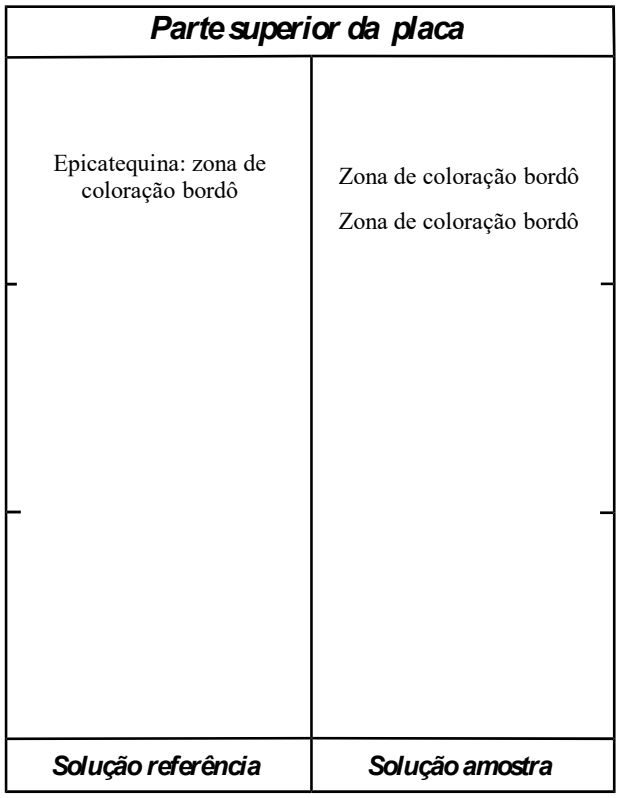
*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico e água (90:5:5).

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 5 g da droga pulverizada, acrescentar 50 mL de água e aquecer, sob refluxo, durante 15 minutos. Após resfriamento à temperatura ambiente, filtrar a solução obtida em algodão, sob pressão reduzida, para balão volumétrico de 50 mL, completar o volume com água destilada e homogeneizar.

*Solução referência*: pesar cerca de 1 mg de epicatequina e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 3 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a placa e deixar secar em capela de exaustão. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. A seguir, nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR e aquecer em estufa a 110 ºC, durante 10 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 12,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 8,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Índice de espuma**. Transferir, quantitativamente, cerca de 1 g da droga vegetal pulverizada (180 μm), pesada, com exatidão, para erlenmeyer contendo 50 mL de água fervente. Manter sob fervura moderada durante 15 minutos. Resfriar, filtrar em algodão para balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume, através do filtro, e homogeneizar. Distribuir o decocto obtido em 10 tubos de ensaio com tampa (16 mm de diâmetro por 16 cm de altura), em uma série sucessiva de 1 mL, 2 mL, 3 mL, até 10 mL, e ajustar o volume do líquido em cada tubo a 10 mL com água. Tampar os tubos e agitá-los vigorosamente com movimentos verticais durante 15 segundos, com duas agitações por segundo. Deixar em repouso por 15 minutos e medir a altura da espuma. Após, adicionar em cada tubo 1 mL de ácido clorídrico 2 *M*, se a altura da espuma de todos os tubos for inferior a 1 cm, o índice de espuma é menor que 100. Se, em qualquer um dos tubos, a altura da espuma medida permanecer igual ou superior a 1 cm, a diluição do material vegetal nesse tubo (A) é o índice observado. Calcular o índice de espuma segundo a expressão:

$$IE = \frac{1000}{A}$$

em que,

IE = índice de espuma; e
A = volume em mililitros do decocto usado para preparação da diluição no tubo no qual a espuma foi observada.

O índice de espuma é, no mínimo, 250.

DOSEAMENTO

**Taninos totais**

***Nota:*** *proteger as amostras da luz durante a extração e a diluição. Utilizar água isenta de dióxido de carbono em todas as operações.*

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque:* pesar 0,750 g da droga pulverizada (250 µm) **(5.2.11)** e transferir para um erlenmeyer de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água. Aquecer em banho-maria durante 30 minutos à temperatura de 60 °C. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o erlenmeyer e transferir as águas de lavagem com todo conteúdo de droga vegetal para o mesmo balão volumétrico. Completar o volume com água e homogeneizar. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir 5 mL do filtrado da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_1$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*: a 10 mL do filtrado da *Solução estoque*, adicionar 0,1 g de pó de pele e agitar, mecanicamente, em erlenmeyer de 125 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Transferir 5 mL desse filtrado para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_2$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, em água, imediatamente antes do uso 50 mg de pirogalol, transferir para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL da solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_3$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de taninos totais expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{(A_1 - A_2) \times m_2 \times 62{,}5}{A_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;
$A_3$ = absorvância medida para a *Solução referência*;
$m_1$ = massa em gramas da amostra utilizada no ensaio, considerando o teor de água determinado; e
$m_2$ = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substâncisa de referência.

**Epicatequina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 210 nm; pré-coluna empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm); fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

*Eluente (A)*: ácido trifluoracético a 0,05% (v/v).

*Eluente (B)*: ácido trifluoracético a 0,05% (v/v) em acetonitrila.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) %*** | ***Eluente (B) %*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 – 13 | 82 → 75 | 18 → 25 | gradiente linear |
| 13 – 16 | 75 → 66 | 25 → 34 | gradiente linear |
| 16 – 20 | 66 → 58 | 34 → 42 | gradiente linear |
| 20 – 23 | 58 → 35 | 42 → 65 | gradiente linear |
| 23 – 25 | 35 → 82 | 65 → 18 | gradiente linear |
| 25 – 28 | 82 | 18 | isocrática |

*Solução amostra:* pesar, com exatidão, cerca de 5 g da droga vegetal pulverizada (250 µm) **(5.2.11)** em balão de fundo redondo de 100 mL com boca esmerilhada, adicionar 50 mL de água e levar a refluxo durante 15 minutos. Após resfriamento à temperatura ambiente, filtrar a solução obtida sob pressão reduzida. Extrair o filtrado com três porções de 50 mL de acetato de etila em funil de separação de 250 mL. Para total separação das fases, deixar em repouso à temperatura de -18 °C durante 5 minutos. Reunir as fases orgânicas. Filtrar em papel de filtro contendo 5 g de sulfato de sódio anidro, sob pressão reduzida. Evaporar a fase orgânica em rotaevaporador, sob pressão reduzida, até resíduo. Suspender o resíduo com 5 mL de mistura de álcool metílico e água (2:8). Extrair em cartucho de extração em fase sólida, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (55 µm, 70 Å), previamente acondicionada com 8 mL de mistura de álcool metílico e água (2:8), para balão de 100 mL. Eluir 10 mL de álcool metílico e água (2:8) para o mesmo balão, completar o volume com álcool metílico e água (2:8) e homogeneizar ($S_1$). Transferir, volumetricamente, 5 mL da $S_1$ para balão volumétrico 25 mL, completar o volume com álcool metílico e água (1:1) e homogeneizar ($S_2$). Filtrar a $S_2$ em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de epicatequina em álcool metílico e água (1:1), para obter solução a 0,4 mg/mL.

*Soluções para curva analítica*: diluir alíquotas de 50 µL, 200 µL, 350 µL, 500 µL e 600 µL da *Solução referência* em balão volumétrico de 2 mL, com álcool metílico e água (1:1), para obter concentrações de 10 µg/mL; 40 µg/mL; 70 µg/mL; 100 µg/mL e 120 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL das *Soluções para curva analítica* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção relativo é cerca de oito minutos para epicatequina. Determinar o teor de epicatequina na *Solução amostra* a partir da equação linear da reta obtida com a curva analítica do padrão. Calcular o teor de epicatequina, em mg/g da amostra, segundo a expressão:

$$\text{TEC} = \frac{C_r \times 500}{m_a \times 1000}$$

em que,

TEC = teor de epicatequina em mg/g;
$C_r$ = concentração em µg/mL de epicatequina/mL na *Solução amostra*, a partir da equação da reta;
500 = fator de diluição;
1000 = valor de conversão de µg para mg; e
$m_a$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

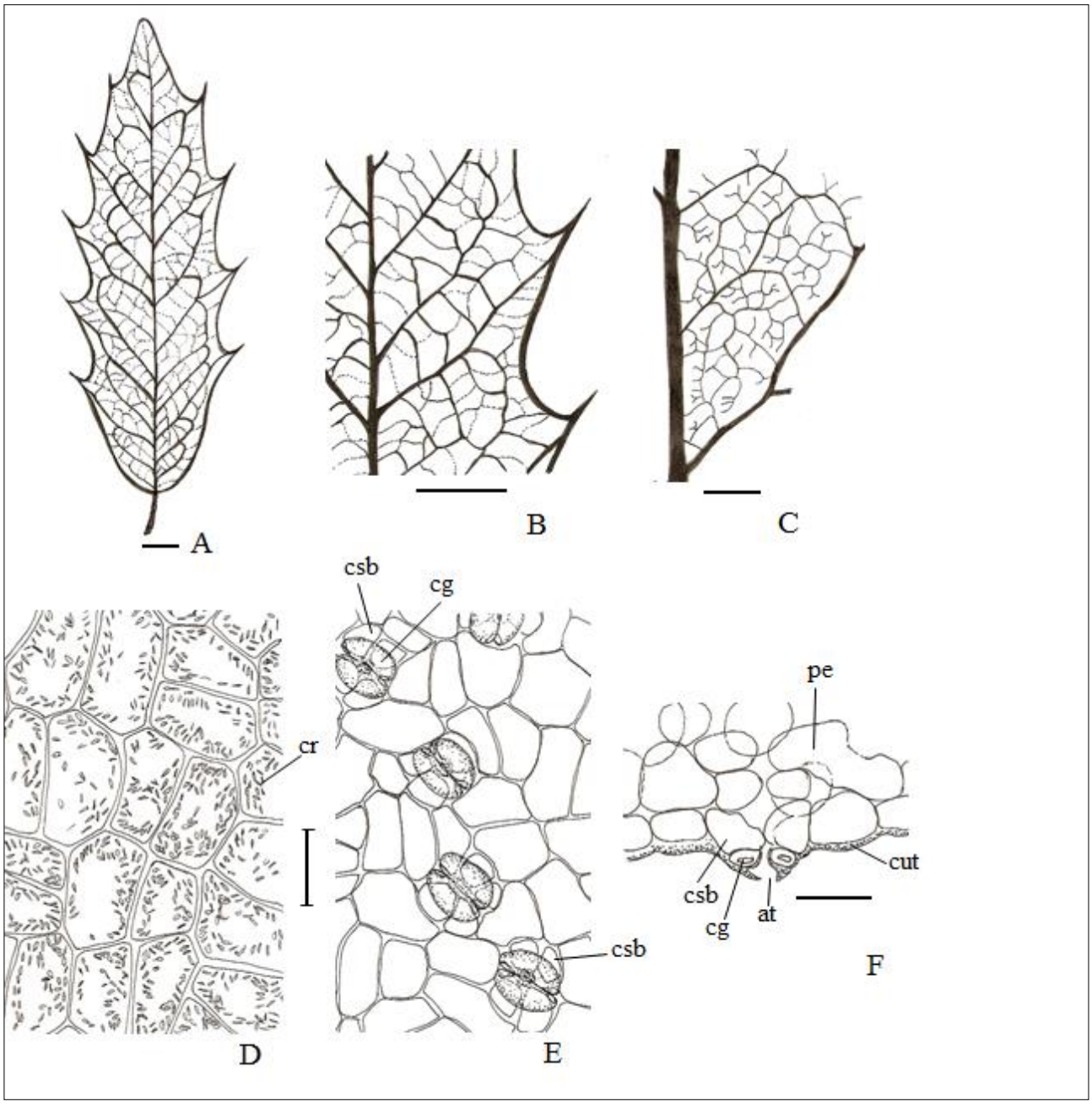



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Maytenus ilicifolia* Mart. ex Reissek**

_____

As escalas correspondem em **A** e **B** a 5 mm; em **C** a 1 mm; em **D**, **E** e **F** a 30 µm.

**A** – aspecto geral da lâmina foliar. **B** – detalhe da nervação foliar na face adaxial, em vista frontal. **C** – detalhe de porção da lâmina foliar, na face adaxial, em vista frontal, mostrando as aréolas e terminações xilemáticas. **D** e **E** – detalhe parcial da epiderme voltada para a face adaxial e abaxial, respectivamente, em vista frontal: idioblasto cristalífero (ic); célula subsidiária (csb); estômato (es). **F** – detalhe parcial da lâmina foliar, em secção transversal, mostrando um estômato: parênquima esponjoso (pj); cutícula (cu); átrio supra-estomático (at); célula-guarda (cg); célula subsidiária (csb); idioblasto cristalífero (ic).

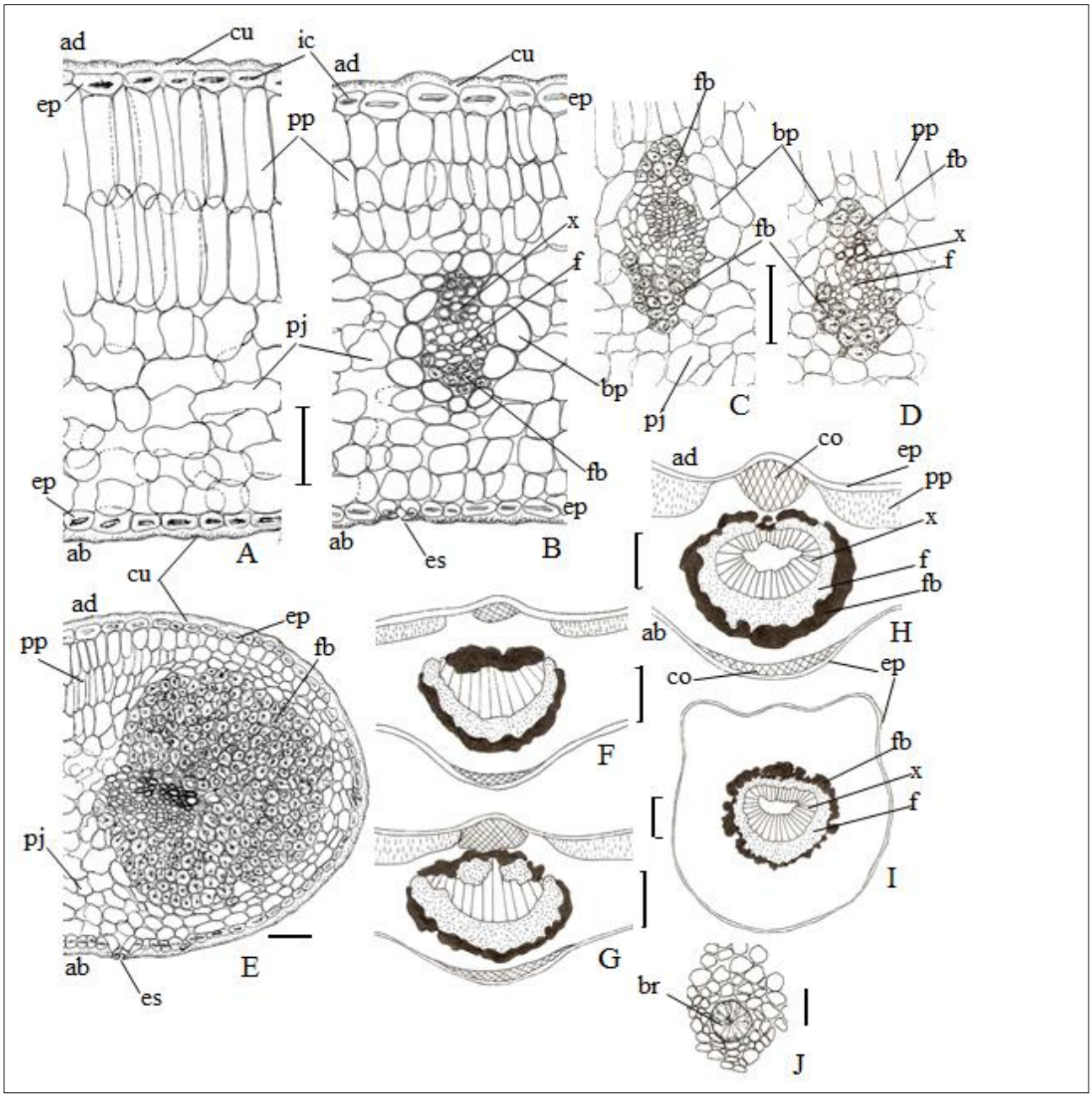



**Figura 2 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Maytenus ilicifolia* Mart. ex Reissek**

_____

As escalas correspondem em **A** e **B** a 50 µm; em **C** e **D** a 75 µm; em **E** a 35 µm; em **F** a 120 µm; em **G** a 180 µm; em **H** e **I** a 200µm; em **J** a 50 µm.

**A** e **B –** detalhes parciais do mesofilo de amostras distintas, em secções transversais: face adaxial (ad); face abaxial (ab); epiderme (ep); cutícula (cu); idioblasto cristalífero (ic); parênquima paliçádico (pp); parênquima esponjoso (pj); xilema (x); floema (f); bainha parenquimática (bp); fibras (fb); estômato (es). **C** e **D –** detalhe de um feixe vascular secundário na porção basal e na porção mediana da lâmina foliar, respectivamente, em secção transversal: fibras (fb); bainha parenquimática (bp); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); xilema (x); floema (f). **E –** detalhe do bordo foliar, em secção transversal, mostrando a nervura marginal: face adaxial (ad); face abaxial (ab); epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); parênquima esponjoso (pj); fibras (fb); estômato (es). **F**, **G** e **H** – esquemas do aspecto geral da porção mediana da nervura principal, em secções transversais, mostrando variações na distribuição do floema, xilema e fibras: face adaxial (ad); face abaxial (ab); colênquima (co); epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); xilema (x); floema (f); fibras (fb). **I –** esquema do aspecto geral do pecíolo, em secção transversal: epiderme (ep); fibras (fb); xilema (x); floema (f). **J –** detalhe de um braquiesclereíde do pecíolo, em secção transversal: braquiesclereíde (br).

# ESTÉVIA, folha
## *Steviae folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas de *Stevia rebaudiana* (Bertoni) Bertoni, contendo, no mínimo, 12,0% de carboidratos totais e 4,0% de esteviosídeo ($C_{38}H_{60}O_{18}$, 804,87).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas simples, com até 6 cm de comprimento e até 2,5 cm de largura, membranosas e quebradiças, verde escuras na face adaxial e mais claras na abaxial, espatuladas a lanceoladas, sésseis, de ápice agudo, base atenuada e margem serrilhada a partir do terço basal em direção ao ápice foliar, com três nervuras longitudinais, a principal mais desenvolvida. Venação actinódroma. A folha é recoberta por tricomas tectores pluricelulares e unisseriados em ambas as faces; tricomas glandulares são visíveis com lente de aumento.

**B.** Descrição microscópica

Lâmina foliar de simetria dorsiventral, anfiestomática, com estômatos anomocíticos. Em vista frontal, a epiderme exibe células de paredes sinuosas, com sinuosidade mais acentuada na face abaxial; na região das nervuras, as células são alongadas e de paredes periclinais retilíneas. Os estômatos ocorrem em maior número na face abaxial. Tricomas tectores pluricelulares unisseriados, de dois tipos, são encontrados em toda a superfície da lâmina foliar, em ambas as faces, os maiores com base alargada e ápice agudo, sendo as células basais mais volumosas, os menores com diâmetro uniforme da base até o ápice, sendo esses, menos afilados; tricomas glandulares ocorrem nas duas faces e localizam-se em pequenas depressões da epiderme, com pedicelo pluricelular e unisseriado e cabeça arredondada e unicelular. Em alguns locais da epiderme são visíveis estrias epicuticulares. Em secção transversal da lâmina, os estômatos parecem situados no mesmo nível ou ligeiramente acima das demais células epidérmicas e as paredes periclinais internas e anticlinais que delimitam o poro estomático são espessadas. O parênquima paliçádico é formado por uma ou duas camadas de células; quando duas, essas abrangem a metade da espessura da lâmina. O parênquima esponjoso apresenta vários estratos, dispostos irregularmente. Os feixes vasculares secundários são colaterais, circundados por uma bainha parenquimática clorofilada. A nervura principal, em secção transversal, mostra-se mais proeminente na face abaxial. As células da epiderme são isodiamétricas e o colênquima é lacunar. O sistema vascular é representado por um feixe vascular colateral, envolvido parcialmente por fibras esclerenquimáticas junto ao xilema e ao floema, em forma de calotas. Em secção transversal, a base foliar mostra forma semicircular aberta, ligeiramente côncava na face adaxial e convexa na abaxial. A epiderme apresenta células poliédricas a quadrangulares, com cutícula ornamentada. Os estômatos estão localizados acima do nível das demais células epidérmicas e ocorrem apenas nos bordos. O colênquima é formado por uma ou duas camadas de células, em ambas as faces. O parênquima fundamental preenche a maior parte dessa região e o clorênquima os bordos. O sistema vascular é constituído de cinco a sete feixes vasculares colaterais, sendo o central maior.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: fragmentos de epiderme com células de paredes anticlinais sinuosas e estômatos anomocíticos; fragmentos de regiões das nervuras com células epidérmicas alongadas; fragmentos de feixes vasculares como os descritos; tricomas tectores e glandulares como os descritos.

**D.** Descrição macroscópica das impurezas

Flores, quando presentes, alvas, todas iguais, reunidas em capítulos e protegidas por um invólucro de cinco ou seis brácteas. Os capítulos são agrupados em panículas terminais corimbiformes. Fruto, quando presente, do tipo aquênio, com quatro ou cinco ângulos longitudinais e superfície pilosa, acompanhado do papus formado por uma só fileira de cerdas.

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ com espessura de 250 µm.

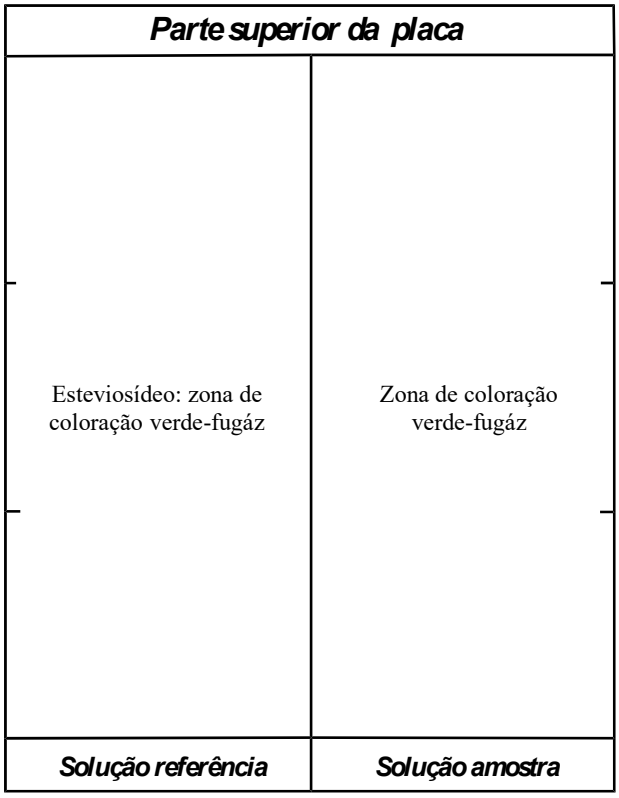
*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico e ácido acético glacial (60:40:5).

*Solução amostra*: pesar cerca de 0,25 g de folhas pulverizadas e colocar em balão de fundo redondo. Adicionar 10 mL de mistura de água e álcool etílico (1:1). Aquecer, sob refluxo, por uma hora. Filtrar em papel de filtro. Transferir o filtrado para balão volumétrico de 10 mL, resfriar e completar o volume com mistura de água e álcool etílico (1:1).

*Solução referência*: dissolver quantidade, exatamente pesada, de esteviosídeo em álcool metílico, de modo a obter solução a 1 mg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com anisaldeído SR e aquecer em estufa entre 100 °C e 110 °C durante cinco minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.



TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 13,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 9,5%.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Esteviosídeo**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 206 nm; pré-coluna empacotada com sílica ligada a grupo octadecilsilano; coluna de 150 mm de comprimento e 3,9 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura ambiente; fluxo do *Fase móvel* de 1,0 mL/minuto. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Eluente (A)*: água e acetonitrila (80:20).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) %*** | ***Eluente (B) %*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 – 4 | 100→70 | 0→30 | gradiente linear |
| 4 – 7 | 70→0 | 30→100 | gradiente linear |

*Solução amostra*: transferir cerca de 0,25 g, pesados com exatidão, da droga seca e pulverizada para balão de fundo redondo. Adicionar 10 mL de mistura de água e álcool etílico (1:1), e aquecer a cerca de 100 °C, sob refluxo, por 60 minutos. Resfriar o extrato à temperatura ambiente com corrente de água fria. Filtrar o extrato em papel de filtro, sob vácuo, lavando o marco com pequeno volume de água. Transferir o filtrado para balão volumétrico de 10 mL e completar o volume com mistura de água e álcool etílico (1:1). Diluir 50 µL da solução resultante em 950 µL de mistura de acetonitrila e água (20:80).

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de esteviosídeo em álcool metílico de modo a obter solução a 1 mg/mL. Aquecer, brandamente, se necessário.

*Soluções para a curva analítica*: diluir 500 µL da *Solução referência* de modo a obter solução a 0,50 mg/mL. Realizar diluições sucessivas da solução anterior, em álcool metílico, de modo a obter concentrações de 0,25 mg/mL, 0,125 mg/mL, 0,0625 mg/mL, 0,032 mg/mL e 0,016 mg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL das *Soluções para a curva analítica* e 10 µL da *Solução*

*amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção é de aproximadamente quatro minutos e 40 segundos para o esteviosídeo. Calcular o teor de esteviosídeo na amostra a partir da equação da reta obtida com a curva analítica.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

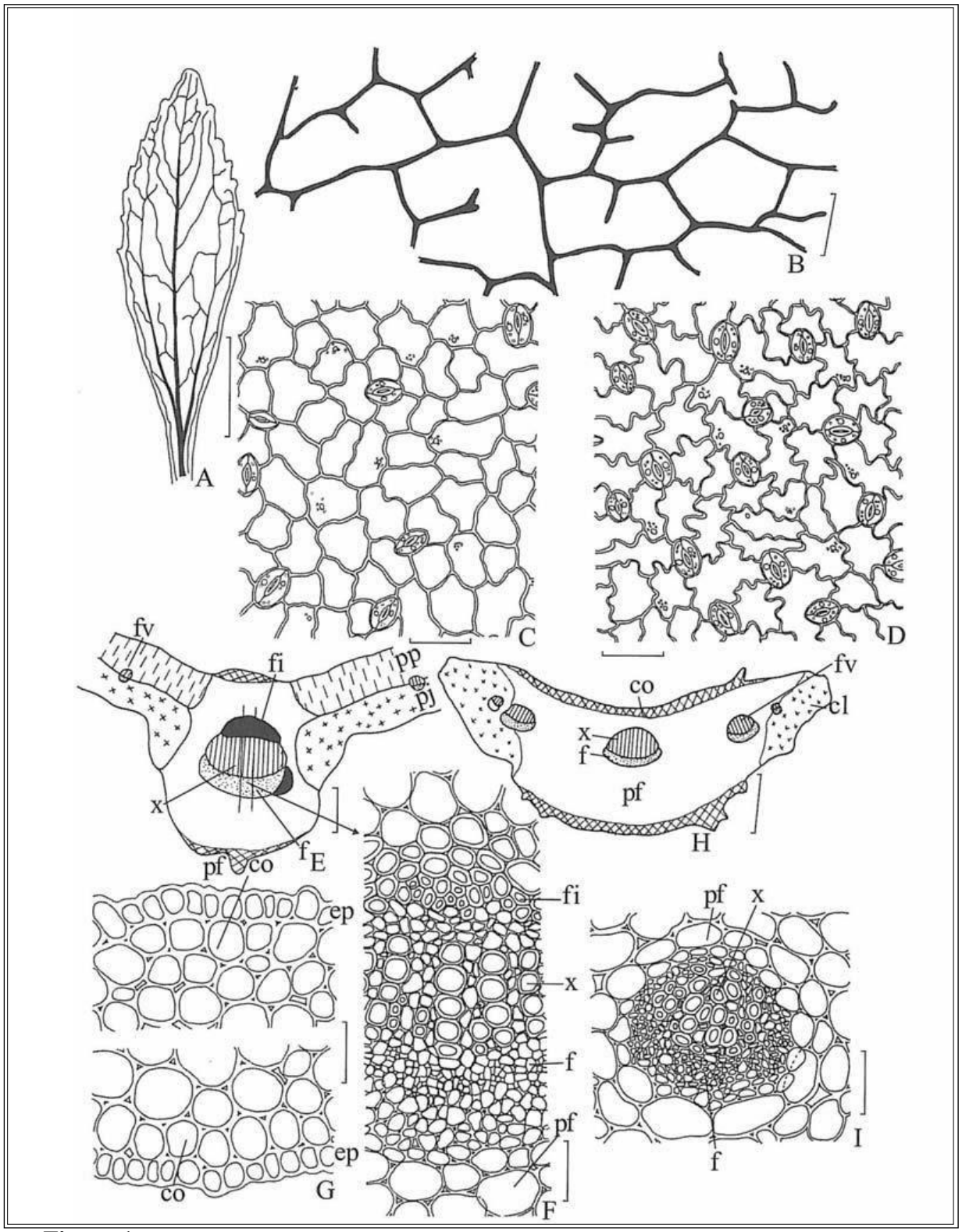



**Figura 1 - Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Stevia rebaudiana***

**(Bertoni) Bertoni**

As escalas correspondem em **A** a 1 cm; em **B**, **E e H** a 250 μm; em **C, D, G, F e I** a 50 μm.
**A –** aspecto geral da folha; **B –** detalhe da nervação foliar; **C –** detalhe da epiderme da face adaxial em vista frontal, mostrando estômatos; **D –** detalhe da epiderme da face abaxial em vista frontal, mostrando estômatos e células com paredes sinuosas; **E –** esquema da secção transversal da lâmina foliar na região da nervura principal, evidenciando feixe do tipo colateral: floema (f); fibras (fi ); feixe vascular (fv); parênquima fundamental (pf); parêquima paliçádico (pp); parênquima esponjoso (pj); xilema (x). **F –** detalhe do feixe vascular da nervura principal em secção transversal como mostrado em **E**: floema (f); fibras (fi); parênquima fundamental (pf); xilema (x). **G –** detalhe da epiderme e do colênquima na região da nervura principal voltada para a face adaxial e detalhe da epiderme e do colênquima na região da nervura principal voltada para a face abaxial: colênquima (co); epiderme (ep). **H –** esquema da secção transversal da base da lâmina foliar na região da nervura principal, evidenciando feixe do tipo colateral: clorênquima (cl); colênquima (co); floema (f); feixe vascular (fv); xilema (x). **I –** detalhe do feixe vascular da região basal da lâmina foliar: floema (f); parênquima fundamental (pf); xilema (x).

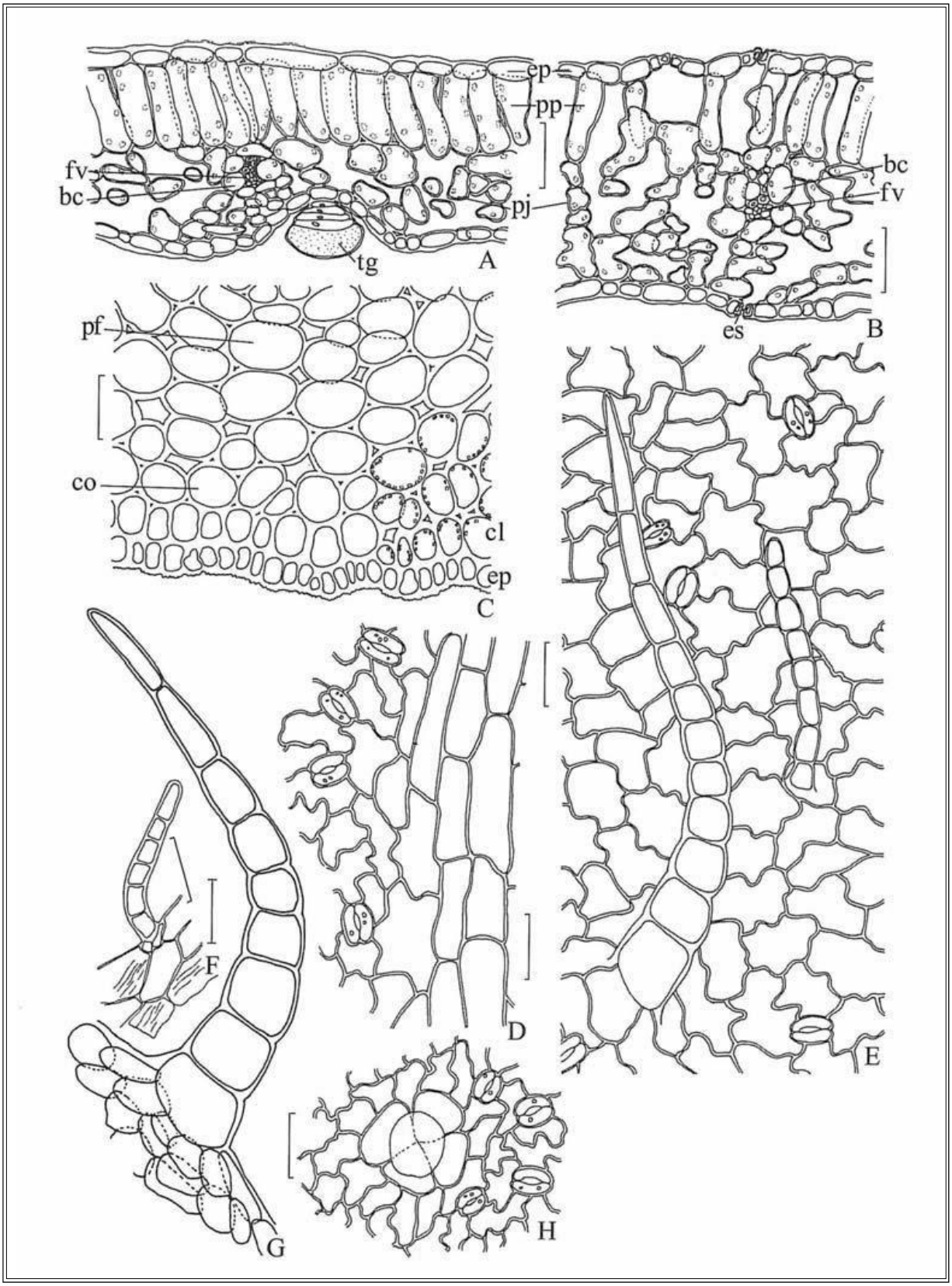



**Figura 2 - Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Stevia rebaudiana* (Bertoni) Bertoni**

As escalas correspondem em **A** a **H** a 50 μm.

**A –** detalhe da lâmina foliar, em secção transversal: epiderme (ep); bainha vascular com cloroplastídios (bc); feixe vascular (fv); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); tricoma glandular (tg). **B –** detalhe da lâmina foliar, em secção transversal: estômato (es); epiderme (ep); bainha vascular com cloroplastídios (bc); feixe vascular (fv); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp). **C –** fragmento da porção basal da lâmina foliar em secção transversal ao nível da nervura principal, mostrando estrias epicuticulares: epiderme (ep); clorênquima (cl); colênquima

(co); parênquima fundamental (pf); **D –** fragmento de epiderme em vista frontal, evidenciando estômatos e a variabilidade morfológica das células; **E –** fragmento da epiderme, em vista frontal, evidenciando estômatos e tricomas tectores; **F –** tricoma tector e células epidérmicas fundamentais mostrando estrias epicuticulares; **G –** tricoma tector com células basais alargadas; **H –** fragmento da epiderme, em vista frontal, destacando estômatos e tricoma glandular.

# ESTRAMÔNIO, folha
## *Stramonii folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas de *Datura stramonium* L. e de suas variedades, contendo, no mínimo, 0,25% de alcaloides totais calculados em hiosciamina ($C_{17}H_{23}NO_3$, 289,37).

CARACTERÍSTICAS

A folha tem odor desagradável.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Lâmina foliar ovalada ou ovalado-triangular, lobado-sinuosa, de ápice acuminado e base assimétrica, de coloração verde-acastanhada escura a verde-acinzentada escura, torcidas e encolhidas devido à secagem, finas e frágeis, com 15 a 20 cm de comprimento e 8 a 10 cm de largura. Venação pinada, com quatro a cinco nervuras secundárias alternadas, côncavas na face adaxial e proeminentes na face abaxial. Pecíolo medindo até 5 cm de comprimento. Folhas jovens pubescentes sobre as nervuras.

**B.** Descrição microscópica

A lâmina foliar é dorsiventral e anfi-hipoestomática, com estômatos anisocíticos, raramente anomocíticos. A epiderme, em vista frontal, apresenta células poligonais, de paredes anticlinais retas a levemente ondeadas, espessas. Os tricomas tectores e glandulares são mais abundantes na face abaxial e sobre as nervuras. Os tricomas tectores são pluricelulares, unisseriados, cônicos, formados por duas a cincocélulas alongadas de paredes finamente verrucosas; os tricomas glandulares são, em geral, curtamente pedicelados, com glândula apical ovoide ou claviforme, formada por duas a setecélulas. A epiderme, em secção transversal, apresenta-se uniestratificada e é recoberta por uma cutícula lisa e delgada. O mesofilo consiste de parênquima paliçádico composto de uma camada de células e de parênquima esponjoso. Entre os dois parênquimas encontram-se uma ou mais camadas de idioblastos contendo drusas de oxalato de cálcio. Os feixes vasculares são bicolaterais.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: fragmentos de epiderme com células de paredes anticlinais retas a levemente ondeadas e com cutícula lisa; fragmentos de epiderme com estômatos anisocíticos e ou anomocíticos mais frequentes na epiderme abaxial; tricomas tectores cônicos pluricelulares unisseriados e tricomas glandulares curtos e claviformes e ou ovoides; fragmentos do parênquima paliçádico e ou esponjoso em secção transversal; fragmentos de elementos de vaso anelados e espiralados; fragmentos de parênquima com numerosos idioblastos contendo drusas.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: acetona, água e solução concentrada de amônia (90:7:3).

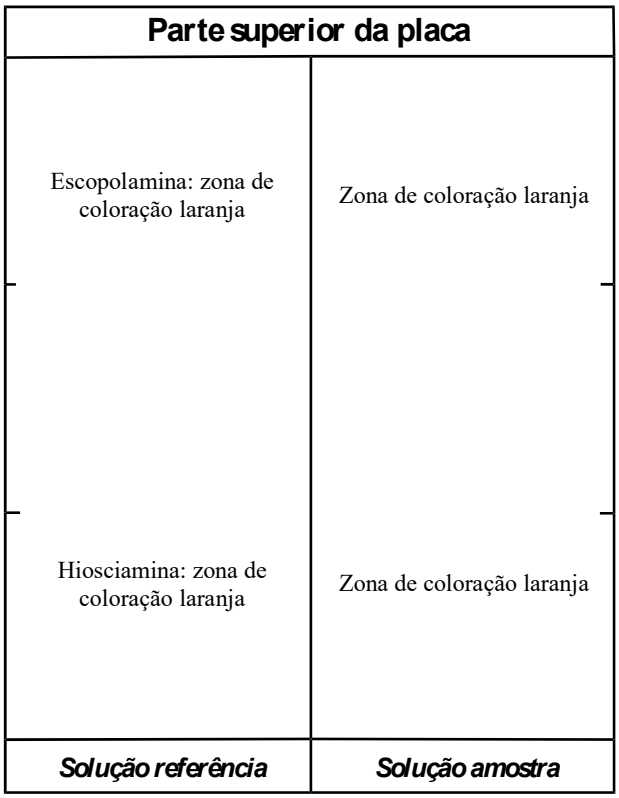
*Solução amostra*: a 1 g da amostra pulverizada adicionar 10 mL de ácido sulfúrico 0,05 *M*, agitar durante 15 minutos e filtrar. Lavar o filtro com ácido sulfúrico 0,05 *M*, até a obtenção de 25 mL de filtrado. Ao filtrado adicionar 1 mL de solução concentrada de amônia e agitar duas vezes com 10

mL de éter etílico isento de peróxido de cada vez. Separar por centrifugação, se necessário. Reunir as camadas etéreas, secar sobre sulfato de sódio anidro, filtrar e evaporar à secura em banho-maria. Dissolver o resíduo em 0,5 mL de álcool metílico.

*Solução referência*: dissolver 50 mg de sulfato de hiosciamina em 9 mL de álcool metílico. Dissolver 15 mg de bromidrato de escopolamina em 10 mL de álcool metílico. Misturar 3,8 mL de solução de sulfato de hiosciamina, 4,2 mL de solução de bromidrato de escopolamina e completar com 10 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e secar em temperatura entre 100 °C e 105 °C durante 15 minutos. Deixar esfriar e nebulizar a placa com iodobismutato de potássio SR2 até aparecimento de bandas alaranjadas ou castanhas sobre o fundo amarelo. Nebulizar a placa com nitrito de sódio SR até que a camada se torne transparente. Examinar após 15 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 3,0% de caules com um diâmetro superior a 5 mm.

**Água (5.2.9.1).** No máximo 12,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 20,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 4,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Alcaloides totais**

Pesar cerca de 10 g da amostra pulverizada (180 µm) **(5.2.11)** e umedecer com 5 mL de solução de hidróxido de amônio *6 M*. Adicionar 10 mL de álcool etílico a 96% (v/v) e 30 mL de éter etílico isento de peróxido, misturados cuidadosamente. Transferir a mistura para um percolador, se necessário, com auxílio da solução extratora. Macerar durante quatro horas e percolar a mistura com clorofórmio e éter etílico isento de peróxidos (1:3) até extração completa dos alcaloides. Evaporar à secura 1 mL do percolado e dissolver o resíduo em 1 mL de solução de ácido sulfúrico 0,25 *M* e verificar a ausência de alcaloides com iodeto de potássio mercúrico SR. Reduzir o volume do percolado até 50 mL e transferir para um funil de separação com auxílio de éter etílico isento de peróxidos. Ao líquido assim obtido adicionar éter etílico isento de peróxidos, 2,5 vezes o volume do percolador até a obtenção de um líquido de densidade inferior a da água. Extrair a solução, no mínimo três vezes, com 20 mL de solução de ácido sulfúrico 0,25 *M*, cada vez. Separar as fases, por centrifugação, se necessário, e transferir a fase ácida para outro funil de separação. Alcalinizar a fase ácida com solução de hidróxido de amônio *6 M* até pH 8,0 - 9,0 e extrair três vezes com clorofórmio, com alíquotas de 30 mL. Juntar as fases clorofórmicas e retirar a água residual, adicionando 4 g de sulfato de sódio anidro, deixando em repouso por 30 minutos, com agitação ocasional. Retirar a fase clorofórmica e lavar o sulfato de sódio restante com três alíquotas de 10 mL de clorofórmio. Reunir os extratos clorofórmicos e evaporar à secura em banho-maria. Aquecer o resíduo em estufa em temperatura entre 100 °C e 105 °C durante 15 minutos. Dissolver o resíduo em 5 mL de clorofórmio, adicionar 20 mL de solução de ácido sulfúrico 0,01 *M* SV e remover o clorofórmio por evaporação em banho-maria. Titular o excesso de ácido com solução de hidróxido de sódio 0,02 M SV, usando vermelho de metila SI como indicador. Calcular o teor de alcaloides totais, expressos em hiosciamina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{57{,}88 \times (20 - \mathrm{v})}{(100 - d) \times m}$$

em que,

TA = teor de alcaloides totais expressos em hiosciamina % (p/p);
v = volume em mililitros de hidróxido de sódio 0,02 *M* SV utilizado;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada; e
d = perda por dessecação, em porcentagem.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

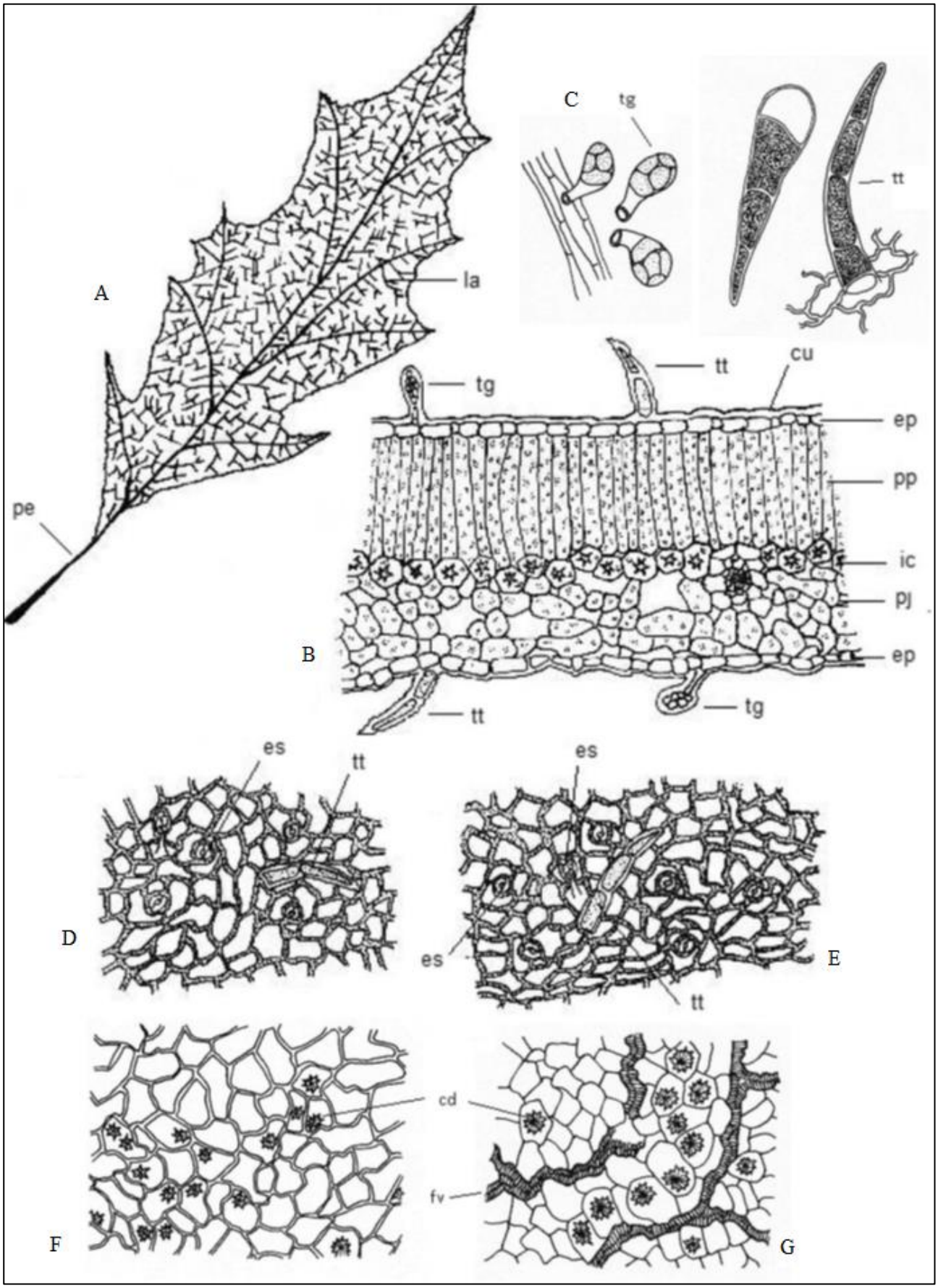



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Datura stramonium* L.**

As escalas correspondem em **A** a 5 mm, em **B-D** a 20 µm.

**A.** representação esquemática da folha, em vista frontal; lâmina (la); pecíolo (pe). **B.** detalhe de porção da lâmina foliar, em secção transversal; cutícula (cu); epiderme (ep); idioblastos contendo drusas de oxalato de cálcio (ic); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); tricoma glandular (tg); tricoma tector (tt). **C.** tricomas ou porções destes, isolados; tricoma glandular (tg); tricoma tector (tt). **D.** detalhe de porção da epiderme voltada para a face adaxial, em vista frontal; estômato (es); tricoma tector (tt). **E.** detalhe de porção da epiderme voltada para a face abaxial, em vista frontal: estômato (es); tricoma tector (tt). **F.** fragmento da epiderme em vista frontal, na face adaxial, mostrando cristais por transparência; cristal do tipo drusa (cd). **G.** fragmento da epiderme em vista frontal, na face abaxial, mostrando cristais e porções de elementos de vaso por transparência; cristal do tipo drusa (cd); feixe vascular (fv).

# EUCALIPTO, folha
## *Eucalypti folia*

A droga consiste de folhas maduras, secas, íntegras ou rasuradas de *Eucalyptus globulus* Labill., contendo, no mínimo, 2,0% e 1,5% de óleo volátil, respectivamente.

CARACTERÍSTICAS

As folhas possuem forte odor aromático, pungente e característico.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas adultas simples, de 8 a 30 cm de comprimento e 2 a 7 cm de largura, com lâminas lanceoladas, falciformes, coriáceas ou subcoriáceas, quebradiças, glabras, de coloração verde-pálida a verde-acinzentada, algo glauca, margem inteira, ápice agudo-acuminado e base desigualmente obtusa ou arredondada; nervura principal bem marcada na face abaxial, com ramificações que se anastomosam e terminam formando uma nervura paralela a 1 ou 2 mm da margem da lâmina; as lâminas apresentam grande quantidade de pontos translúcidos, nem sempre muito evidentes, correspondentes a glândulas esquizolisígenas internas, além de, ocasionalmente, pequenas manchas pardas, salientes, formadas por células suberificadas; pecíolo de 1 a 3,5 cm de comprimento, de coloração castanho-clara, ligeiramente achatado, acanalado, quase sempre retorcido.

**B.** Descrição microscópica

Lâmina foliar isobilateral e anfiestomática, evidenciando maior número de estômatos na face abaxial, com venação densa. Epiderme das duas faces, em vista frontal, com células poligonais de paredes periclinais moderadamente espessadas. Em secção transversal, a epiderme em ambas as faces é uniestratificada, com cutícula lisa e espessa e é formada por células poligonais pequenas; os estômatos em geral estão aprofundados. O parênquima paliçádico, voltado para ambas as faces, é formado por três a cinco camadas de células curtas, seguidas de um parênquima esponjoso formado por duas a quatro camadas de células pequenas e muito irregulares na forma. No mesofilo são observadas grandes cavidades esquizolisígenas que contêm óleo volátil, além de drusas de oxalato de cálcio e escassas maclas (prismas). A nervura principal é formada por um grande feixe vascular bicolateral plano-convexo, rodeado por uma bainha descontínua de fibras, acompanhado nas extremidades voltadas para a face adaxial por dois feixes vasculares menores; abaixo de ambas as epidermes ocorre colênquima laminar. As manchas pardas e salientes, visíveis na superfície das folhas, quando presentes, são formadas por células de paredes suberificadas, dispostas em círculos concêntricos.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as características estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração verde-acinzentada; fragmentos de epiderme com estômatos anomocíticos; fragmentos de epiderme superior e inferior; fragmentos de nervuras; células de parênquima com drusas de oxalato de cálcio; drusas e maclas (prismas) isoladas; fragmentos de mesofilo com partes de glândulas esquizolisígenas; fragmentos de feixes vasculares bicolaterais; fragmentos de epiderme com colênquima adjacente; fragmentos de epiderme com células de paredes suberizadas dispostas em círculos concêntricos.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel G.

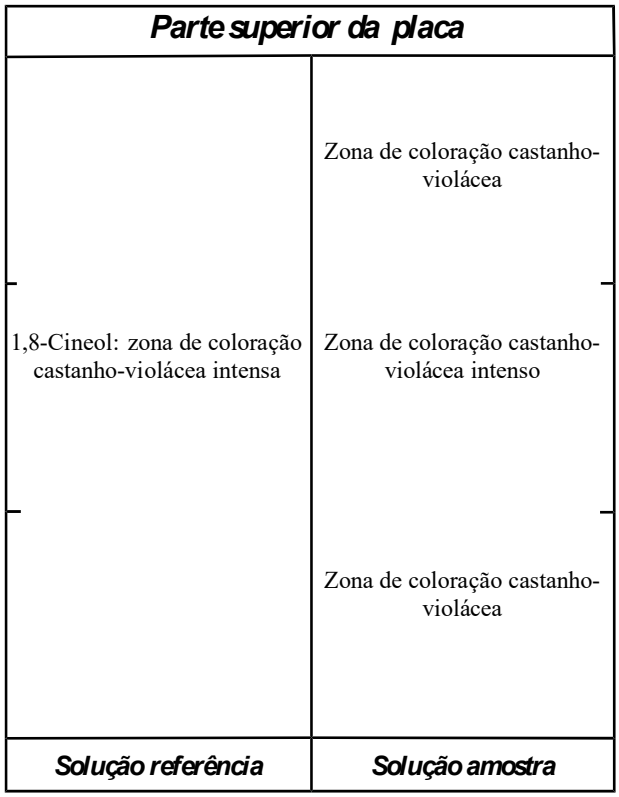
*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (9:1).

*Solução amostra*: agitar 0,5 g da droga recentemente pulverizada (355 µm) **(5.2.11)** em 5 mL de tolueno durante dois a três minutos. Filtrar em 2 g de sulfato de sódio anidro. Reservar uma alíquota do filtrado e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência*: diluir 10 µL de cineol em 1 mL de tolueno.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído e aquecer entre 100 °C e 105 °C durante um minuto.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Água (5.2.20.2).** *Método azeotrópico*. No máximo 10,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 3,0%. Não devem fazer parte da droga folhas jovens ou de ramificações recentes menores do que as descritas, sésseis, oval-oblongas, cordiformes na base, de coloração verde-azulada pela deposição de ceras, com pontos translúcidos mais evidentes do que aqueles das folhas adultas.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 6,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 500 mL contendo 200 mL de água como líquido de destilação e 0,5 mL de xileno no tubo graduado. Reduzir a droga a pó grosseiro e proceder imediatamente à determinação do óleo volátil, a partir de 10 g da droga seca. Destilar durante duas horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

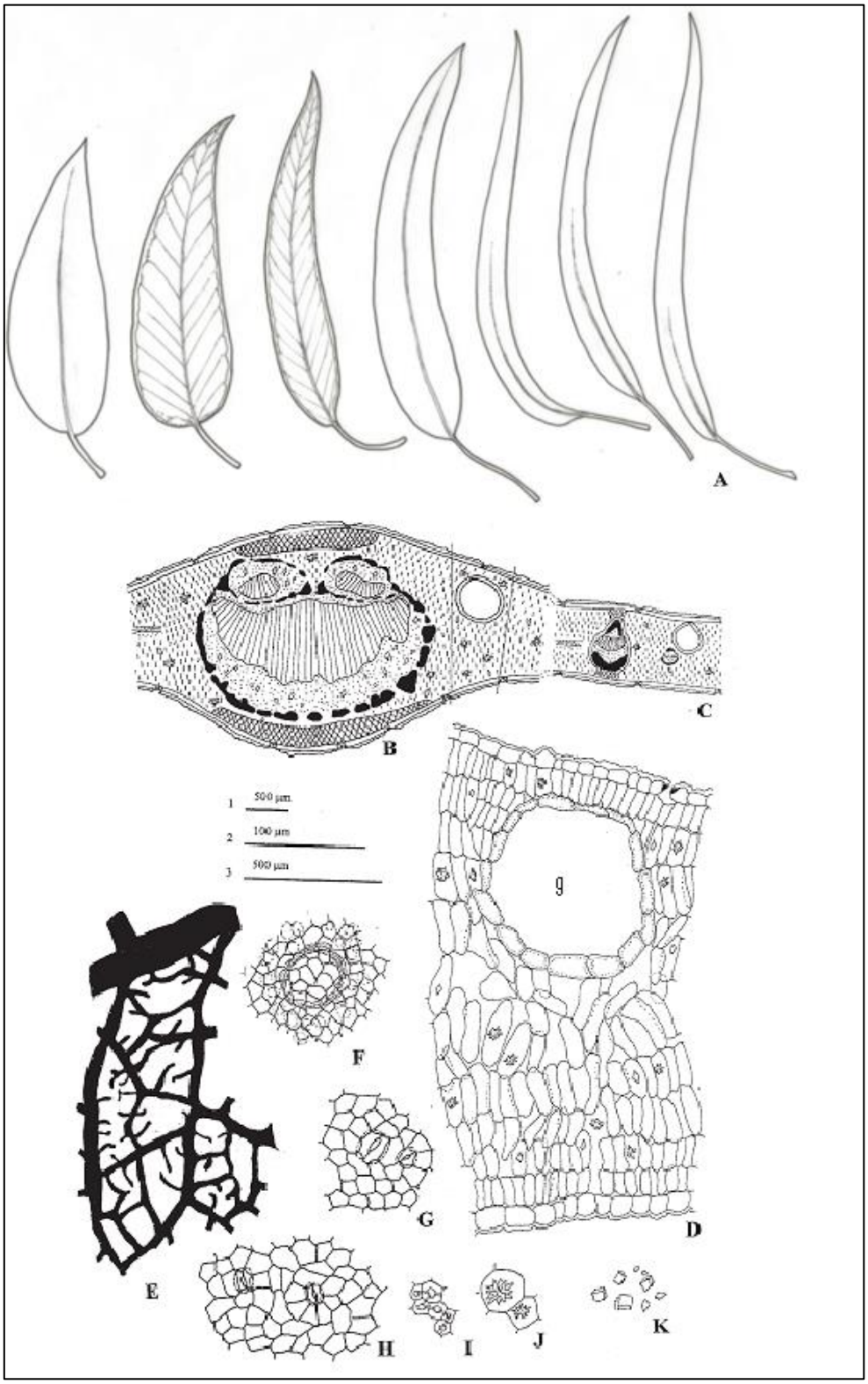



**Figura 1–Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Eucalyptus globulus* Labill.**

As escalas correspondem em 1 a **E**; 2 a **D** e **F-J**; 3 a **B** e **C**.

**A** – morfologia da folha. **B-D** – secção transversal da lâmina foliar. **B** – esquema da nervura principal. **C** – esquema do mesofilo na região laminar da folha. **D** – detalhe da porção indicada em **B**. **E-H** – detalhes de fragmentos da lâmina foliar em vista frontal. **E** – aspecto da venação. **F** – fragmento da epiderme, na face adaxial, com glândula esquizolisígena visível por transparência. **G** – fragmento da epiderme, na face adaxial, com estômatos. **H** – fragmento da epiderme, na face abaxial, com estômatos. **I** – fibras, em secção transversal. **J** - células de parênquima, com drusas. **K** – cristais do tipo maclas, isolados.

# FUNCHO-AMARGO, fruto
## *Foeniculi amarus fructus*

A droga vegetal consiste de frutos secos de *Foeniculum vulgare* Mill. ssp. *vulgare* var. *vulgare*, contendo, no mínimo, 4,0% (v/p) de óleo volátil.

CARACTERÍSTICAS

Os frutos possuem odor forte e agradável, semelhante ao do anetol.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

O fruto inteiro é um diaquênio, seco, glabro, oblongo, de forma quase cilíndrica, mais raramente ovoide, medindo 3 a 12 mm de comprimento e 3 a 4 mm de largura, verde-pálido a castanho-acinzentado ou castanho-amarelado, com base arredondada e ápice estreitado em um curto estilopódio bifurcado. O diaquênio em regra se encontra separado em dois mericarpos; quando esses aparecem ainda justapostos são unidos fragilmente e então são visíveis as bases dos pedicelos prolongados pelos carpóforos filiformes bifendidos. Cada mericarpo apresenta cinco costelas longitudinais muito proeminentes, das quais as duas marginais são um pouco mais desenvolvidas do que as outras, alternando com quatro valéculas muito estreitas, as quais contêm canais secretores de óleo volátil, elípticos em secção transversal.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal, cada mericarpo tem aspecto pentagonal, com quatro lados voltados para a região dorsal, quase iguais e pouco côncavos, e um quinto lado, ventral, correspondente à face comissural, mais comprido e levemente ondulado. As porções côncavas correspondem às valéculas e as porções mais agudas às costelas. O epicarpo é constituído de uma camada de células poligonais, com cutícula lisa e estômatos anomocíticos ocasionais. O mesocarpo é formado por um parênquima de células irregulares. Nas regiões das costelas ocorrem feixes vasculares e externamente e internamente a esses várias células de paredes espessadas, reticuladas, lignificadas, isoladas ou em grupos. Canais secretores ocorrem em cada uma das quatro valéculas, ocorrendo mais dois na face comissural; cada canal é limitado por uma camada de células secretoras poligonais de paredes castanhas. O endocarpo é constituído por uma camada de células poligonais, castanhas, alongadas transversalmente, exceto na região dos feixes, onde as células estão organizadas em grupos estendidos em diferentes direções, mostrando, em corte paradérmico, um arranjo de células perpendiculares e/ou oblíquas entre si, arranjo esse denominado de aparquetado (disposição em "parquet"). Aderido ao endocarpo, encontra-se o tegumento da semente, formado por uma epiderme uniestratificada. O endosperma, constituído de células poligonais, contém grãos de aleurona e pequenas gotas lipídicas. Cada grão de aleurona geralmente contém uma micro-roseta de oxalato de cálcio e um ou dois globoides. Os carpóforos, quando presentes, são caracterizados pela presença de fibras alongadas em vista longitudinal.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanho-amarelada ou castanho-acinzentada; fragmentos do epicarpo; fragmentos de mesocarpo com porções de canais secretores castanhos; fragmentos de mesocarpo acompanhados de células mais alongadas do endocarpo; fragmentos do

mesocarpo com células espessadas, reticuladas e lignificadas, agrupadas ou isoladas; cordões de fibras do mesocarpo, em vista longitudinal, acompanhados de elementos de vaso com espessamento helicoidal; fibras do carpóforo; fragmentos de endosperma, contendo grãos de aleurona e pequenas gotas lipídicas; microcristais de oxalato de cálcio em roseta. O pó não deve conter tricomas tectores ou seus fragmentos, os quais caracterizam o anis-doce.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

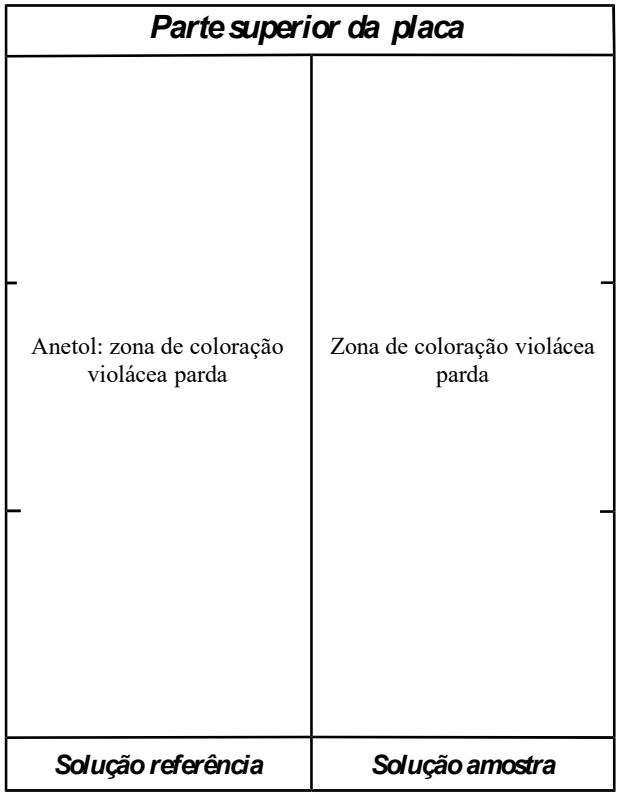
*Fase móvel*: tolueno e hexano (80:20).

*Solução amostra*: diluir 20 µL de óleo volátil da amostra cm tolueno em balão volumétrico de 10 mL.

*Solução referência*: diluir 10 µL de anetol em 10 mL de tolueno.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm (única banda referente ao anetol). Nebulizar a placa com ácido sulfúrico concentrado, aquecer entre 100 °C e 110 °C durante três minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector de ionização de chamas, hidrogênio e ar sintético (1:45) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, preenchida com macrogol 20 000, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio ultra puro como gás de

arraste (1 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 4 | 60 |
| | 4 – 26 | 60 → 170 |
| | 26 – 31 | 170 |
| Injetor | | 220 |
| Detector | | 250 |

*Solução amostra*: diluir 2 µL do óleo volátil da amostra em 100 µL de hexano.

*Solução referência*: diluir 5 µL de fenchona, 2 µL de estragol e 10 µL de *trans*-anetol em 1 mL de hexano.

*Procedimento*: injetar o volume de 1 µL da *Solução amostra* e 1 µL da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. Determinar as concentrações relativas por integração manual ou eletrônica pelo método de normalização.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra,* verificar a presença dos componentes conforme segue: anetol, no mínimo 60%; fenchona, no máximo 15%; e estragol, no máximo 5%.

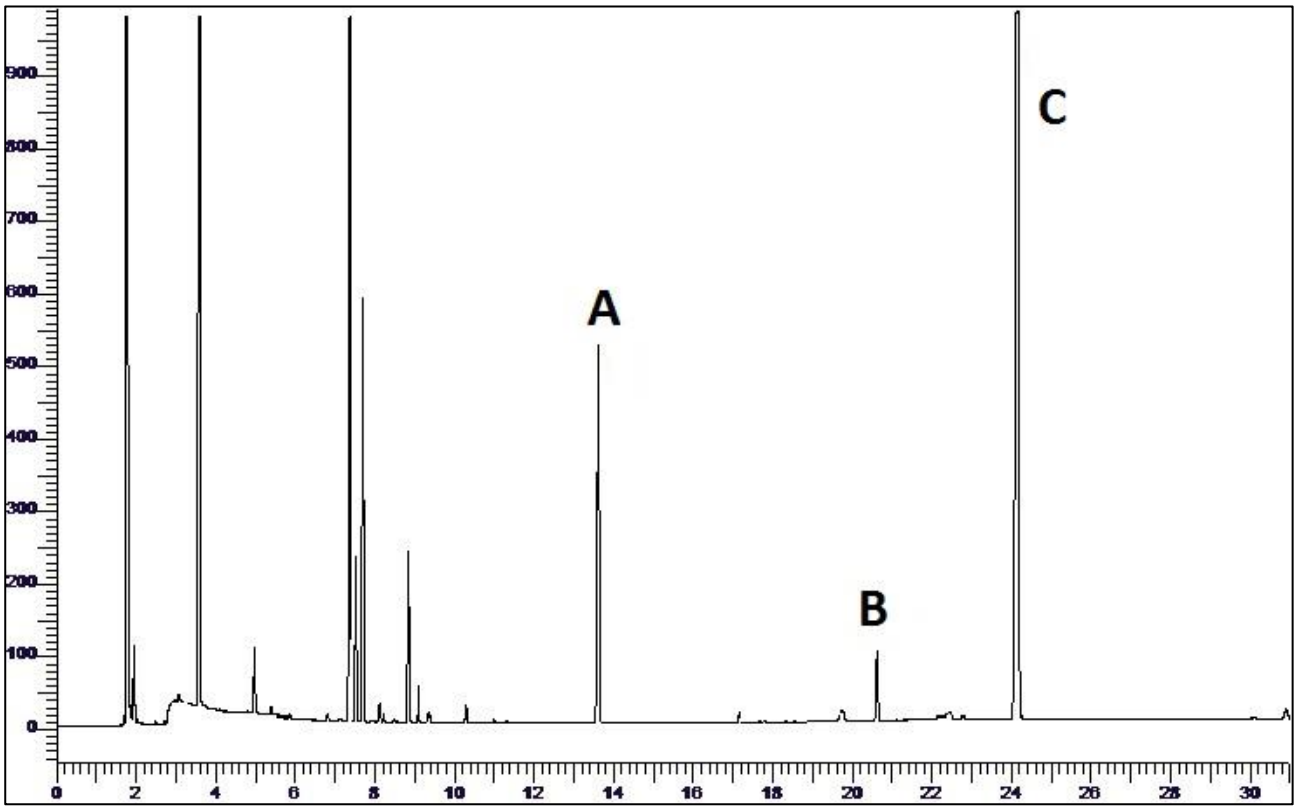



**Figura 1 – Cromatograma ilustrativo obtido com o óleo volátil de *Foeniculum vulgare* Mill. ssp. *vulgare* var. *vulgare* por cromatografia gasosa. A - fenchona; B - estragol e C - anetol.**

TESTES

**Água (5.2.20.2).** *Método azeotrópico*. No máximo 10,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 10,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 500 mL contendo 300 mL de água como líquido de destilação e 0,5 mL de xileno no tubo graduado do aparelho de clevenger. Reduzir o fruto de funcho a pó grosseiro (≤ 1400) **(5.2.11)**. Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil, a partir de 10 g da droga seca. Destilar durante duas horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

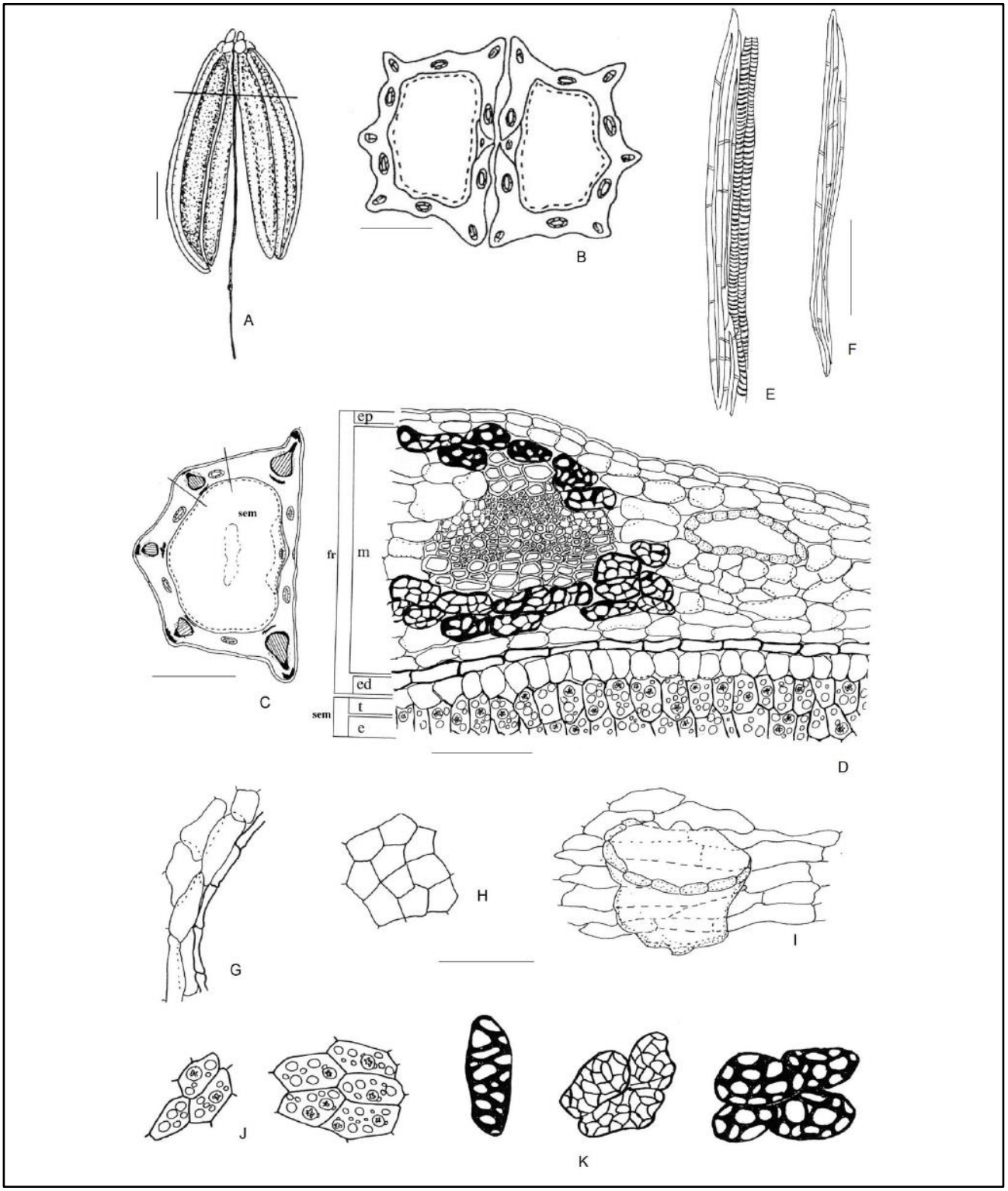



**Figura 2 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Foeniculum vulgare* Mill. ssp. *vulgare***

As escalas correspondem em **A** a 2 mm; em **B** e **C** a 1 mm; em **D** a 1000 µm; em **E**, **F**, **G**, **H**, **I**, **J** e **K** a 100 µm.
**A** - aspecto da morfologia do fruto. **B** - esquema da secção transversal do fruto na porção indicada em A. **C** - esquema de secção transversal de um mericarpo; semente (sem). **D** - detalhe de secção transversal do mericarpo na porção indicada em C; endocarpo (ed); endosperma (e); epicarpo (ep); fruto (fr); mesocarpo (m); semente (sem); tegumento (t). **E** a **K** - detalhes observados no pó. **E** - cordão de fibras do mesocarpo, em vista longitudinal, acompanhado de elementos de vaso com espessamento helicoidal. **F** - fibras do carpóforo. **G** - fragmento de endocarpo acompanhado de células mais alongadas do mesocarpo. **H** - porção do epicarpo. **I** - fragmento de mesocarpo com porção de canal secretor castanho. **J** - fragmentos de endosperma, contendo grãos de aleurona e pequenas gotas lipídicas, além de microcristais de oxalato de

cálcio em roseta. **K** - fragmentos do mesocarpo formados por células espessadas, reticuladas e lignificadas, agrupadas ou isoladas.

# FUNCHO-DOCE, fruto
## *Foeniculi dulcis fructus*

A droga vegetal consiste de frutos secos de *Foeniculum vulgare* Mill. ssp. *vulgare* var. *dulce* (Mill.) Thelung, contendo, no mínimo, 2,0% (v/p) de óleo volátil.

CARACTERÍSTICAS

Os frutos possuem odor forte e agradável, semelhante ao do anetol.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

O fruto inteiro é um diaquênio, seco, glabro, oblongo, de forma quase cilíndrica, mais raramente ovoide, medindo 3 a 12 mm de comprimento e 3 a 4 mm de largura, verde-pálido a castanho-acinzentado ou castanho-amarelado, com base arredondada e ápice estreitado em um curto estilopódio bifurcado. O diaquênio em regra se encontra separado em dois mericarpos; quando esses aparecem ainda justapostos são unidos fragilmente e então são visíveis as bases dos pedicelos prolongados pelos carpóforos filiformes bifendidos. Cada mericarpo apresenta cinco costelas longitudinais muito proeminentes, das quais as duas marginais são um pouco mais desenvolvidas do que as outras, alternando com quatro valéculas muito estreitas, as quais contêm canais secretores de óleo volátil, elípticos em secção transversal.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal, cada mericarpo tem aspecto pentagonal, com quatro lados voltados para a região dorsal, quase iguais e pouco côncavos, e um quinto lado, ventral, correspondente à face comissural, mais comprido e levemente ondulado. As porções côncavas correspondem às valéculas e as porções mais agudas às costelas. O epicarpo é constituído de uma camada de células poligonais, com cutícula lisa e estômatos anomocíticos ocasionais. O mesocarpo é formado por um parênquima de células irregulares. Nas regiões das costelas ocorrem feixes vasculares e externamente e internamente a esses várias células de paredes espessadas, reticuladas, lignificadas, isoladas ou em grupos. Canais secretores ocorrem em cada uma das quatro valéculas, ocorrendo mais dois na face comissural; cada canal é limitado por uma camada de células secretoras poligonais de paredes castanhas. O endocarpo é constituído por uma camada de células poligonais, castanhas, alongadas transversalmente, exceto na região dos feixes, onde as células estão organizadas em grupos estendidos em diferentes direções, mostrando, em corte paradérmico, um arranjo de células perpendiculares e/ou oblíquas entre si, arranjo esse denominado de aparquetado (disposição em "parquet"). Aderido ao endocarpo, encontra-se o tegumento da semente, formado por uma epiderme uniestratificada. O endosperma, constituído de células poligonais, contém grãos de aleurona e pequenas gotas lipídicas. Cada grão de aleurona geralmente contém uma micro-roseta de oxalato de cálcio e um ou dois globoides. Os carpóforos, quando presentes, são caracterizados pela presença de fibras alongadas em vista longitudinal.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanho-amarelada ou castanho-acinzentada; fragmentos do epicarpo; fragmentos de mesocarpo com porções de canais secretores castanhos; fragmentos de mesocarpo acompanhados de células mais alongadas do endocarpo; fragmentos do

mesocarpo com células espessadas, reticuladas e lignificadas, agrupadas ou isoladas; cordões de fibras do mesocarpo, em vista longitudinal, acompanhados de elementos de vaso com espessamento helicoidal; fibras do carpóforo; fragmentos de endosperma, contendo grãos de aleurona e pequenas gotas lipídicas; microcristais de oxalato de cálcio em roseta. O pó não deve conter tricomas tectores ou seus fragmentos, que caracterizam o anis-doce.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

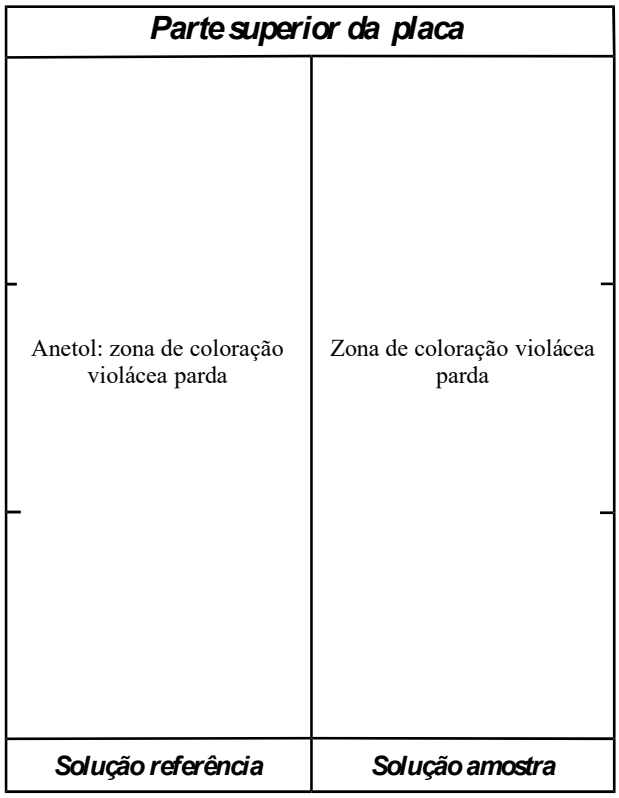
*Fase móvel*: tolueno e hexano (80:20).

*Solução amostra*: diluir 20 µL de óleo volátil da amostra em balão volumétrico de 10 mL de tolueno.

*Solução referência*: diluir 10 µL de anetol em 10 mL de tolueno.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com ácido sulfúrico concentrado e aquecer entre 100 °C e 110 °C durante três minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector de ionização de chamas, hidrogênio e ar sintético (1:45) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, preenchida com macrogol 20 000, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio ultra puro como gás de arraste (1 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 4 | 60 |
| | 4 – 26 | 60 → 170 |
| | 26 – 31 | 170 |
| Injetor | | 220 |
| Detector | | 250 |

*Solução amostra*: diluir 2 µL do óleo volátil da amostra em 100 µL de hexano.

*Solução referência*: diluir 5 µL de fenchona, 2 µL de estragol e 10 µL de *trans*-anetol em 1 mL de hexano.

*Procedimento*: injetar o volume de 1 µL da *Solução amostra* e 1 µL da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. Determinar as concentrações relativas por integração manual ou eletrônica pelo método de normalização.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra,* verificar a presença dos componentes conforme segue: anetol, no mínimo 80,0%; estragol, no máximo 10,0%; e fenchona, no máximo 7,5%.

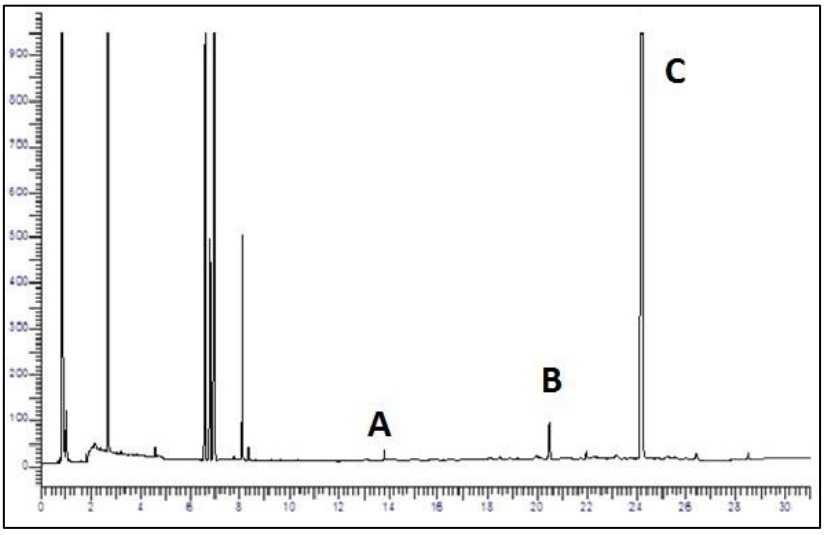



**Figura 1 – Cromatograma ilustrativo obtido com o óleo volátil de *Foeniculum vulgare* Mill. ssp. *vulgare* var. *dulce* (Mill.) Thelung por cromatografia a gás. A - fenchona, B - estragol e C - anetol.**

TESTES

**Água (5.2.20.2).** *Método azeotrópico*. No máximo 10,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 10,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 500 mL contendo 300 mL de água como líquido de destilação e 0,5 mL de xileno no tubo graduado. Reduzir o fruto de funcho a pó grosseiro (≤ 1400 µm) **(5.2.11)**. Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil, a partir de 10 g da droga seca. Destilar durante duas horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

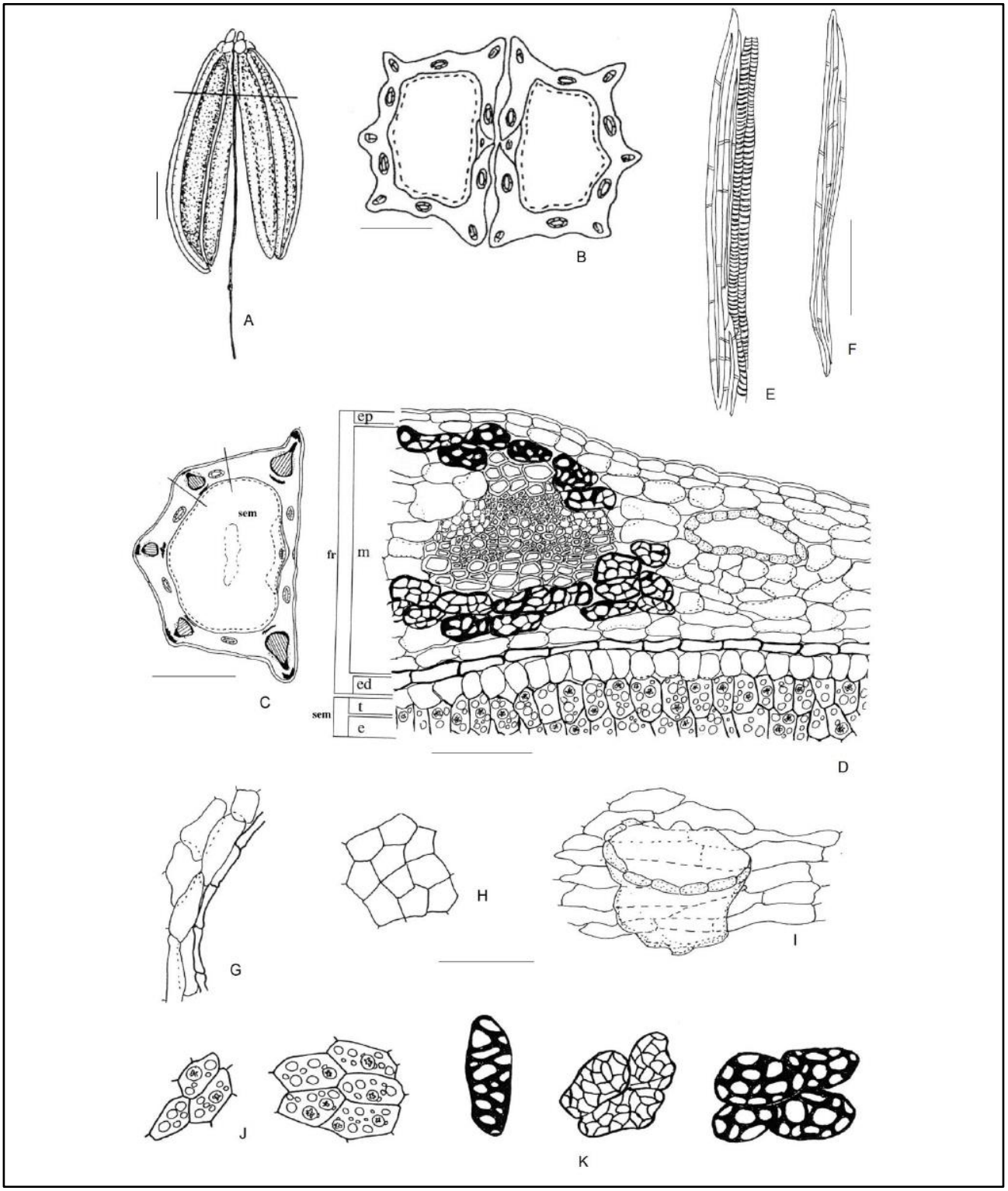



**Figura 2 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Foeniculum vulgare* Mill. ssp. *vulgare***

As escalas correspondem em **A** a 2 mm; em **B** e **C** a 1 mm; em **D** a 1000 µm; em **E**, **F**, **G**, **H**, **I**, **J** e **K** a 100 µm.
**A** - aspecto da morfologia do fruto. **B** - esquema da secção transversal do fruto na porção indicada em A. **C** - esquema de secção transversal de um mericarpo; semente (sem). **D** - detalhe de secção transversal do mericarpo na porção indicada em C; endocarpo (ed); endosperma (e); epicarpo (ep); fruto (fr); mesocarpo (m); semente (sem); tegumento (t). **E** a **K** - detalhes observados no pó. **E** - cordão de fibras do mesocarpo, em vista longitudinal, acompanhado de elementos de vaso com espessamento helicoidal. **F** - fibras do carpóforo. **G** - fragmento de endocarpo acompanhado de células mais alongadas do mesocarpo. **H** - porção do epicarpo. **I** - fragmento de mesocarpo com porção de canal secretor castanho. **J** - fragmentos de endosperma, contendo grãos de aleurona e pequenas gotas lipídicas, além de microcristais de oxalato de

cálcio em roseta. **K** - fragmentos do mesocarpo formados por células espessadas, reticuladas e lignificadas, agrupadas ou isoladas.

# GARRA-DO-DIABO, raiz
## *Harpagophyti radix*

A droga vegetal consiste de raízes secundárias tuberosas dessecadas e fragmentadas ou pulverizadas de *Harpagophytum procumbens* DC. ex Meissn., contendo, no mínimo, 1,2% de harpagosídeo ($C_{24}H_{30}O_{11}$, 494,49).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Raízes secundárias tuberosas, em pedaços ou fatias irregulares, em geral circulares, em regra de 2 a 4 cm de diâmetro, raramente 6 cm, e 2 a 6 mm de espessura; os fragmentos, quando desidratados, apresentam coloração acastanhada. Os pedaços apresentam casca suberosa fina (0,2 a 0,5 mm), acinzentado-amarelada a castanho-avermelhada; longitudinalmente são enrugados. A fratura é lisa e a superfície é córnea, esbranquiçada a cinza.

**B.** Descrição microscópica

A periderme é constituída por até 30 camadas de células de arranjo radial. O súber é homogêneo e formado por cerca de 25 camadas de células retangulares justapostas, com paredes delgadas e a feloderme é constituída por duas a três camadas de células retangulares, achatadas e de paredes delgadas. Lenticelas podem ser ocasionalmente observadas. O parênquima cortical é contituído por cerca de 35 camadas de células volumosas e de paredes delgadas, com campos de pontoação primária evidentes e espaços intercelulares diminutos; grãos de amido ausentes (não evidenciados pelo reativo de lugol); esporadicamente encontram-se células pétreas. O sistema vascular apresenta arranjo radial; as numerosas séries radiais são constituídas por elementos de condução e células parenquimáticas de paredes não lignificadas, provenientes do câmbio fascicular, e alternam-se a estreitas séries de células parenquimáticas com paredes não lignificadas, provenientes do câmbio interfascicular. O floema possui séries radiais com elementos de tubo crivado e células parenquimáticas, alternadas a cinco a sete séries de células parenquimáticas volumosas; fibras e células pétreas ausentes. A região do câmbio apresenta duas a quatro camadas de células retangulares. O xilema secundário também possui arranjo radial. Os elementos traqueais e as fibras estão dispostos em séries radiais geralmente unisseriadas e alternam-se aos raios parenquimáticos multisseriados. Os elementos traqueais apresentam placas de perfuração simples e paredes pontoadas ou escalariformes. Cristais de oxalato de cálcio na forma de pequenas agulhas ou cubos podem ser observados. A medula é reduzida, pouco diferenciada, constituída por células parenquimáticas.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração marrom-amarelada; fragmentos de súber consistindo de células poliédricas sobrepostas, com paredes suberificadas delgadas; fragmentos de parênquima cortical com células hexagonais de paredes delgadas com pontoações conspícuas, em parte com inclusões amarelas, na forma de gotinhas, ou marrom-avermelhadas, granulares, e esparsamente cristais de oxalato de cálcio na forma de agulhas ou cubos; fragmentos de elementos traqueais com paredes com espessamento escalariforme ou pontoado; células parenquimáticas de paredes lignificadas frequentemente associadas aos elementos de condução; raramente são observados esclereídes retangulares ou poligonais com paredes com pontoações e conteúdo marrom-avermelhado. Grãos de amido ausentes.

**D.** Falsificações ou adulterantes

Raízes primárias de *Harpagophytum procumbens* DC. ex Meissn. podem ser identificadas pela camada mais grossa de súber e pela coloração acastanhada. Pode ser confundida com raízes de outras plantas africanas como *Elephantorrhiza* spp. (Fabaceae, Mimosoideae) e *Acanthosicyos naudinianus* (Sond.) C.Jeffrey (Cucurbitaceae).

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$, com espessura de 0,25 mm.

*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico e água (77:15:8).

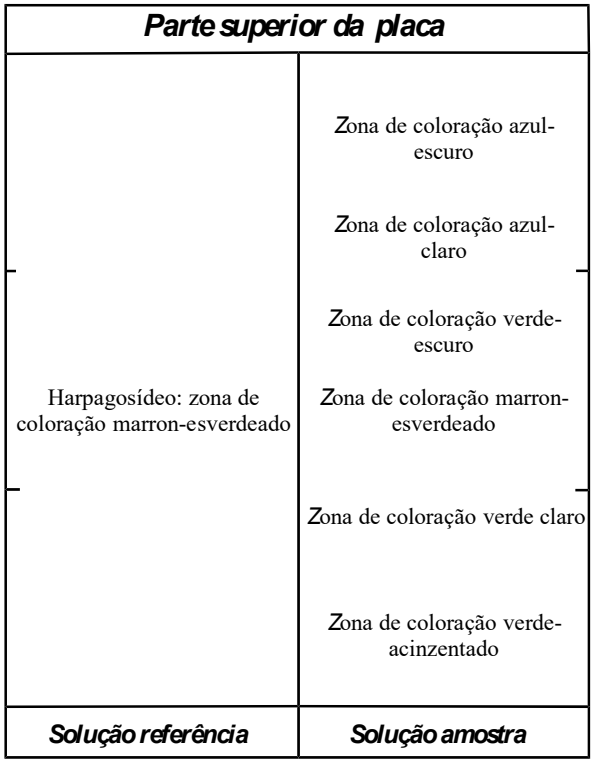
*Solução amostra*: aquecer durante 10 minutos, 1 g da droga vegetal pulverizada (355 µm) **(5.2.11)** com 10 mL de álcool metílico utilizando banho-maria a temperatura de 60 °C. Filtrar e concentrar o filtrado para 2 mL, sob vácuo, em temperatura inferior a 40 °C.

*Solução referência*: dissolver 1 mg de harpagosídeo em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm, após 30 minutos. Nebulizar com solução de anisaldeído.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*, após o exame sob a luz ultravioleta e a nebulização com a solução de anisaldeído, respectivamente. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| | Zona de fluorescência azul-escuro |
| | Zona de fluorescência azul-claro |
| | Zona de fluorescência azul-escuro |
| Harpagosídeo: zona de fluorescência azul-escuro | Zona de fluorescência azul-escuro |
| | Zona de fluorescência azul-claro |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |




TESTES

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico.* No máximo 12,0%. Utilizar 2 g da droga pulverizada (355 µm) **(5.2.11)** a 105 ºC durante duas horas.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 10,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 5,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Amido.** Examinar a droga pulverizada (355 µm) **(5.2.11)** em um microscópio com aumento de 10 vezes. Utilizar água e reativo de Lugol. Não deve desenvolver coloração azul.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Harpagosídeo**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 281 nm, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6

mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura de 40 °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,5 mL/minuto. Sistema isocrático.

*Fase móvel*: água e álcool metílico (50:50)

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,5 g da droga pulverizada (355 µm) **(5.2.11)**, adicionar 50 mL de álcool metílico e extrair sob agitação magnética durante uma hora em erlenmeyer de 125 mL. Filtrar em papel de filtro, transferir para balão volumétrico de 100 mL e reservar. Transferir o resíduo e o papel de filtro para balão de fundo redondo de 125 mL, adicionar 50 mL de álcool metílico e aquecer, sob refluxo, durante uma hora. Após o resfriamento, filtrar. Lavar o condensador duas vezes com 5 mL álcool metílico cada e filtrar. Reunir o filtrado e as soluções de lavagem. Evaporar até secura, a vácuo, em banho-maria com temperatura não superior a 40 °C. Suspender o resíduo em álcool metílico e transferir para o balão volumétrico de 100 mL reservado. Completar o volume com álcool metílico e homogeneizar. Diluir uma alíquota de 3 mL para 10 mL com álcool metílico. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Curva analítica*: construir uma curva analítica com a substância de referência harpagosídeo em álcool metílico com, no mínimo, cinco concentrações, na faixa entre 3 e 40 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL de cada concentração da *Curva analítica*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Calcular o teor de harpagosídeo, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TH} = \frac{\mathrm{C}_a \times 333 \times 100}{m \times 1000000}$$

em que,

TH = teor de harpagosídeo % (p/p);
$C_a$ = concentração de harpagosídeo encontrada na *Solução amostra* em µg/mL por meio da curva de calibração analítica, considerando pureza da substância de referência;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
333 = fator de diluição da *Solução amostra*;
100 = fator de conversão para teor em % (g/ 100 g); e
1000000 = fator de conversão de µg para g.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

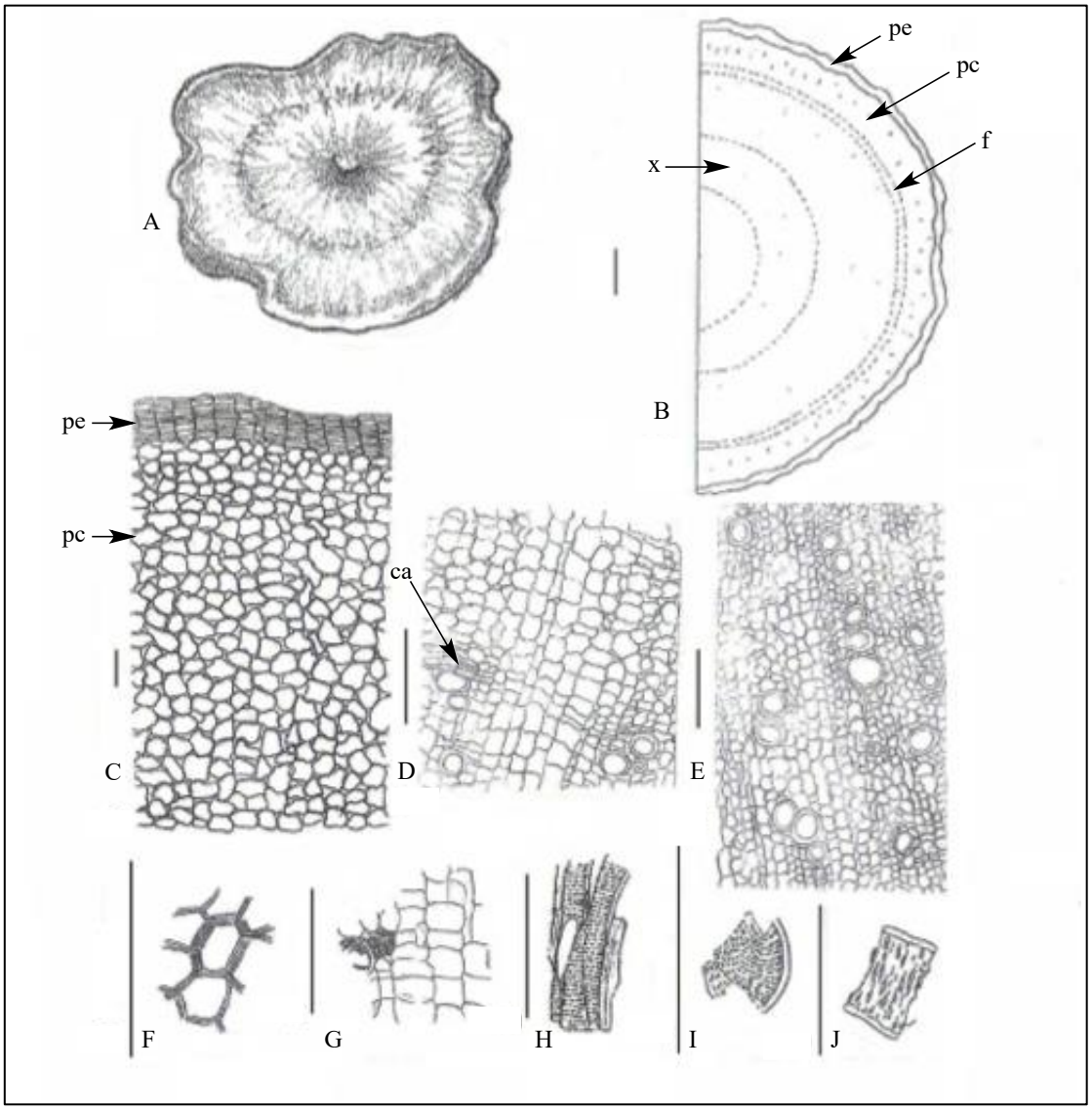



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Harpagophytum procumbens* DC. ex Meissn.**

As escalas correspondem: em B a 500 µm, de C a I em 200 µm, e em J a 100 µm.

**A-** aspecto geral da droga; **B-** esquema do corte transversal da raiz, evidenciando periderme (pe), parênquima cortical (pc), região do floema primário e secundário (f), região do xilema secundário (x). **C-** periderme (pe) e parênquima cortical (pc), em secção transversal. **D-** secção transversal da região do câmbio (ca), com floema secundário, xilema secundário e raios parenquimáticos multisseriados, fibras e vasos dispostos em séries radiais. **E-** secção transversal do xilema secundário. **F-J:** detalhes do pó; **F-** fragmento do súber; **G-** fragmento de elemento de vaso acompanhado de parênquima radial; **H-J:** fragmentos de elementos de vaso com diferentes tipos de espessamento de parede.

# GENCIANA, rizoma e raiz
## *Gentianae rhizoma et radix*

A droga vegetal consiste de rizomas e raízes secos e fragmentados de *Gentiana lutea* L., contendo, no mínimo, 3% de gentiopicrosídeo ($C_{16}H_{20}O_9$, 356,33).

CARACTERÍSTICAS

As raízes e rizomas possuem odor característico.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Rizomas e raízes apresentam-se em fragmentos cilíndricos de diferentes tamanhos. Em regra, os rizomas são maiores do que as raízes, atingindo até 6 cm de diâmetro. Externamente os rizomas têm cor castanho-amarelada a cinza-amarelada e apresentam fendas longitudinais e numerosos sulcos anelares, marcados por fileiras de pequenas cicatrizes. As raízes são torcidas ou arqueadas, com profundas estrias longitudinais e cicatrizes pequenas e ovais, oriundas de ramificações secundárias. Rizomas e raízes intumescem consideravelmente em contato com a umidade, tornando-se flexíveis. A fratura não é farinácea, nem fibrosa, e possui cor amarelada com manchas avermelhadas. Em secção transversal, o rizoma apresenta a zona cortical nitidamente demarcada por uma região externa suberosa, com linhas mais escuras, a qual ocupa 1/3 da secção. O cilindro central, de cor castanho-amarelada, é poroso e exibe finas estrias radiais.

**B.** Descrição microscópica

As células do súber, em secção transversal, possuem paredes delgadas, castanho-amareladas e estão dispostas em quatro a oito camadas. Abaixo seguem várias camadas, externamente colênquima e internamente parênquima de células tangencialmente alongadas, contendo gotas lipídicas e cristais de oxalato de cálcio na forma de ráfides. Essa região se confunde gradualmente com o parênquima cortical. O sistema vascular é separado da zona cortical por um câmbio bem desenvolvido. No floema, destacam-se pequenos grupos de elementos de tubo crivado, além de células de parênquima. O xilema é predominantemente parenquimático e apresenta elementos de vaso dispersos, com paredes mostrando espessamentos anelado, helicoidal ou reticulado. Os elementos de vaso ocorrem isoladamente ou em pequenos grupos. A medula do rizoma é parenquimática e bem desenvolvida. Nas células do parênquima encontram-se gotas lipídicas e cristais aciculares ou prismas delgados de oxalato de cálcio. O amido é quase completamente ausente. Em estrutura secundária, a anatomia da raiz é semelhante à do rizoma. O floema secundário e o xilema secundário são separados por nítido câmbio e apresentam uma estrutura porosa com poucos raios parenquimáticos.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração amarelada a amarelo-castanho; fragmentos de células com gotas lipídicas; cristais prismáticos ou na forma de ráfides e gotas lipídicas livres; fragmentos contendo células parenquimáticas; são raramente visíveis elementos de vaso lignificados. Fibras e esclereídes ausentes.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico e água (77:15:8).

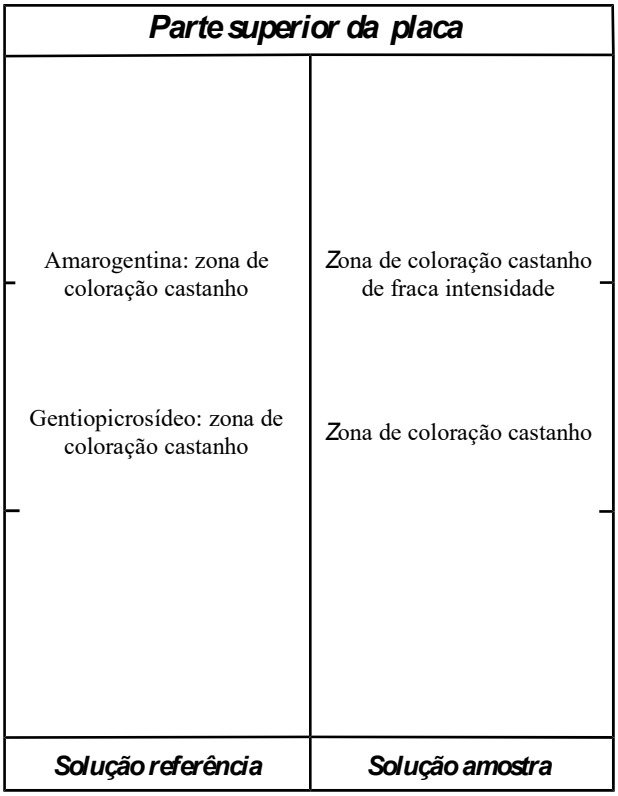
*Solução amostra*: adicionar 10 mL de álcool metílico em 1 g da droga pulverizada (355 µm) **(5.2.11)** e agitar durante 20 minutos. Filtrar e secar até resíduo em banho-maria em temperatura não superior a 50 °C. Suspender o resíduo em 2,5 mL de álcool metílico e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência (1)*: preparar uma solução a 280 µg/mL de gentiopicrosídeo em álcool metílico.

*Solução referência (2)*: preparar uma solução a 1200 µg/mL de amarogentina em álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência (1)* e 20 µL da *Solução referência* (2). Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído e aquecer entre 100 °C e 105 °C durante um minuto.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, a *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 12,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 4,0%.

**Índice de amargor (5.4.1.10).** No mínimo 10 000.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Gentiopicrosídeo**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 272 nm; coluna de 150 mm de comprimento e 3,9 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (4 µm), mantida à temperatura de (22 ± 2) °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,7 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido trifluoracético (100:0,006).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 10 | 95 → 72 | 5 → 28 | gradiente linear |
| 10 - 14 | 72 → 80 | 28 → 20 | gradiente linear |
| 14 - 16 | 80 → 95 | 20 → 5 | gradiente linear |
| 16 - 20 | 95 | 5 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,100 g da droga vegetal seca e pulverizada (355 µm) **(5.2.11)** em tubo de centrífuga de 50 mL. Adicionar 6 mL de álcool etílico a 70% (v/v), uma barra magnética, e agitar durante 30 minutos. Centrifugar o conjunto por sete minutos a 2000 × *g*. Transferir o líquido sobrenadante, quantitativamente, para balão volumétrico de 10 mL Extrair novamente o resíduo da droga com 4 mL de álcool etílico a 70% (v/v), e agitar durante 10 minutos. Centrifugar e transferir o líquido sobrenadante para o mesmo balão volumétrico de 10 mL. Completar o volume para 10 mL com álcool etílico a 70% (v/v) e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de gentiopicrosídeo em álcool metílico para obter solução a 0,32 mg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 5 µL da *Solução referência* e 5 µL da *Solução amostra.* Registrar os cromatogramas e medir a área sob o pico referente ao gentiopicrosídeo. O tempo de retenção médio é de aproximadamente oito minutos. Calcular o teor de gentiopicrosídeo, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TG} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a \times 10 \times 100}{\mathrm{A}_r \times m_a}$$

em que,

TG = teor de gentiopicrosídeo % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência* g/mL, considerando pureza da substância de referência;

$A_r$= área sob o pico correspondente ao gentiopicrosídeo na *Solução referência*;
$A_a$= área sob o pico correspondente ao gentiopicrosídeo na *Solução amostra*; e
$m_a$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

## EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

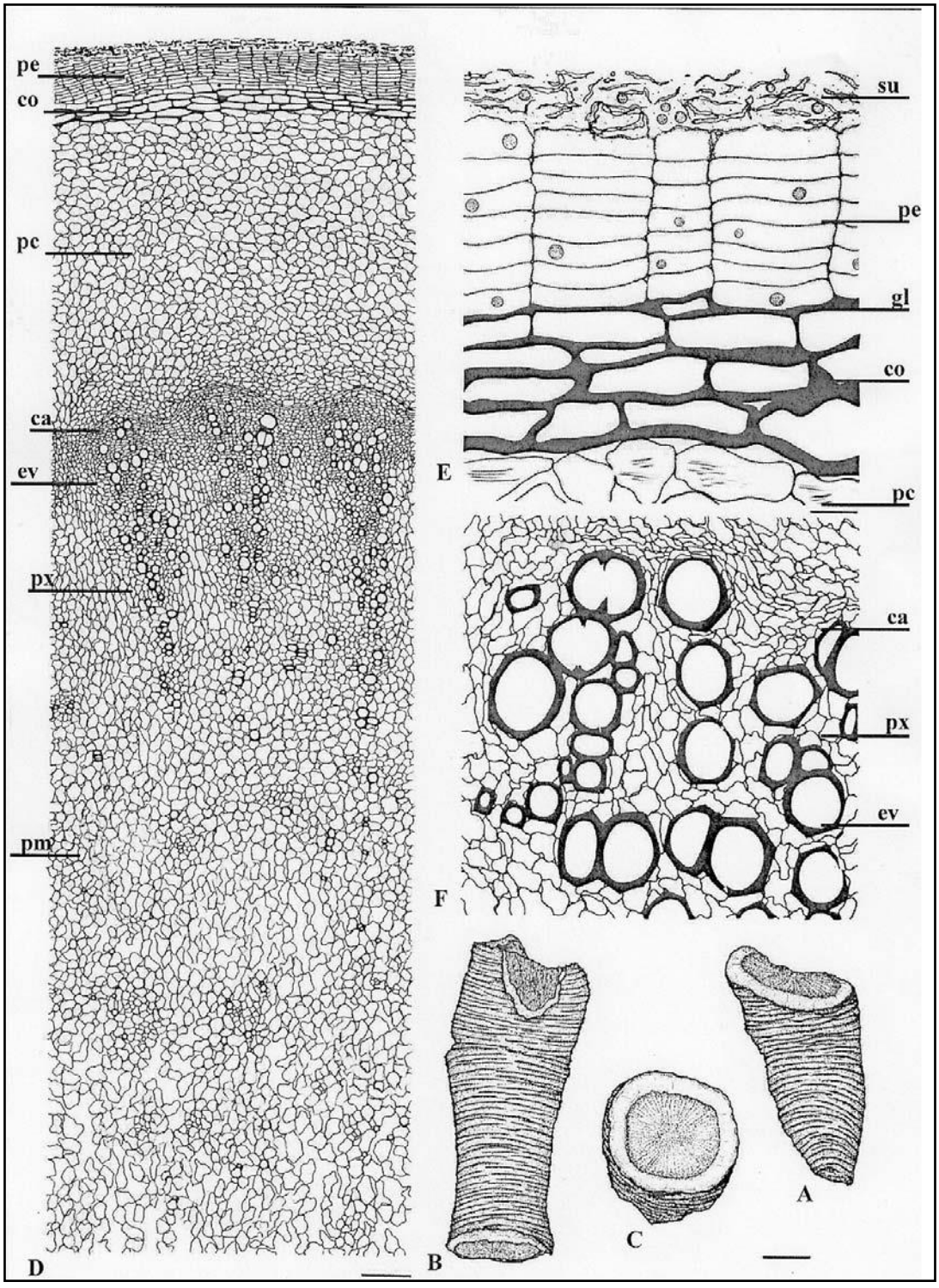



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Gentiana lutea* L.**

As escalas correspondem: em A até C a 2 cm, em D a 150 µm, em E e F a 50 µm.
**A e B** - aspecto geral dos rizomas. **C** - aspecto geral do rizoma em secção transversal. **D** - detalhe de uma porção do rizoma em secção transversal; câmbio (ca); colênquima (co); elementos de vaso (ev); parênquima cortical (pc); periderme (pe); parênquima medular (pm); parênquima do xilema (px). **E** - detalhe evidenciando a região do súber com sua porção colenquimática e parenquimática; colênquima (co); gotas lipídicas (gl); parênquima cortical (pc); periderme (pe); súber (su). **F** - detalhe do xilema evidenciando vasos xilemáticos; câmbio (ca); elementos de vaso (ev); parênquima do xilema (px).

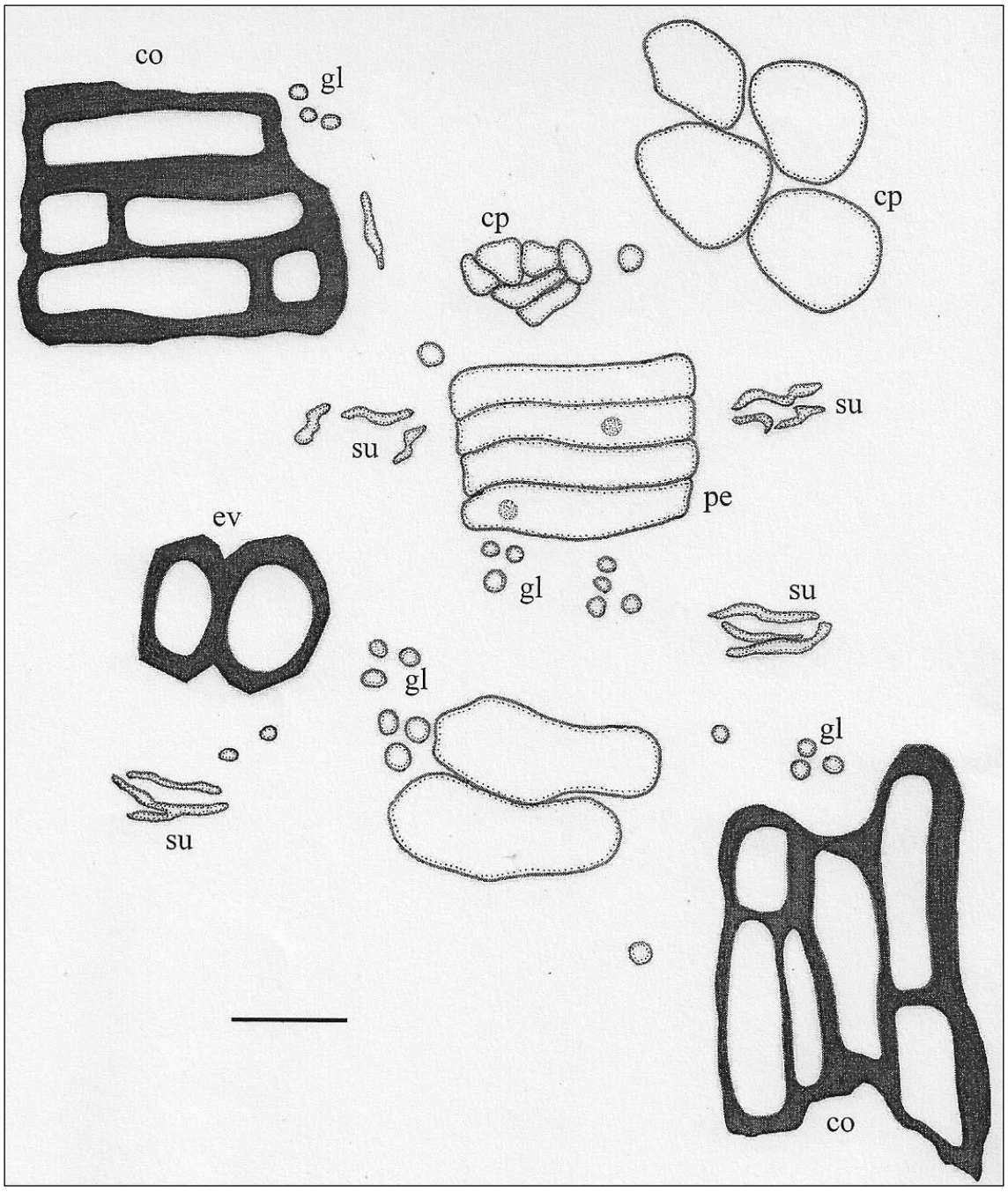



**Figura 2 - Aspectos microscópicos do pó em *Gentiana lutea* L.**

A escala corresponde a 50 µm.
Aspecto geral da droga em pó: colênquima (co); células de parênquima (cp); elementos de vaso (ev); gotas lipídicas (gl); porções de periderme (pe); porções de súber (su).

# GENGIBRE, rizoma
## *Zingiberis rhizoma*

A droga vegetal consiste de rizomas secos de *Zingiber officinale* Roscoe, contendo, no mínimo, 0,6% de gingeróis e, no máximo, 0,4% de shogaóis.

CARACTERÍSTICAS

Os rizomas apresentam odor forte, picante e característico.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Rizoma ramificado, com formato irregular, achatado lateralmente, com ramificações dispostas em um só plano, de coloração castanho-clara a pardacenta, marcado por anéis transversais proeminentes e estrias longitudinais e transversais, estreitas e bem visíveis. Comumente ocorrem cicatrizes elípticas acinzentadas quando jovens e castanho-claras a esbranquiçadas quando mais velhas, rugosas e depressas, entre as ramificações, com fibras aparentes. O rizoma comercial mede de 5,0 a 25,0 cm de comprimento, de 1,0 a 5,0 cm de espessura. A fratura é curta e amilácea, com fibras projetadas e o súber tende a esfoliar-se.

**B.** Descrição microscópica

Em vista frontal, a periderme apresenta células de aspecto quadrangular ou alongado, ambas com paredes delgadas. Em secção transversal, o rizoma apresenta forma ovalada e três diferentes regiões, a periderme, o córtex e o cilindro central. A periderme é formada por até vinte e cinco camadas ou mais, em duas zonas distintas. A zona externa apresenta células suberificadas, de forma e disposição irregular e com grande quantidade de gotas lipídicas; a zona interna é formada por um maior número de camadas e por células de forma tabular, achatadas tangencialmente e dispostas radialmente. Grãos de amido estão presentes em todos os tecidos, exceto nos vasculares; são simples, com hilo excêntrico e estratificação muito evidente, geralmente elipsoides, ovalados e aplanados, com até 50 µm de comprimento e até 35 µm de largura e até 10 µm de espessura. O parênquima cortical é formado por células poligonais volumosas, com grande quantidade de grãos de amido. Entre as células parenquimáticas ocorrem fibras isoladas e esparsas, de paredes não muito espessas e sem lignificação. Células secretoras de forma poligonal são muito comuns, contendo gotas lipídicas grandes ou diminutas, isoladas ou agrupadas e de coloração amarelada. Os feixes vasculares são colaterais, geralmente fechados, com distribuição aleatória nos parênquimas e pouco desenvolvidos no parênquima cortical. Internamente ao parênquima ocorre a endoderme, composta por células quadrangulares, de paredes delgadas e com raros grãos de amido. O cilindro vascular externamente é delimitado por um anel de células parenquimáticas muito menores do que as demais onde se distribuem pequenos agrupamentos vasculares. Internamente, é preenchido por tecido parenquimático, formado por várias camadas, semelhante àquele que caracteriza a região cortical. No cilindro vascular também ocorrem células secretoras e feixes vasculares dispersos. Não ocorrem cristais de oxalato cálcio e esclereídes. Em secção longitudinal, observam-se espessamentos do tipo escalariforme, mais frequente, além de anelar, helicoidal e reticulado mais raros. As fibras são bastante alongadas, septadas, e apresentam poros oblíquos e pontoações evidentes.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. A observação microscópica do pó torna-se mais clara, quando utilizado hidrato de

cloral R. São características: coloração amarelo-clara a castanho-clara; fragmentos de periderme em vista frontal e em vista transversal; grande quantidade de grãos de amido isolados ou agrupados, mais evidentes quando utilizada água glicerinada; grande quantidade de fragmentos de parênquima com paredes delgadas e incolores, ou raramente amareladas; fragmentos de parênquima contendo grãos de amido; fragmentos de parênquima contendo gotas lipídicas amareladas; fragmentos de parênquima com porções de elementos traqueais; porções de espessamentos parietais isolados de elementos traqueais; porções de elementos traqueais isolados ou agrupados; porções de fibras isoladas ou agrupadas; gotas lipídicas isoladas e amareladas.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (30:10).

*Solução amostra*: pulverizar 5 g da droga (710 µm) **(5.2.11)**. Transferir 1 g do pó para tubos de centrífuga e adicionar 10 mL de álcool metílico. Agitar a mistura em agitador magnético por 30 minutos. Centrifugar o extrato por 10 minutos a 166 × *g*. Utilizar o líquido sobrenadante para aplicação na placa.

*Solução referência*: preparar solução a 0,1 mg/mL capsaicina em álcool etílico.

*Revelador*: solução de anisaldeído sulfúrico a 10% (v/v) seguido de aquecimento a temperatura entre 100 ºC e 105 ºC por três minutos.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma por 10 cm. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído sulfúrico a 10% (v/v) e aquecer entre 100 ºC e 105 ºC durante três minutos. Examinar a placa sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| 10-shogaol: zona de coloração azul violácea | Zona de coloração azul violácea |
| 8-shogaol: zona de coloração azul violácea | Zona de coloração azul violácea |
| 6-shogaol: zona de coloração azul violácea | Zona de coloração azul violácea |
| 10-gingerol: zona de coloração azul violáceae | Zona de coloração azul violácea |
| 8-gingerol: zona de coloração azul violáceae | Zona de coloração azul violácea |
| 6-gingerol: zona de coloração azul violáceae | Zona de coloração azul violácea |
| Capsaicina: zona de coloração azul | |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Água (5.2.20.2).** No máximo 12%.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 1,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 8,0%.

**Substâncias extraíveis por álcool etílico (5.4.1.9).** *Método C*. No mínimo 3,5%.

**Substâncias extraíveis em água (5.4.1.9).** *Método C*. No mínimo 4,5%

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Gingeróis**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 282 nm; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm),

mantida à temperatura ambiente (22 ± 2) °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,0 mL/minuto. Pequenos ajustes no fluxo e gradiente poderão ser necessários com a troca de aparelhagem e coluna cromatográfica.

*Eluente (A)*: acetonitrila, ácido fosfórico a 0,1% (v/v) e álcool metílico (55:44:1).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

Adotar o *Eluente (A)* com um tempo de corrida sete vezes superior ao tempo de retenção da capsaicina.

*Lavagem da coluna*: após cada corrida, proceder a lavagem da coluna usando o sistema descrito na tabela a seguir.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 2 | 100 → 0 | 0 → 100 | gradiente linear |
| 2 -12 | 0 | 100 | isocrática |
| 12 - 14 | 0 → 100 | 100 → 0 | gradiente linear |
| 14 -29 | 100 | 0 | isocrática |

*Preparação da amostra*: transferir 1 g da droga vegetal recentemente pulverizada (710 µm) **(5.2.11)** para erlenmeyer com boca esmerilhada de 50 mL e adicionar 25 mL de álcool etílico absoluto. Macerar o extrato por 24 horas, agitando frequentemente a solução durante as primeiras oito horas. A seguir, filtrar o extrato em papel de filtro para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com álcool etílico e homogeneizar.

*Solução referência*: dissolver capsaicina em álcool metílico em quantidade e volume necessários para preparar uma solução com concentração de 0,5 mg/mL.

*Solução amostra*: em balão volumétrico de 1 mL, acondicionar 0,2 mL da *Solução referência* e completar o volume com a *Preparação da amostra*. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 25 µL da *Solução amostra.* Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos referentes aos gingeróis e a capsaicina. Calcular o teor de gingeróis, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TG} = \frac{\mathrm{A_a} \times \mathrm{C}}{\mathrm{A_r} \times m} \times 100 \times 31{,}25$$

em que,

TG = teor de gingeróis % (p/p);
$A_a$ = soma das áreas sob os picos correspondentes aos gingeróis obtidos com a *Solução amostra*. Considerar as áreas correspondentes ao 6-gingerol, 8-gingerol e 10-gingerol cujos tempos de retenção relativos são de aproximadamente 0,8, 1,5 e 3,5, respectivamente;
$A_r$ = área sob o pico correspondente a capsaicina obtida com a *Solução amostra*;
C = concentração da capsaicina na *Solução amostra* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência; e
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado.

**Shogaóis**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 282 nm; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura ambiente (22 ± 2) °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,0 mL/minuto. Pequenos ajustes no fluxo e gradiente poderão ser necessários com a troca de aparelhagem e coluna cromatográfica.

*Eluente (A)*: acetonitrila, ácido fosfórico a 0,1% (v/v) e álcool metílico (55:44:1).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

Adotar o *Eluente (A)* com um tempo de corrida sete vezes superior ao tempo de retenção da capsaicina.

*Lavagem da coluna*: após cada corrida, proceder à lavagem da coluna usando o sistema descrito na tabela a seguir

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 2 | 100 → 0 | 0 → 100 | gradiente linear |
| 2 - 12 | 0 | 100 | isocrática |
| 12 -14 | 0 → 100 | 100 → 0 | gradiente linear |
| 14 - 29 | 100 | 0 | isocrática |

*Preparação da amostra*: transferir 1 g da droga recentemente pulverizada (710 µm) **(5.2.11)** para erlenmeyer com boca esmerilhada de 50 mL e adicionar 25 mL de álcool etílico absoluto. Macerar o extrato por 24 horas, agitando frequentemente a solução durante as primeiras oito horas. A seguir, filtrar o extrato em papel filtro para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com álcool etílico e homogeneizar.

*Solução referência:* dissolver capsaicina em álcool metílico em quantidade e volume necessários para preparar uma solução com concentração de 0,5 mg/mL.

*Solução amostra*: em balão volumétrico de 1 mL, acondicionar 0,2 mL da *Solução referência* e completar o volume com a *Preparação da amostra*. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 25 µL da *Solução amostra* e 25 µL da *Solução referência*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos referentes aos shogaóis e a capsaicina. Calcular o teor de shogaóis, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TS = \frac{A_a \times C}{A_r \times m} \times 100 \times 31{,}25$$

em que,

TS = teor de shogaóis % (p/p);
$A_a$ = soma das áreas sob os picos correspondentes aos shogaóis obtidos com a *Solução amostra*. Considerar as áreas correspondentes ao 6-shogaol, 8-shogaol e 10-shogaol cujos tempos de retenção relativos são de aproximadamente 1,9, 4,7 e 5,8, respectivamente;
$A_r$ = área sob o pico correspondente a capsaicina obtida com a *Solução amostra*;
C = concentração da capsaicina na *Solução amostra* em g/mL, considerando a pureza da substância referência; e
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado.

*Adequabilidade do sistema*: dissolver os padrões 6-gingerol, 8-gingerol, 10-gingerol, 6-shogaol, 8-shogaol e 10-shogaol em álcool metílico em quantidades e volumes necessários para preparar uma solução de aproximadamente 0,2 mg/mL. Misturar partes iguais de cada solução em 1 mL da *Solução referência*, e injetar 25 µL da mistura. A resolução entre os picos deve ser calculada através da fórmula demonstrada a seguir, sendo que a resolução entre os picos do 6-gingerol e da capsaicina não deve ser inferior a 3,0; e entre os picos da capsaicina e 6-shogaol não deve ser inferior a 10,0.

$$R = 1{,}18 \times \frac{(tr_2 - tr_1)}{wr_1 + wr_2}$$

Em que:

R = resolução dos picos;
$tr_1$ = tempo de retenção do primeiro pico;
$tr_2$ = tempo de retenção do segundo pico;
$wr_1$ = largura do primeiro pico medida a meia altura; e
$wr_2$ = largura do segundo pico medida a meia altura.

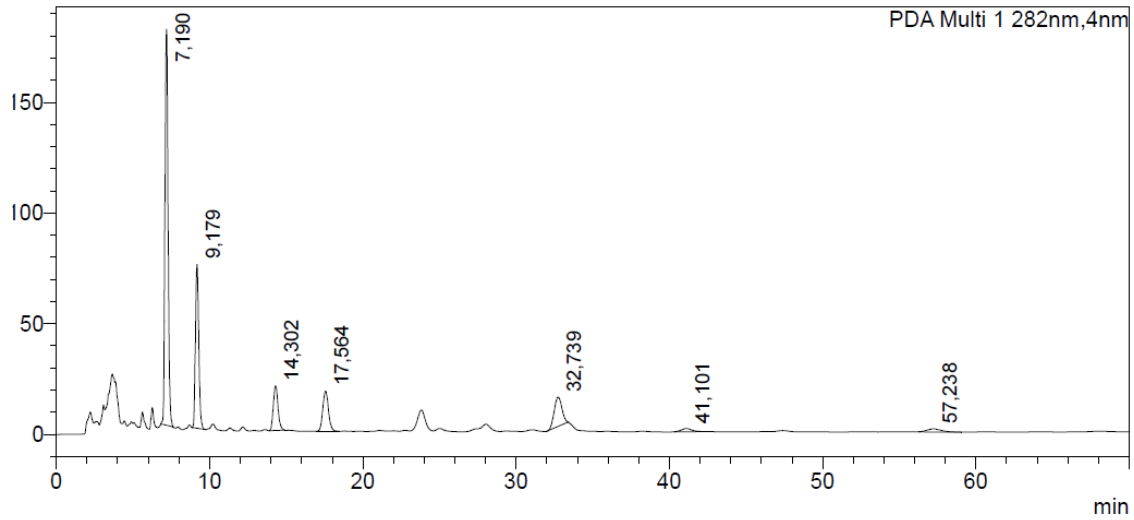



**Figura 1 – Cromatograma ilustrativo de extrato etanólico de *Zingiber officinale* em 282 nm. Em tempo de retenção (tr) de aproximadamente sete minutos, visualiza-se o pico referente ao 6-gingerol; em tr nove minutos, capsaicina; em tr 14 minutos, 8-gingerol; em tr 17 minutos, 6- shogaol; em tr 32 minutos, 10-gingerol; em tr 41 minutos, 8-shogaol; e em tr 57 minutos, 10-shogaol.**

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e calor.

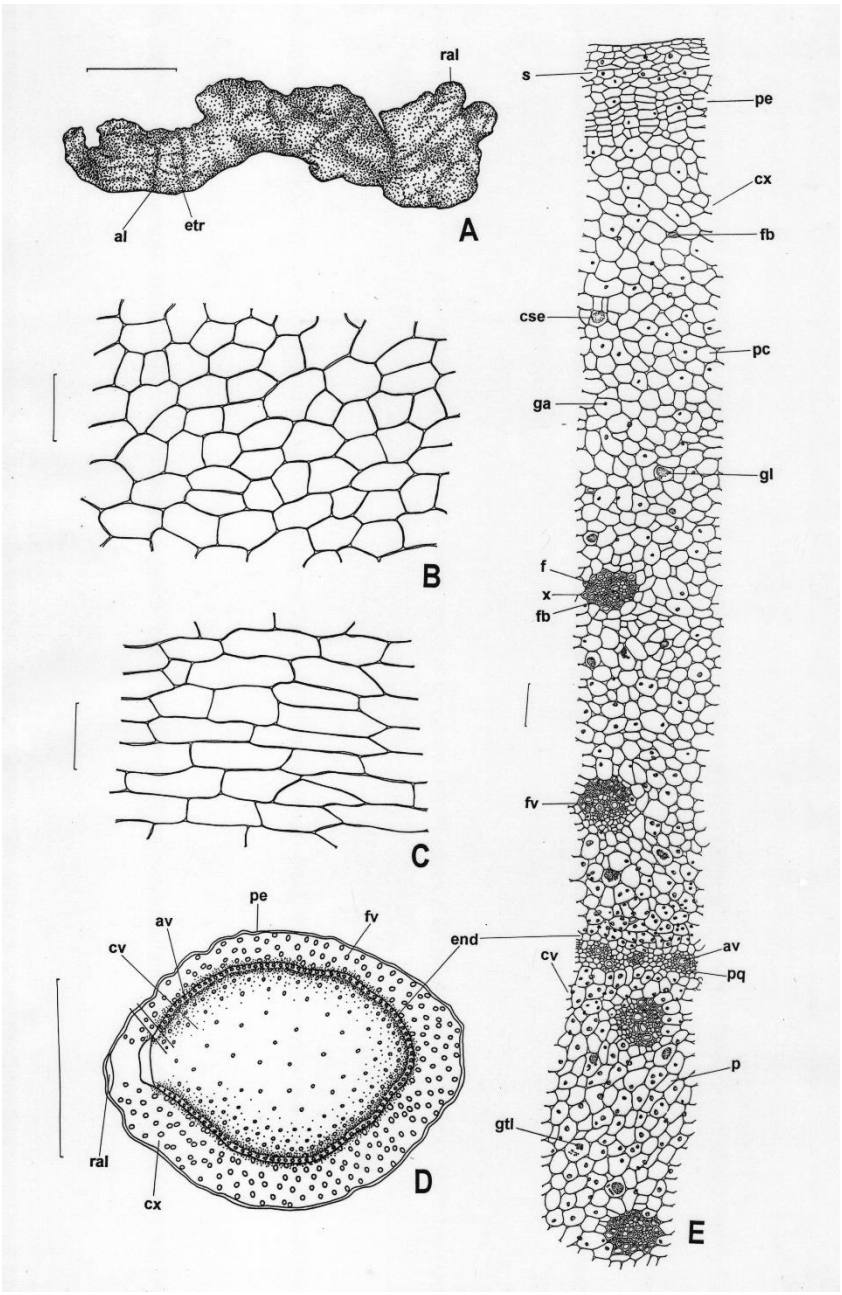



**Figura 2 - Aspectos macroscópicos e microscópicos do rizoma de *Zingiber officinale* Roscoe.**

As escalas correspondem em **A** a 2,8 cm; em **B** e **C** a 100 µm; em **D** a 5 cm; em **E** a 200 µm.
**A -** aspecto geral do rizoma, al: anel; etr: estria; ral: ramificação lateral; **B -** periderme em vista frontal com células quadrangulares; **C -** periderme em vista frontal com células alongadas; **D -** aspecto geral do rizoma em secção transversal; av: agrupamento vascular; cv: cilindro vascular; cx: córtex; end: endoderme; fv: feixe vascular; pe: periderme; ral: ramificação lateral; **E -** detalhe do rizoma em secção transversal como assinalado em D; av: agrupamento vascular; cse: célula secretora; cv: cilindro vascular; cx: córtex; end: endoderme; f: floema; fb: fibra; fv: feixe vascular; ga: grão de amido; gl: gota lipídica; gtl: gotícula lipídica; p: parênquima; pc: parênquima cortical; pe: periderme; pq: parênquima de pequenas células; s: súber; x: xilema.

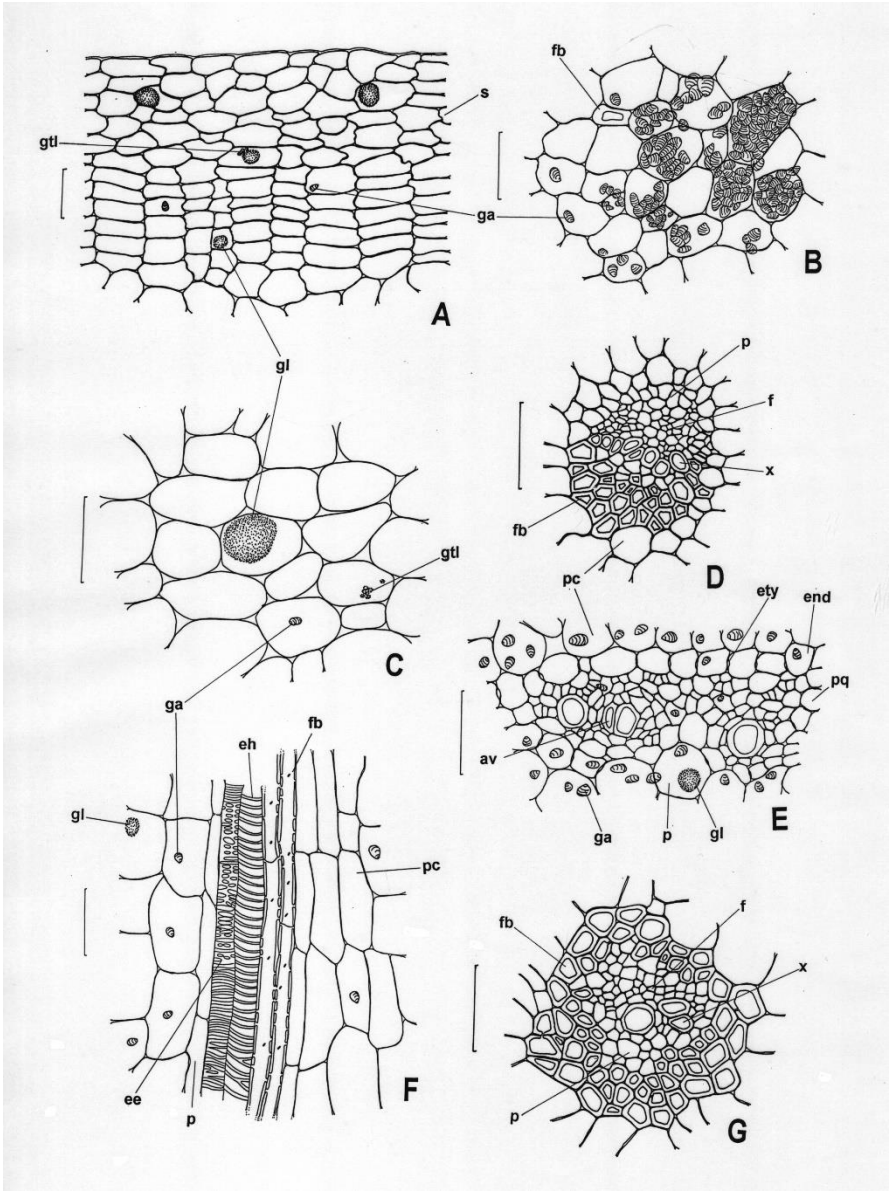



**Figura 3 - Aspectos microscópicos do rizoma de *Zingiber officinale* Roscoe.**

As escalas correspondem em **A** a **G** a 100 μm.

**A** - detalhe da periderme em secção transversal; ga: grão de amido; gl: gota lipídica; gtl: gotículas lipídicas; s: súber; **B** - detalhe do parênquima cortical com grãos de amido, em secção transversal; fb: fibra; ga: grão de amido; **C** - detalhe do parênquima cortical com gotas lipídicas, em secção transversal; ga: grão de amido; gl: gota lipídica; gtl: gotículas lipídicas; **D** - detalhe de feixe vascular ocorrente no córtex, em secção transversal; f: floema; fb: fibra; p: parênquima; pc: parênquima cortical; x: xilema; **E** - detalhe da região da endoderme e da região dos agrupamentos vasculares, em secção transversal; av: agrupamento vascular; end: endoderme; ety: estria de Caspary; ga: grão de amido; gl: gota lipídica; p: parênquima; pc: parênquima cortical; pq: parênquima de pequenas células; **F** - detalhe de porção do córtex, em secção longitudinal; ee: elemento de vaso com espessamento escalariforme; eh: elemento de vaso com espessamento helicoidal; fb: fibra; ga: grão de amido; gl: gota lipídica; p: parênquima; pc: parênquima cortical; **G** - detalhe de feixe vascular ocorrente no cilindro vascular, em secção transversal; f: floema; fb: fibra; p: parênquima; x: xilema.

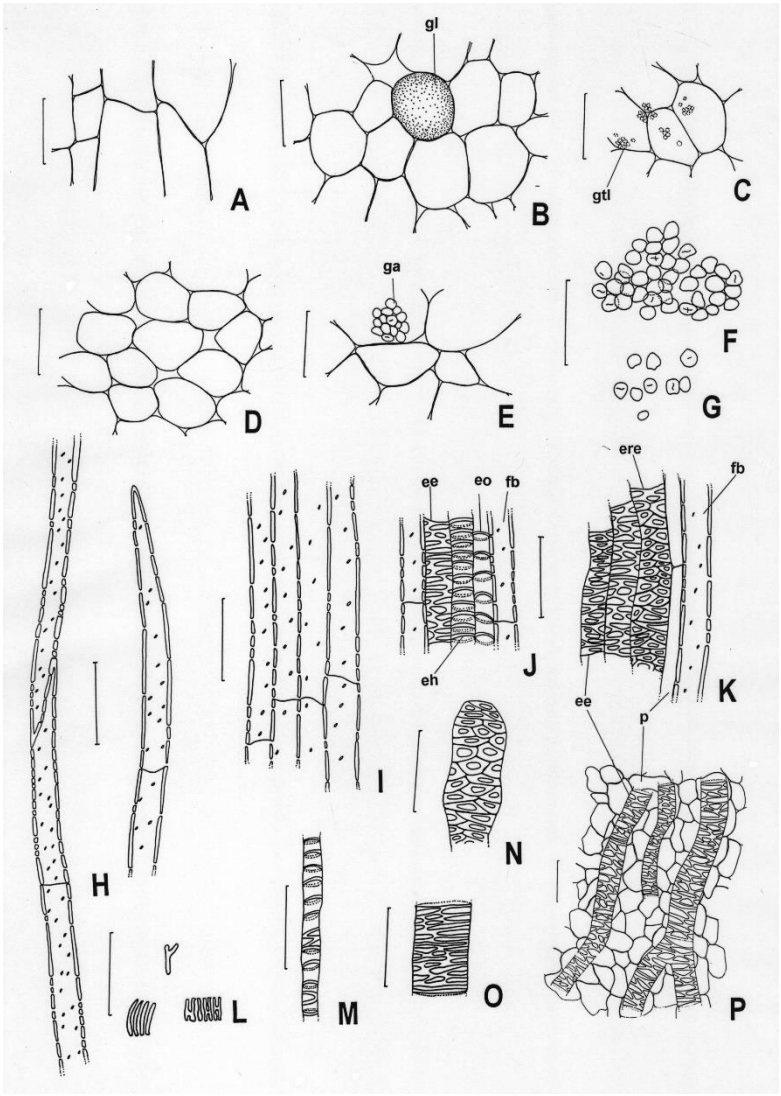



**Figura 4 - Aspectos microscópicos do pó de *Zingiber officinale* Roscoe.**

As escalas correspondem em **A** a **P** a 100 µm.

**A -** porção de periderme em vista frontal; **B** - porção de parênquima com gota lipídica, em secção transversal; gl: gota lipídica; **C** - porção de parênquima com gotículas lipídicas, em secção transversal; gtl: gotículas lipídicas; **D** - porção de parênquima, em secção transversal; **E** - porção de parênquima com grãos de amido, em secção transversal; ga. grão de amido; **F** - grãos de amido agrupados; **G** - grãos de amido isolados; **H** - porções de fibras isoladas, em secção longitudinal; **I** - porção de agrupamento de fibras, em secção longitudinal; **J** - porção de xilema, em secção longitudinal; ee: porção de elemento de vaso com espessamento escalariforme; eh: porção de elemento de vaso com espessamento helicoidal; eo: porção de elemento de vaso com espessamento anelado; fb. porção de fibra; **K** - porção de xilema, em secção longitudinal; ee: porção de elemento de vaso com espessamento escalariforme; ere: porção de elemento de vaso com espessamento reticulado; fb: porção de fibra; p. porção de parênquima; **L** - fragmentos isolados de espessamentos parietais; **M** - porção de elemento traqueal com espessamento anelado, em secção longitudinal; **N** - porção de elemento traqueal com espessamento reticulado, em secção longitudinal; **O** - porção de elemento traqueal com espessamento escalariforme, em secção longitudinal; **P** - porção de parênquima e elementos vasculares, em secção longitudinal; p. parênquima; ee: elemento de vaso com espessamento escalariforme.

# GOIABEIRA, folha
## *Guajavae folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas de *Psidium guajava* L., contendo, no mínimo 8,0% de polifenóis totais e, no mínimo, 0,3% de derivados glicosilados de quercetina calculados como quercetina ($C_{15}H_{10}O_7$, 302,24).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas papiráceo-coriáceas, inteiras, oblongo-elípticas a ovaladas, de 7 a 15 cm de comprimento e 3 a 6 cm de largura; ápice obtuso ou acuminado, base obtusa e margem inteira; áreas translúcidas pouco aparentes; lâminas discolores, face adaxial verde-brilhante e glabrescente e abaxial verde-pálido, com tricomas simples, unicelulares ou bicelulares, mais frequentes na nervura principal, com até 0,5 mm de comprimento, raramente distribuídos em toda lâmina. Venação do tipo camptódroma-broquidódroma; nervuras principal e secundárias evidentes na face abaxial, impressas na face adaxial, as secundárias em número de 11 a 20 pares, mais ou menos paralelas entre si, formando um ângulo de 45° a 60° com a principal, terminando em uma nervura paralela ao bordo da lâmina, mais evidente na face abaxial. Pecíolo de 0,5 a 0,7 cm de comprimento.

**B.** Descrição microscópica

Lâmina com simetria dorsiventral, hipoestomática; estômatos anomocíticos. A epiderme, em vista frontal, apresenta células de paredes periclinais retilíneo-poligonais. Em secção transversal, a cutícula é espessa e a epiderme voltada para a face adaxial é pluriestratificada, com três a cinco camadas, sendo a mais externa formada por células muito menores do que as demais; a epiderme voltada para a face abaxial é uniestratificada, com um grande número de estômatos, geralmente projetados em relação às demais células e tricomas tectores simples, unicelulares ou bicelulares; as células epidérmicas podem conter cristais. Cavidades secretoras são encontradas na epiderme pluriestratificada, chegando até as primeiras camadas do parênquima paliçádico. O mesofilo é compacto, formado por um parênquima paliçádico de duas a quatro camadas de células alongadas e três a seis camadas de células menores; suas células contêm gotas lipídicas e grãos de amido; cavidades secretoras e idioblastos com cristais de oxalato de cálcio também ocorrem nesse parênquima. A nervura principal é do tipo bicolateral, em arco aberto; o xilema organiza-se em raios com até 10 elementos; o floema externo é mais desenvolvido e possui maior quantidade de cristais do que o floema interno; pequenas cavidades secretoras são encontradas no floema; células contendo discretos grãos de amido envolvem o floema externo; compostos fenólicos ocorrem no parênquima do feixe vascular. O parênquima caracteriza-se por conter consideráveis espaços intercelulares, cavidades secretoras, idioblastos cristalíferos (drusas, prismas, monocristais, cristais romboédricos, pequenos cristais agrupados, etc.), células com gotas lipídicas e/ou cloroplastídios, assim como grande quantidade de células contendo compostos fenólicos. O colênquima é do tipo angular e é restrito à face abaxial, sendo formado por três ou geralmente quatro (raramente cinco) camadas de células, podendo apresentar cloroplastídios, cristais, compostos fenólicos e gotas lipídicas.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: fragmentos de lâminas foliares com pontos translúcidos dispersos; fragmentos de lâminas foliares com restos de epiderme uniestratificada e de parênquima paliçádico; fragmentos de epiderme pluriestratificada, com ou sem cristais, acompanhada ou não por parênquima paliçádico; fragmentos de lâmina com cavidades secretoras esparsas; restos de cavidades secretoras; porções de lâmina com células epidérmicas de contorno retilíneo, com ou sem gotas lipídicas; fragmentos de epiderme acompanhada de colênquima; tricomas unicelulares e a inserção deles; raros tricomas bicelulares; epiderme com numerosos estômatos anomocíticos, com projeção evidente ou não; células do parênquima paliçádico compactas, com ou sem cloroplastídios, geralmente agrupadas; porções de nervuras com células epidérmicas retangulares e alongadas; elementos traqueais com espessamento helicoidal; cristais de diferentes formas, conforme descrição microscópica, isolados ou inseridos em distintos tecidos.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico, água e ácido fórmico (20:2,7:2:0,2).

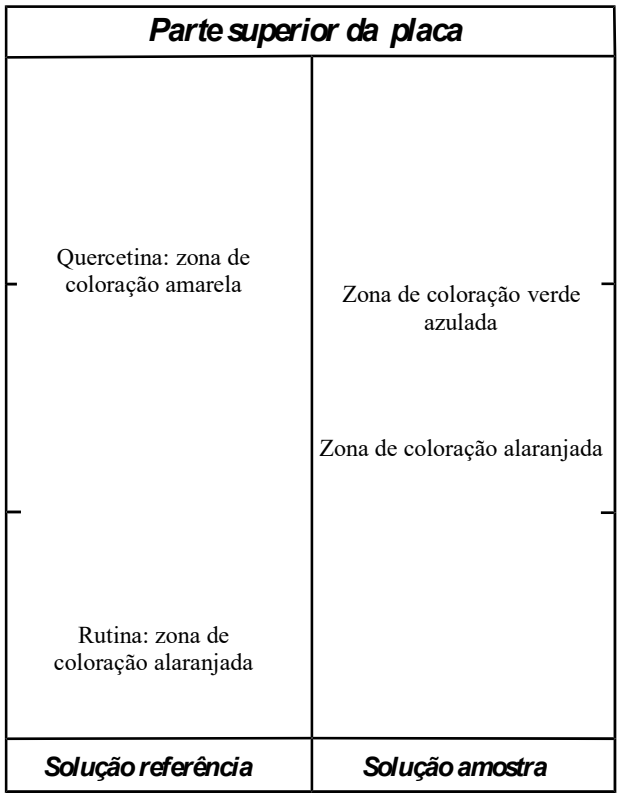
*Solução amostra*: transferir 0,2 g da droga pulverizada (355 µm) **(5.2.11)** com 10 mL de álcool metílico para balão de fundo redondo de 50 mL. Aquecer em banho-maria, sob refluxo, durante 15 minutos. Resfriar e filtrar. Evaporar o solvente em banho-maria. Suspender o resíduo em 2 mL de álcool metílico.

*Solução referência (1)*: preparar solução contendo 500 µg/mL de rutina em álcool metílico.

*Solução referência (2):* preparar solução contendo 100 µg/mL de quercetina em álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 5 µL da *Solução amostra*, 5 µL da *Solução referência (1)* e 5 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, a *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




**E.** Proceder conforme descrito em *Doseamento* de *flavonoides totais expressos em quercetina*, alterando, o fluxo da *Fase móvel* para 0,5 mL/minuto, e, os seguintes parâmetros:

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 3 | 85 → 55 | 15 → 45 | gradiente linear |
| 3 - 8 | 55 | 45 | isocrática |
| 8 - 15 | 55 → 45 | 45 → 55 | gradiente linear |
| 15 - 25 | 45 → 35 | 55 → 65 | gradiente linear |
| 25 - 27 | 35 → 0 | 65 → 100 | gradiente linear |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,2 g da droga vegetal seca e pulverizada (355 µm) **(5.2.11)** em balão de fundo redondo de 50 mL. Adicionar 10 mL de álcool metílico e levar ao aquecimento em banho-maria, sob refluxo, em temperatura entre 80 °C e 90 °C, durante 15 minutos. Filtrar o conteúdo, utilizando algodão. Diluir 1 mL do filtrado em 1 mL da *Fase móvel* inicial.

*Procedimento*: injetar 10 µL da *Solução amostra.*

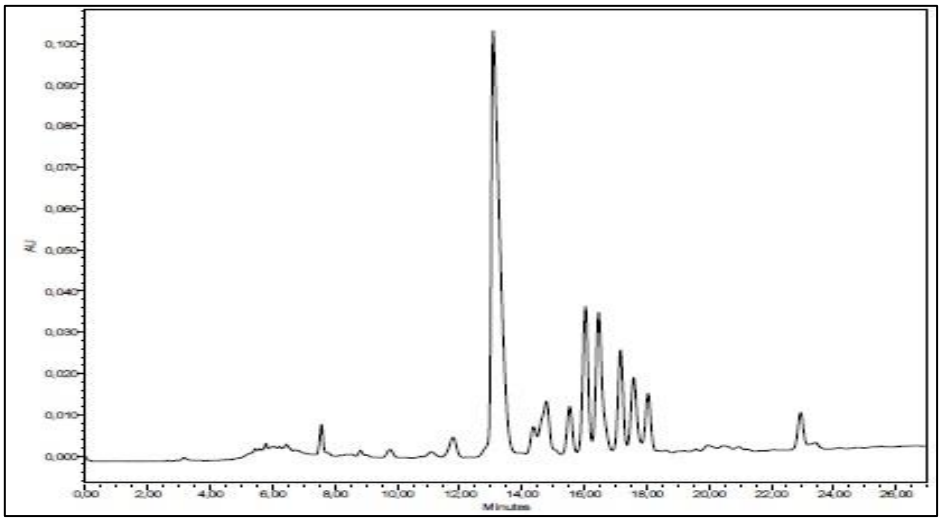



**Figura 1– Perfil ilustrativo do extrato metanólico das folhas de *Psidium guajava* L.**

TESTES

**Água (5.2.20.2)**. *Método azeotrópico*. No máximo 12,0%.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 9,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Polifenóis totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,75 g da droga pulverizada (355 µm) **(5.2.11)**, transferir, quantitativamente, para balão de fundo redondo de 250 mL e adicionar 150 mL de água. Aquecer em banho-maria, sob refluxo, à temperatura entre 80 °C e 90 °C durante 30 minutos. Resfriar em água corrente, transferir a mistura para balão volumétrico de 250 mL e completar o volume com água. Deixar sedimentar. Filtrar em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado. O restante do filtrado constituirá a *Solução estoque*.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir 5 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Misturar 5 mL dessa solução com 2 mL do reagente ácido fosfotúngstico SR, diluir em balão volumétrico de 50 mL com carbonato de sódio SR e homogeneizar.

Determinar a absorvância em 715 nm ($A_a$), exatamente três minutos após a adição do último reagente, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver 50 mg de pirogalol em água, transferir para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água. Diluir 5 mL desta solução em balão volumétrico de 100 mL com água. Misturar 5 mL desta solução com 2 mL do reagente ácido fosfotúngstico SR e diluir em balão volumétrico de 50 mL com carbonato de sódio SR. Determinar a absorvância em 715 nm ($A_r$), exatamente três minutos após a adição do último reagente e dentro de 15 minutos contados da dissolução do pirogalol, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de polifenóis totais expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$PT = \frac{A_a \times m_r \times 62{,}5}{A_r \times m_a}$$

em que,

PT = teor de polifenóis totais expressos em pirogalol % (p/p);
$m_a$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado;
$A_a$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_r$ = absorvância medida para a *Solução referência*; e
$m_r$ = massa em gramas, de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

**Flavonoides totais expressos em quercetina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 371 nm; coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm), mantida à temperatura de (22 ± 2) °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,0 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido fórmico (100:0,1).

*Eluente (B)*: álcool metílico.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 – 3 | 60 | 40 | isocrática |
| 3 – 15 | 60 → 0 | 40 → 100 | gradiente linear |
| 15 – 16 | 0 → 60 | 100 → 40 | gradiente linear |
| 16 – 21 | 60 | 40 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,1 g da droga vegetal seca e pulverizada (355 µm) **(5.2.11)** em balão de fundo redondo de 100 mL. Adicionar 20 mL de álcool metílico a 70% (v/v), 1 mL de ácido clorídrico e levar ao aquecimento em banho-maria, sob refluxo, em temperatura entre 80 °C e 90 °C, durante 30 minutos. Filtrar utilizando algodão para outro balão de fundo redondo de 100 mL. Retornar para o primeiro balão o resíduo insolúvel, junto com o algodão, e adicionar 20 mL de álcool metílico a 70%. Proceder ao aquecimento nas mesmas condições já realizadas, durante 10 minutos. Filtrar novamente para o balão de fundo redondo que contém o primeiro filtrado. Repetir mais uma vez esse processo. Após, reduzir o volume, a vácuo, até 10 mL, transferir o volume para funil de separação. Realizar a extração da amostra com 10 mL de acetato de etila. Filtrar a fase orgânica em papel de filtro contendo sulfato de sódio anidro, para um novo balão de fundo redondo de 100 mL. Realizar esse processo de extração mais quatro vezes, totalizando 50 mL. Evaporar a fase orgânica obtida até obter resíduo totalmente seco. Suspender o resíduo com álcool metílico e diluir em balão volumétrico de 5 mL. Transferir, quantitativamente, 2,5 mL dessa solução para balão volumétrico de 5 mL e completar o volume com álcool metílico a 50% (v/v). Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de quercetina em álcool metílico para obter solução a 1 mg/mL. Diluir a solução com álcool metílico a 50% (v/v) para obter solução com concentração de 0,038 mg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir a área sob o pico referente à quercetina. O tempo de retenção médio é de aproximadamente nove minutos. Calcular o teor de quercetina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TQ} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a \times 10 \times 100}{\mathrm{A}_r \times m}$$

em que,

TQ = teor de quercetina % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à quercetina na *Solução referência*;
$A_a$ = área sob o pico correspondente à quercetina na *Solução amostra*; e
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

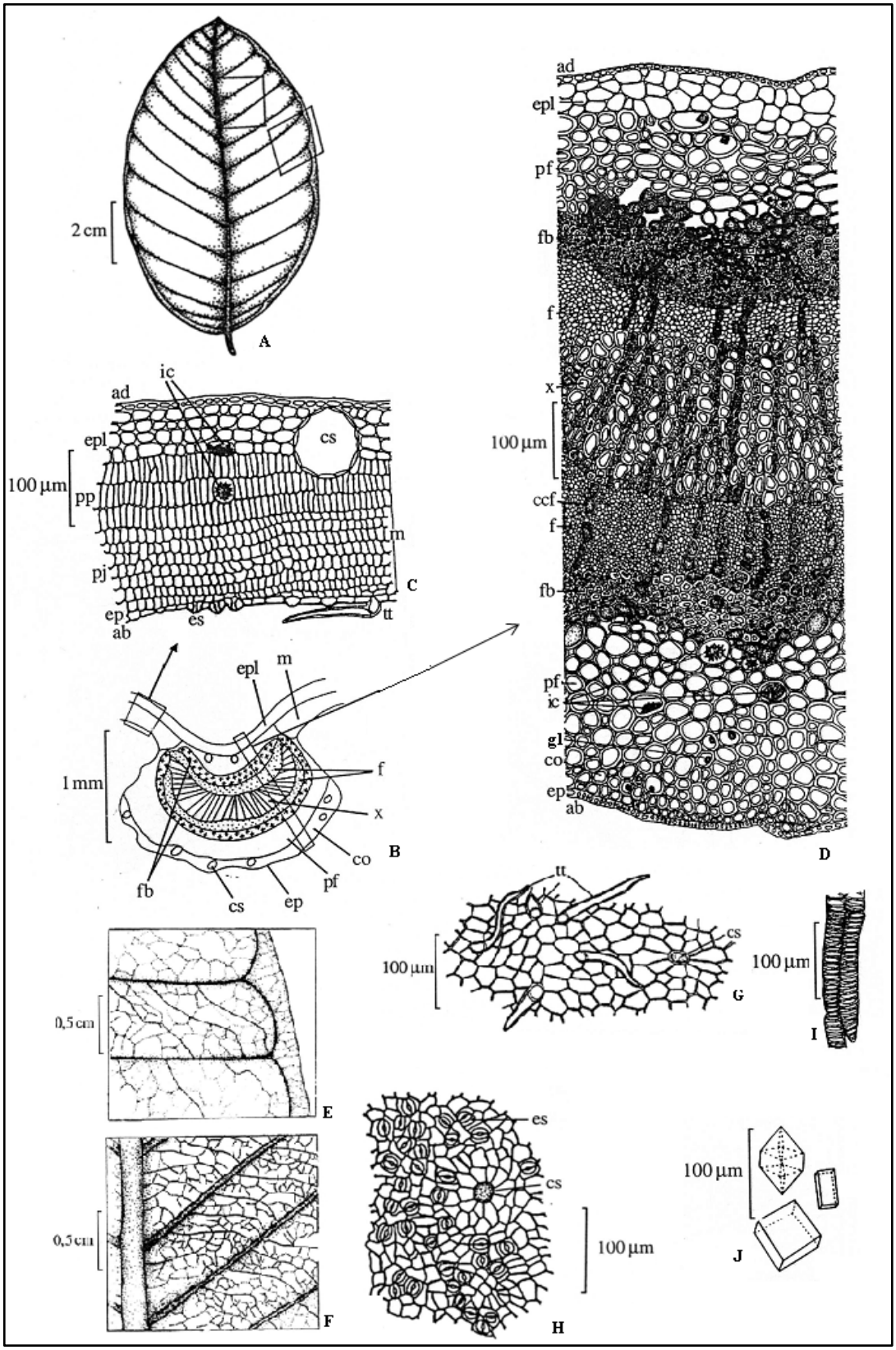



**Figura 2 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Psidium guajava* L.**

As escalas correspondem: em A a 2 cm, B a 1 mm, E e F a 0,5 cm, C, D, G até J a 100 µm.

**A** - aspecto geral da face adaxial da folha. **B** - esquema do aspecto geral da nervura principal, em secção transversal; cavidade secretora (cs); colênquima angular (co); epiderme (ep); epiderme pluriestratificada (epl); floema (f); fibras (fb); mesofilo (m); parênquima fundamental (pf); xilema (x). **C** - detalhe de uma porção do mesofilo foliar em secção transversal conforme assinalado em B; face abaxial (ab); face adaxial (ad); cavidade secretora (cs); epiderme (ep); epiderme pluriestratificada (epl); estômato (es); idioblasto cristalífero (ic); mesofilo (m); parênquima esponjoso (pj);

parênquima paliçádico (pp); tricoma tector (tt). **D** - detalhe de uma porção da nervura principal, em secção transversal, conforme assinalado em B; face abaxial (ab); face adaxial (ad); células contendo compostos fenólicos (ccf); colênquima (co); epiderme pluriestratificada (epl); floema (f); fibras (fb); idioblasto cristalífero (ic); gotas lipídicas (gl); parênquima fundamental (pf); xilema (x). **E** - detalhe da nervação da face adaxial de um segmento foliar, na região mediana, em vista frontal (indicado em A); **F** - detalhe da nervação da face abaxial de um segmento foliar, na região do bordo, em vista frontal (indicado em A). **G-J**. Detalhes observados no pó. **G** - vista frontal da face adaxial da epiderme da lâmina foliar; cavidade secretora (cs); tricoma tector (tt). **H** - vista frontal da face abaxial da epiderme da lâmina foliar; cavidade secretora (cs); estômato (es). **I** - detalhe de elementos traqueais com espessamento do tipo helicoidal. **J** - detalhe de alguns tipos de cristais de oxalato de cálcio.

# GUACO-CHEIROSO, folha
## *Mikania laevigatae folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas de *Mikania laevigata* Sch.Bip. ex Baker, contendo, no mínimo, 0,15% de cumarina ($C_9H_6O_2$, 146,15).

CARACTERÍSTICAS

As folhas possuem forte odor de cumarina.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas glabras a olho nu, coriáceas, escuras quando secas. Lâmina foliar com 6 a 15 cm de comprimento e 4 a 6,5 cm de largura, ovalada a ovalado-lanceolada, levemente assimétrica; base atenuada, ápice acuminado e margem inteira a sinuosa, com um ou poucos dentes laterais ou sem dentes; bordo revoluto. Venação actinódroma, com três nervuras evidentes ao longo da lâmina, as laterais formando um arco e unindo-se à principal na porção apical; podem ocorrer mais duas nervuras próximas à porção basal, acompanhando o bordo da lâmina. Pecíolo de 1,4 a 4,5 cm de comprimento, quase cilíndrico, sulcado na face adaxial. Difere de *Mikania glomerata* Spreng. pelo forte odor de cumarina e pela forma das folhas. A lâmina foliar de *Mikania laevigata* possui maior comprimento do que largura, a base não é hastada e os dentes laterais, quando presentes, são pouco evidentes, enquanto que em *Mikania glomerata* as medidas de comprimento e largura são muito próximas, a base da lâmina é hastada e os dentes laterais são muito evidentes.

**B.** Descrição microscópica

A lâmina foliar é hipoestomática e de simetria dorsiventral. Em vista frontal, as paredes anticlinais das células epidérmicas são sinuosas e espessas; os estômatos são anisocíticos e anomocíticos; corpos silicosos e tricomas glandulares unisseriados, curvos, formados por cerca de seis células, além de tricomas glandulares capitados, pluricelulares e bisseriados, ocorrem em maior densidade na face abaxial. Em secção transversal, a cutícula é fina e lisa e a epiderme apresenta uma ou duas camadas de células; os estômatos localizam-se no mesmo nível das células epidérmicas; os tricomas ocorrem em depressões epidérmicas. O parênquima paliçádico possui uma a quatro camadas de células com grande quantidade de gotas lipídicas; o parênquima esponjoso é constituído por seis a doze camadas. Canais secretores, de tamanhos variados e delimitados por células achatadas, dispõem-se junto aos feixes vasculares. Na região do bordo foliar, onde ocorre colênquima angular formado por três ou quatro camadas, o mesofilo é homogêneo e ocorrem corpos silicosos. A nervura principal, em secção transversal é biconvexa, com proeminência cuneada na face adaxial e arredondada na face abaxial, com cutícula mais espessa e células epidérmicas de menores dimensões. O colênquima angular ocorre em ambas as faces, sendo que algumas de suas células apresentam conteúdo pardo. O sistema vascular é constituído por três a oito feixes do tipo colateral, livres, em arco aberto; são visíveis canais secretores; o floema possui uma calota de fibras bem desenvolvida e o xilema é formado por duas a oito fileiras de elementos traqueais. O parênquima voltado para a face abaxial apresenta esclereídes isolados. Gotas lipídicas e grãos de amido ocorrem em todos os parênquimas. O pecíolo, em secção transversal, apresenta cutícula com as mesmas características da região da nervura principal e epiderme uniestratificada, seguida de colênquima angular, formado por até dez camadas e parênquima com grande quantidade de esclereídes; canais secretores ocorrem próximos aos feixes vasculares; grãos de amido e gotas lipídicas ocorrem no parênquima. O sistema vascular tem organização semelhante ao da nervura principal, com maior número de feixes, em U.

**C.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$.

*Fase móvel*: tolueno e éter etílico (1:1).

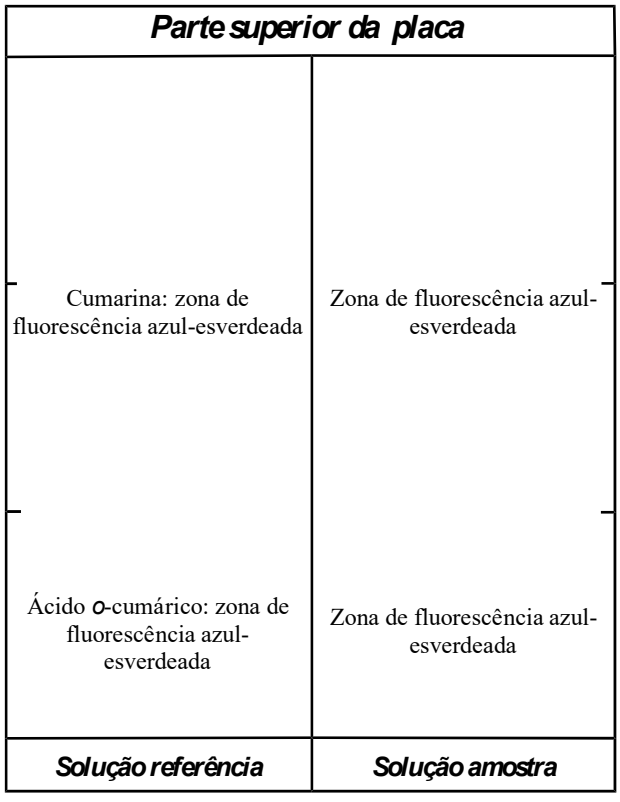
*Solução amostra*: agitar 0,1 g da droga em 3 mL de álcool etílico durante 10 minutos. Filtrar o extrato.

*Solução referência*: preparar uma solução contendo 25 µg/mL de cumarina e 1 mg/mL de ácido *o*-cumárico em álcool metílico.

*Revelador*: dissolver 10 g de hidróxido de potássio em 100 mL de álcool etílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Saturar a cuba com ácido acético glacial. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar com o *Revelador*. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 13,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 16,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Cumarina**

Proceder conforme descrito em C*romatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 275 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 150 mm de comprimento e 3,9 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (4 µm), fluxo da *Fase móvel* de 0,5 mL/minuto. Sistema isocrático.

*Fase móvel*: água e álcool metílico (53:47).

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,100 g da droga seca e pulverizada (500) **(5.2.11)** e transferir, quantitativamente, para balão de fundo redondo. Adicionar 10 mL de álcool etílico a 50% (v/v) e aquecer em banho-maria a temperatura de 90 °C, sob refluxo, durante 30 minutos. Após resfriamento, filtrar o extrato em algodão para balão volumétrico de 25 mL. Extrair o resíduo da droga no balão e no algodão com 10 mL de álcool etílico a 50% (v/v), e, aquecer, sob refluxo, durante 10 minutos. Após resfriamento, reunir todos os extratos no balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com álcool etílico a 50% (v/v). Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de cumarina em álcool metílico para obter a concentração de 10 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Calcular o teor de cumarina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TC} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a \times 25 \times 100}{\mathrm{A}_r \times m}$$

em que,

TC = teor de cumarina % (p/p);
$C_r$= concentração da *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$= área sob o pico correspondente à cumarina na *Solução referência*;
$A_a$= área sob o pico correspondente à cumarina na *Solução amostra*; e
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

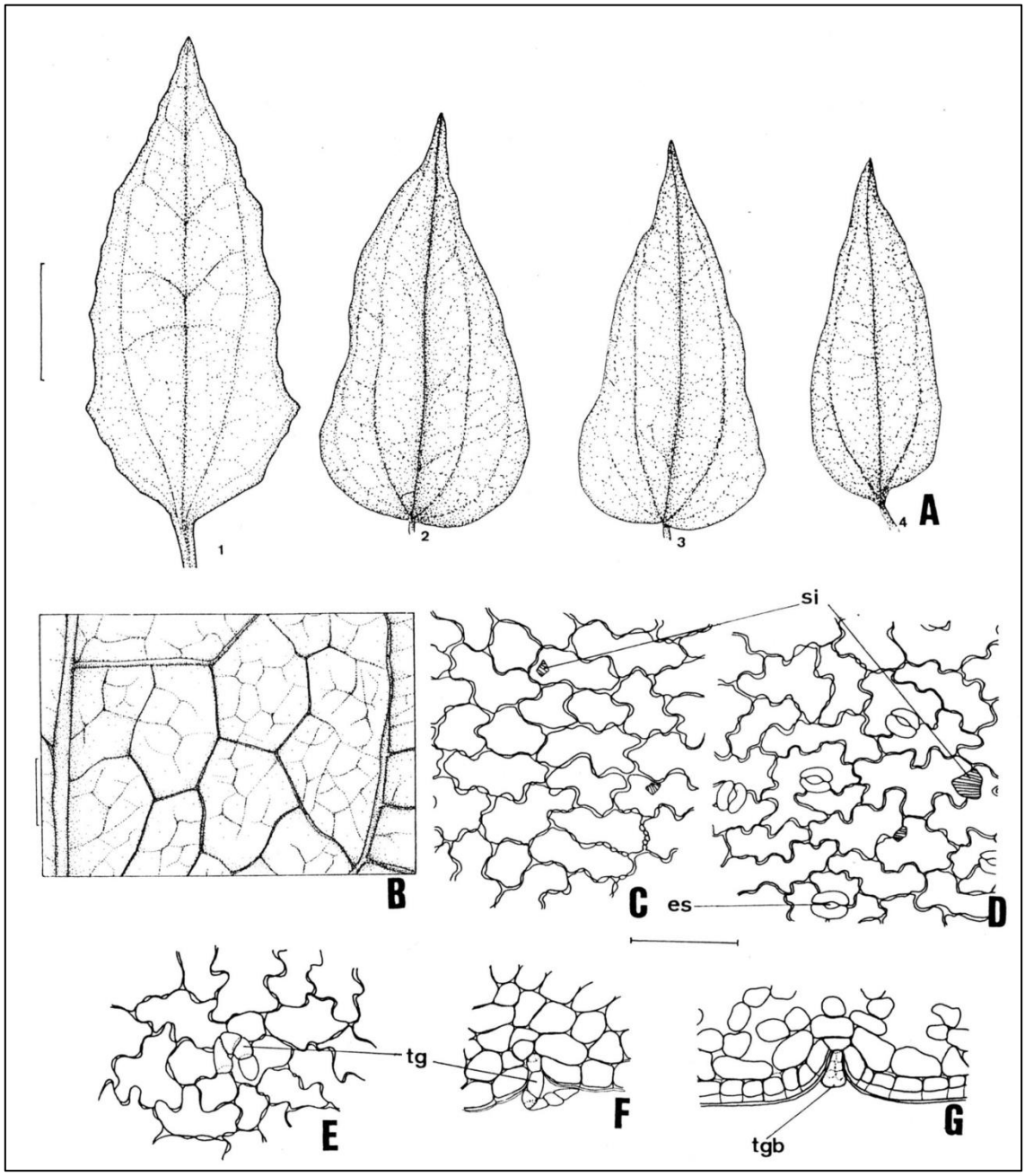



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos e da microscopia do pó em *Mikania laevigata* Sch.Bip. ex Baker**

As escalas correspondem: em **A** a 3 cm; em **B** a 2 mm; em **C, D, E, F** e **G** a 100 μm.
**A** - aspectos gerais de folhas, mostrando assimetria da lâmina; **A1** - folha de margem sinuosa com alguns dentes nos bordos da lâmina; **A2** - folha com lâmina de base mais alargada, bordo liso e ápice mais estreito; **A3** - folha com lâmina evidenciando um dente basal; **A4** - folha característica das porções apicais dos ramos, com lâmina de base estreita e bordo liso. **B** - porção da lâmina foliar mostrando detalhe da venação, em vista abaxial. **C** - detalhe da epiderme voltada para a face adaxial da lâmina foliar, em vista frontal. **D** - detalhe da epiderme voltada para a face abaxial da lâmina foliar, em vista frontal; estômato (es); corpo silicoso (si). **E** - detalhe da epiderme voltada para a face abaxial da lâmina foliar, em vista frontal, com um tricoma; tricoma glandular (tg). **F -** detalhe de porção da região da nervura principal, voltada para a face abaxial, em secção transversal, com um tricoma glandular; tricoma glandular (tg). **G** - detalhe de porção do mesofilo, voltado para a face abaxial, em secção transversal, mostrando tricoma glandular bisseriado (tg).

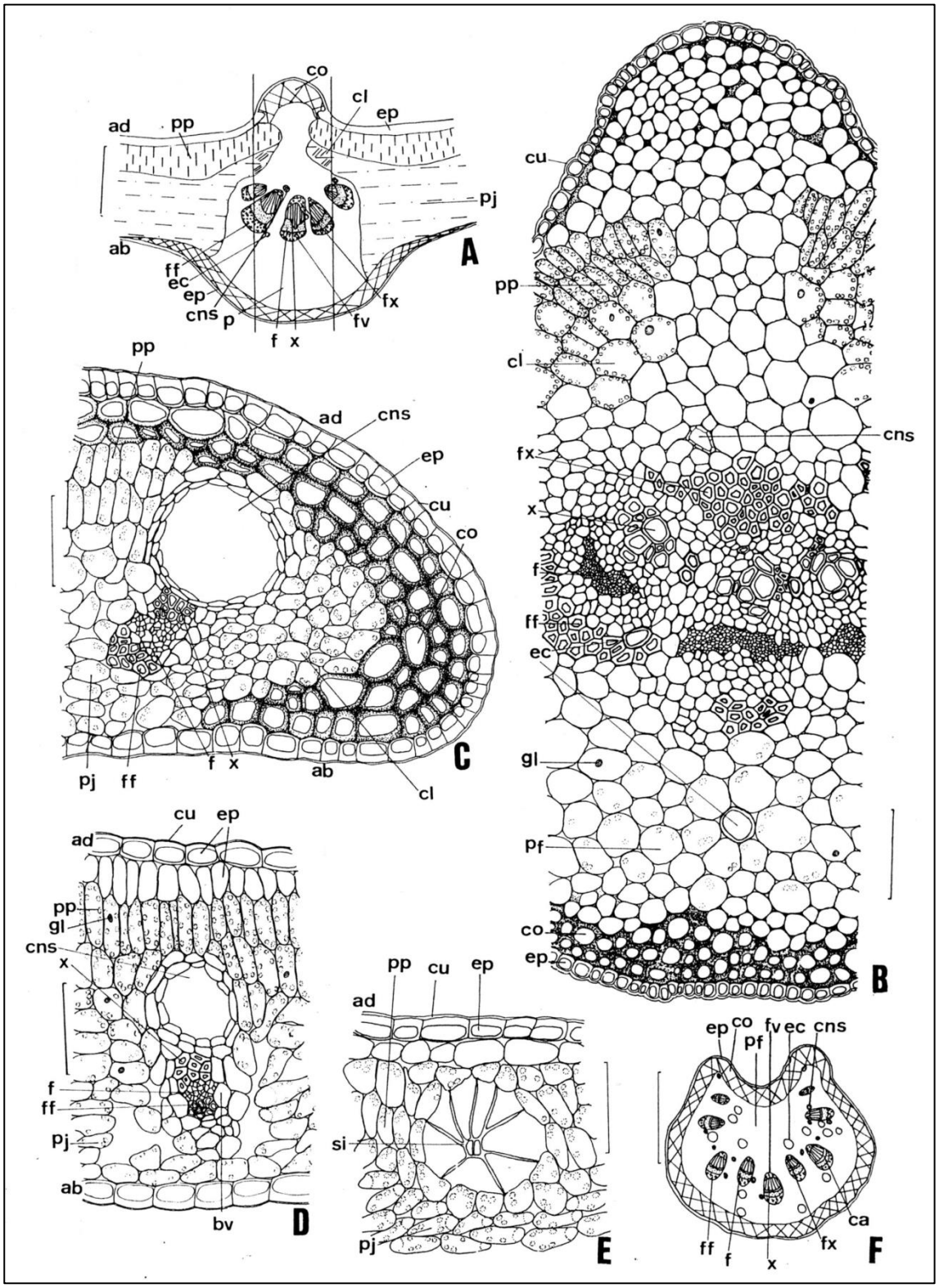



**Figura 2 – Aspectos microscópicos em *Mikania laevigata* Sch.Bip. ex Baker**

As escalas correspondem: em **A** a 300 μm; em **B, C, D** e **E** a 100 μm; em **F** a 1 mm.

**A -** esquema de porção da lâmina foliar, na região da nervura principal, em secção transversal; face abaxial (ab); face adaxial (ad); clorênquima (cl); colênquima (co); canal secretor (cns); epiderme (ep); esclereíde (ec); floema (f); fibras do floema (ff); feixe vascular (fv); fibras do xilema (fx); parênquima fundamental (pf); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); xilema (x). **B -** detalhe da secção transversal da nervura principal, como indicado em **A**; clorênquima (cl); colênquima (co); canal secretor (cns); cutícula (cu); esclereíde (ec); epiderme (ep); floema (f); fibras do floema (ff); fibras do xilema (fx); gota lipídica (gl); parênquima (p); parênquima paliçádico (pp); xilema (x). **C** - detalhe da região do bordo da lâmina foliar, em secção transversal; face abaxial (ab); face adaxial (ad); clorênquima (cl); canal secretor (cns); colênquima (co); cutícula (cu); epiderme (ep); floema (f); fibras do floema (ff); parênquima esponjoso (pj);

parênquima paliçádico (pp); xilema (x). **D** - detalhe de porção do mesofilo em secção transversal; face abaxial (ab); face adaxial (ad); bainha vascular (bv); canal secretor (cns); cutícula (cu); epiderme (ep); floema (f); fibras do floema (ff); gota lipídica (gl); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); xilema (x). **E -** detalhe de porção do mesofilo em secção transversal, mostrando corpo silicoso; face adaxial (ad); cutícula (cu); epiderme (ep); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); corpo silicoso (si). **F** - aspecto geral da secção transversal do pecíolo; câmbio fascicular (ca); canal secretor (cns); colênquima (co); esclereíde (ec); epiderme (ep); floema (f); fibras do floema (ff); feixe vascular (fv); fibras do xilema (fx); parênquima fundamental (pf); xilema (x).

# GUARANÁ, semente
## *Paulliniae semen*

A droga vegetal consiste de sementes secas, desprovidas de arilo e tegumento (casquilho) de *Paullinia cupana* Kunth, contendo, no mínimo, 4,0% de taninos totais, no mínimo, 5,0% de metilxantinas, e, no mínimo, 3,5% de cafeína ($C_8H_{10}N_4O_2$, 194,19).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

A semente é globosa, quando única no fruto, ou subglobosa a elipsoide e levemente comprimida lateralmente, quando duas ou três no fruto, desigualmente convexas nos dois lados, geralmente apresentando uma curta projeção apical. Em regra, tem 0,6 a 0,8 cm de diâmetro e é coberta por um tegumento, denominado de casquilho, que deve ser descartado. A semente sem o tegumento é exalbuminada e contém dois grandes cotilédones carnosos, espessos e firmes, desiguais, plano-convexos, de coloração castanho-escura. A cicatriz do arilo mantem-se nos cotilédones e é enegrecida. O embrião é pouco desenvolvido e possui um curto eixo radículo-caulinar inferior.

**B.** Descrição microscópica

Os cotilédones apresentam externamente uma epiderme unisseriada, formada por células alongadas tangencialmente, seguida por um parênquima cotiledonar de células arredondadas ou arredondado-poliédricas, de 40 a 80 µm de diâmetro. Contêm grãos de amido simples e compostos, de formas variadas, globosos, poligonais, ovalados ou elípticos, de 10 a 25 µm de diâmetro. O hilo é central e por vezes ramificado. A maioria dos grãos encontra-se aglutinada e deformada devido ao aquecimento durante a dessecação.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanho-clara a castanho-avermelhada; porções de células do parênquima cotiledonar, em geral isodiamétricas, amareladas, com ou sem massas de grãos de amido aglutinados; grãos de amido isolados, com hilo central; massas de grãos de amido aglutinados. Fragmentos do tegumento, quando presentes até o limite permitido, formados por células em paliçada de paredes muito espessas e pouco pontoadas, sinuosas em vista frontal; células pétreas agrupadas ou isoladas.

**D.** Descrição macroscópica das impurezas

O tegumento, se presente como impureza, denominado de casquilho, apresenta testa brilhante, glabra, castanho-avermelhada ou pardo-negra, com um largo hilo guarnecido de um arilo carnoso, membranoso e esbranquiçado, que cobre a semente até, no máximo, sua porção mediana. Na ocasião da coleta ou dessecação, o arilo é retirado, deixando uma cicatriz de coloração parda-creme opaca, em forma de cúpula, que ocupa até 1/3 do eixo longitudinal da semente. Na dessecação, o tegumento torna-se quebradiço e separa-se facilmente dos cotilédones.

**E.** Descrição microscópica das impurezas

O tegumento, se presente como impureza, apresenta, em secção transversal, uma epiderme formada por grandes células, dispostas em paliçada, de paredes espessas, com poucas pontoações. Essas apresentam paredes sinuosas, em vista frontal. Abaixo da epiderme encontram-se várias camadas de

um parênquima com células irregularmente espessadas, de aparência parda. Ocorrem numerosas células pétreas, de paredes nitidamente pontoadas.

**Caracterização da presença de taninos**

**F.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

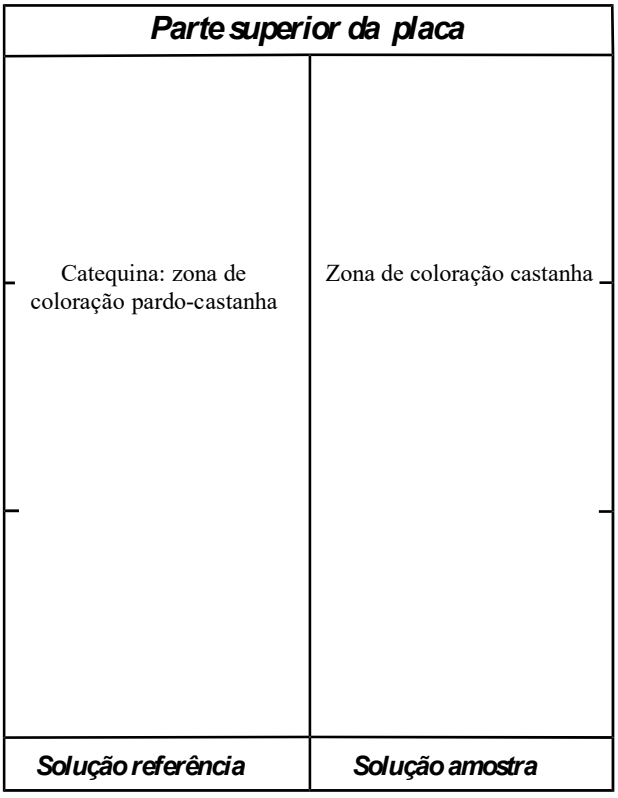
*Fase móvel*: acetato de etila, tolueno e ácido fórmico (70:30:5).

*Solução amostra*: pesar 1 g da droga pulverizada e transferir para balão de fundo redondo. Adicionar 20 mL de água e aquecer, sob refluxo, durante 15 minutos. Filtrar em algodão e concentrar 4 mL do filtrado à secura em banho-maria. Suspender o resíduo em 1 mL de álcool metílico.

*Solução referência*: solução a 1 mg/mL de catequina em álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante três minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




**Caracterização da presença de metilxantinas**

**G**. Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico e água (10:1,4:1).

*Solução amostra*: agitar 1 g da droga em 3 mL de hidróxido de amônio a 25% (v/v) e 40 mL de cloreto de metileno durante 15 minutos. Filtrar e levar à secura uma alíquota de 5 mL, em banho-maria. Suspender o resíduo em 1 mL de álcool metílico e proceder a análise cromatográfica.

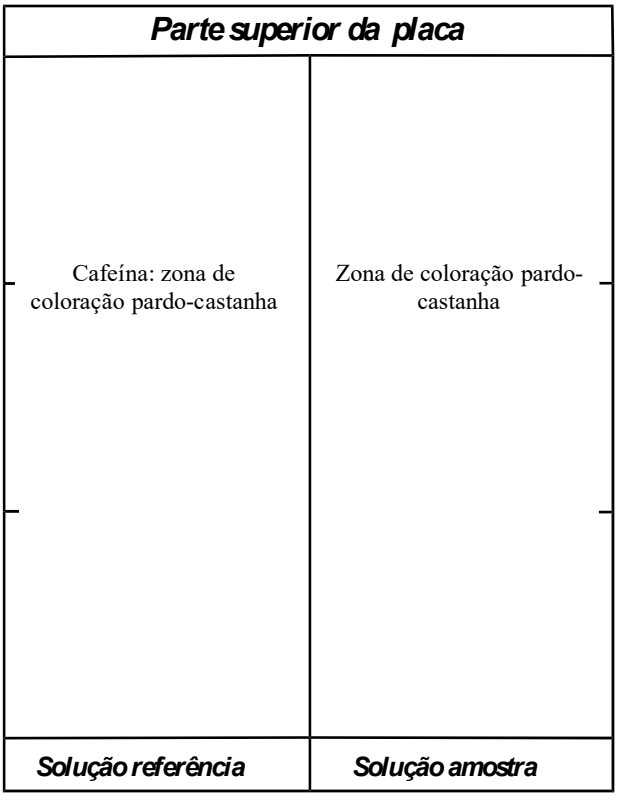
*Solução referência*: solução a 1 mg/mL de cafeína em álcool metílico.

*Revelador (1)*: solução de ácido clorídrico a 25% (v/v) em álcool etílico.

*Revelador (2)*: iodo SR.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 5 a 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com solução de ácido clorídrico a 25% (v/v) em álcool etílico, e, em seguida, com solução de iodo SR.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 12,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 3,0%, incluindo o casquilho.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 2,0%, incluindo o casquilho.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Taninos totais**

***Nota:*** *proteger as amostras da luz durante a extração e a diluição. Utilizar água isenta de dióxido de carbono em todas as operações.*

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,75 g da droga pulverizada (500 μm) **(5.2.11)**, transferir para erlenmeyer e adicionar 150 mL de água. Aquecer até fervura e manter em banho-maria à temperatura de 80 ºC a 90 ºC, durante 30 minutos. Resfriar em água corrente, transferir, quantitativamente, a mistura para balão volumétrico de 250 mL e completar o volume com água. Deixar decantar o sedimento e filtrar em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir 5 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com água. Misturar 5 mL dessa solução com 2 mL do reagente ácido fosfotúngstico SR e diluir em balão volumétrico de 50 mL com carbonato de sódio SR. Determinar a absorvância em 691 nm ($A_1$), exatamente três minutos após a adição do último reagente, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*: adicionar 0,2 g de pó de pele a 20 mL da *Solução estoque* e agitar mecanicamente durante 60 minutos. Filtrar. Diluir 5 mL do filtrado em balão volumétrico de 25 mL com água e homogeneizar. Misturar 5 mL dessa solução com 2 mL do reagente ácido fosfotúngstico SR, diluir em balão volumétrico de 50 mL com carbonato de sódio SR e homogeneizar. Determinar a absorvância da solução em 691 nm ($A_2$), exatamente 3 minutos após a adição do último reagente, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver 50 mg de pirogalol em água, transferir para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Diluir 5 mL dessa solução em balão volumétrico de 100 mL com água e homogeneizar. Misturar 5 mL dessa solução com 2 mL do reagente ácido fosfotúngstico SR, diluir em balão volumétrico de 50 mL com carbonato de sódio SR e homogeneizar. Determinar a absorvância da solução em 691 nm ($A_3$), exatamente 3 minutos após a adição do último reagente e dentro de 15 minutos da dissolução do pirogalol, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de taninos totais, expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TT} = \frac{(\mathrm{A_1} - \mathrm{A_2}) \times m_2 \times 62{,}5}{\mathrm{A_3} \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;
$A_3$ = absorvância medida para a S*olução referência*;
$m_1$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação; e
$m_2$ = massa em gramas, de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

**Metilxantinas**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no ultravioleta* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,25 g da droga pulverizada (500 µm) **(5.2.11)**. Extrair com 20 mL de ácido sulfúrico a 2,5% (v/v), com agitação mecânica, durante 15 minutos. Repetir a extração quatro vezes. Filtrar e transferir para balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com o ácido sulfúrico a 2,5% (v/v) e homogeneizar. Transferir uma alíquota de 1 mL desta solução para balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com ácido sulfúrico a 2,5% (v/v) e homogeneizar.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de cafeína em ácido sulfúrico a 2,5% (v/v) para obter solução a 11 µg/mL.

*Procedimento*: determinar a absorvância da *Solução amostra* e da *Solução referência* em 272 nm, utilizando solução de ácido sulfúrico a 2,5% (v/v) para ajuste do zero. Calcular o teor de metilxantinas, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TM} = \frac{\mathrm{A}_a \times \mathrm{C}_r}{\mathrm{A}_r \times m \times 10}$$

em que,

TM = teor de metilxantinas % (p/p);
$A_a$ = absorvância medida para a *Solução amostra*;
$A_r$ = absorvância medida para a *Solução referência*;
$C_r$ = concentração da *Solução referência* em µg/mL, considerando a pureza da substância de referência; e
$m$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

**Cafeína**

Proceder conforme descrito em C*romatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 272 nm; coluna de 150 mm de comprimento e 3,9 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (4 µm); fluxo da *Fase móvel* de 0,6 mL/minuto. Sistema isocrático.

*Fase móvel*: água, álcool metílico e ácido trifluoracético (70:30:0,005).

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,100 g da droga vegetal seca e pulverizada (500 µm) **(5.2.11)** em balão de fundo redondo. Adicionar 15 mL de álcool etílico a 70% (v/v), levar ao banho-maria a temperatura de 90 °C, sob refluxo, durante 30 minutos. Após resfriamento, filtrar a solução em algodão para balão volumétrico de 25 mL. Extrair novamente o resíduo da droga retida no balão de fundo redondo e no algodão com 10 mL de álcool etílico a 70% (v/v), sob refluxo, durante 10

minutos. Após resfriamento, filtrar para o mesmo balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com álcool etílico a 70% (v/v) e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade pesada, com exatidão, de cafeína em álcool metílico para obter solução a 130 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção médio para o pico da cafeína é de 8 minutos e 30 segundos. Calcular o teor de cafeína, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TC} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a \times 25 \times 100}{\mathrm{A}_r \times m}$$

em que,

TC = teor de cafeína % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_a$ = área sob o pico correspondente à cafeína na *Solução amostra*;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à cafeína na *Solução referência*; e
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

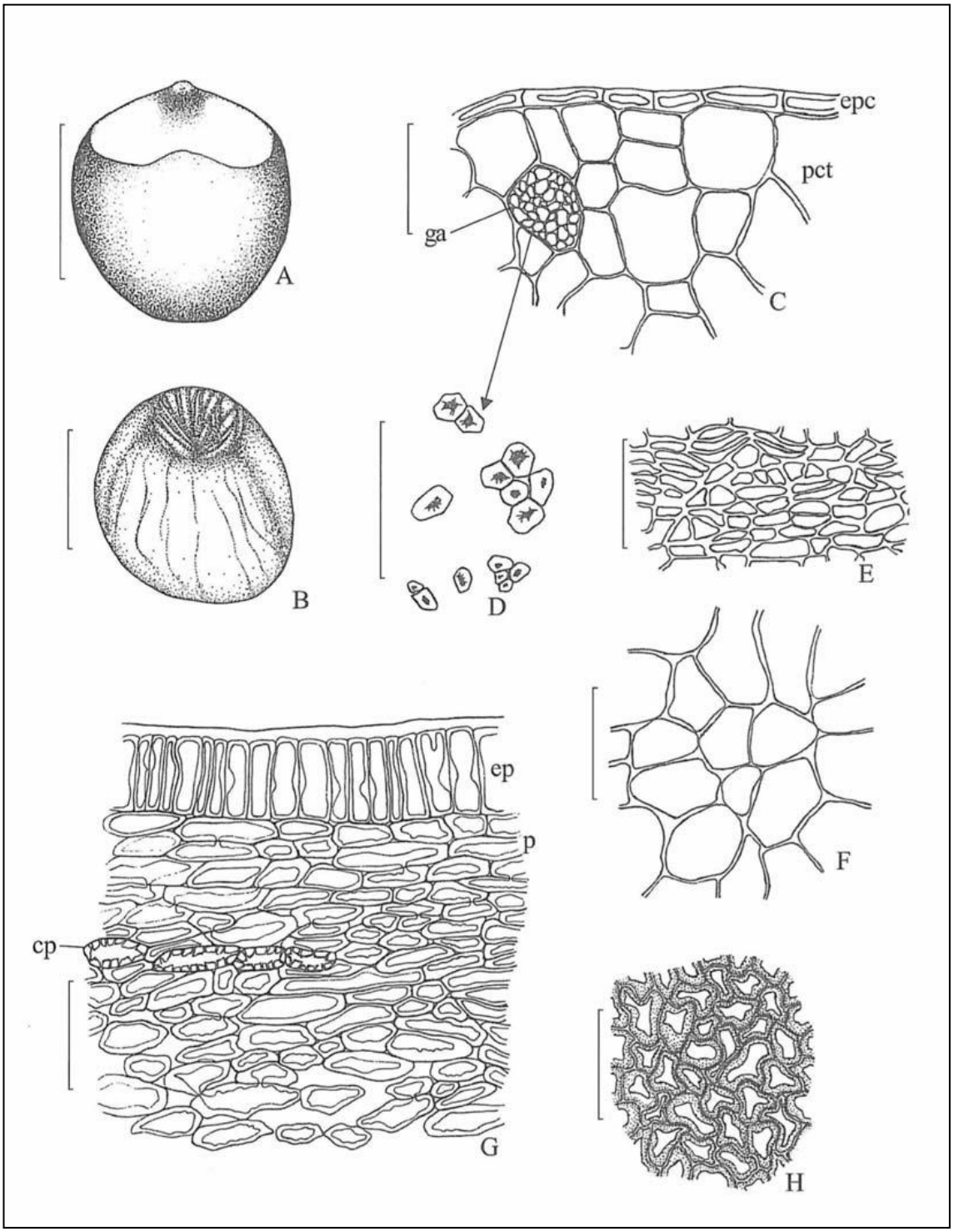



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Paullinia cupana* Kunth**

As escalas correspondem: em A e B (4 mm), em C até H (100 μm).

**A –** aspecto geral da semente. **B –** aspecto geral dos cotilédones. **C –** secção transversal da porção externa de um cotilédone; epiderme cotiledonar (epc); célula contendo grãos de amido (ga); parênquima cotiledonar (pct). **D –** detalhe dos grãos de amido. **E –** células epidérmicas dos cotilédones em vista frontal. **F –** células parenquimáticas dos cotilédones. **G –** detalhe da secção transversal do tegumento da semente; células pétreas (cp); epiderme do tegumento (ep); parênquima (p). **H –** células epidérmicas do tegumento em vista frontal.

# HAMAMELIS, folha
## *Hamamelidis folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas, inteiras ou fragmentadas de *Hamamelis virginiana* L., contendo, no mínimo, 3,0% de taninos, expressos em pirogalol ($C_6H_6O_3$, 126,11).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

A folha é curtamente peciolada, com pecíolo de 1 a 1,5 cm de comprimento. A lâmina foliar é rugosa, apresenta coloração pardo-esverdeada a pardo-acastanhada na face adaxial e verde-clara na face abaxial, mede 7 a 15 cm de comprimento e 6 a 10 cm de largura, é ovalada ou ovalado-romboidal, com base assimetricamente cordada, ápice agudo, algumas vezes obtuso e margem sinuosa, grosseiramente crenada a denteada. A nervação é peninérvea, com nervura principal saliente na face abaxial, nervuras secundárias alternas e retilíneas, terminando nos dentes das margens sem se unirem, nervuras terciárias e quaternárias mais finas e anastomosadas, conferindo aspecto reticulado ao limbo. Folhas jovens com tricomas estrelados, visíveis com lente de aumento.

**B.** Descrição microscópica

A lâmina foliar é hipoestomática e de simetria dorsiventral. A epiderme, em vista frontal, em ambas as faces, apresenta células com paredes periclinais sinuosas, estômatos paracíticos e tricomas estrelados, de paredes espessas. Em secção transversal, a epiderme é uniestratificada em ambas as faces e os estômatos encontram-se no mesmo nível das demais células epidérmicas; a cutícula é delgada. O mesofilo é formado por uma camada de células paliçádicas, voltadas para a face adaxial, seguida por quatro a seis camadas de células de parênquima esponjoso. Astroesclereídes atravessam o mesofilo, podendo alcançar de uma epiderme à outra. Os feixes vasculares de menor calibre e da nervura principal estão envoltos por uma bainha com cristais prismáticos e, geralmente, contêm fibras esclerenquimáticas ou esclereídes associadas aos tecidos vasculares.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração verde-acastanhada; tricomas com paredes espessas e lúmen visível, agrupados pela base formando tufos (tricomas estrelados); fragmentos da face adaxial da epiderme em vista frontal com células de paredes espessas e contorno ondulado a sinuoso; fragmentos da face abaxial da epiderme em vista frontal com células de paredes espessas de contorno reto a ondulado e estômatos do tipo paracítico, principalmente; feixes de fibras esclerenquimáticas septadas, com paredes levemente espessadas e circundadas por uma bainha de idioblastos com cristais prismáticos de oxalato de cálcio e esclereídes; vasos xilemáticos do tipo anelar ou reticulado, associados a fibras lignificadas, bainha de idioblastos com cristais prismáticos e esclereídes, ou cristais e esclereídes isolados; cristais prismáticos de formas variadas; células parenquimáticas com cloroplastídios isolados; fragmentos maiores verde-acastanhados, em vista frontal, mostrando a região das nervuras com cristais prismáticos e o parênquima esponjoso com células de formato irregular e grandes espaços intercelulares.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, tolueno, ácido fórmico e água (6:2:2:1,5).

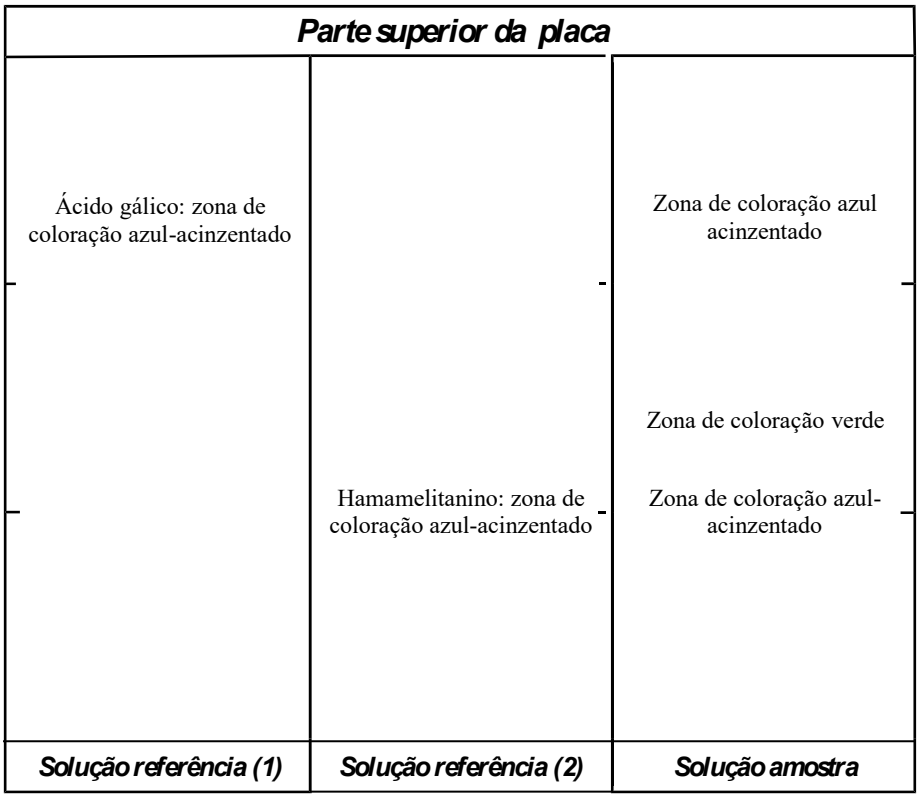
*Solução amostra*: pesar 1 g da droga vegetal, adicionar 10 mL de álcool metílico e levar ao banho-maria durante 10 minutos. Filtrar e secar o extrato em banho-maria até resíduo. Suspender o resíduo em 1 mL de álcool metílico e proceder a análise cromatográfica.

*Solução referência (1)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de ácido gálico em álcool metílico, para obter uma concentração de 1000 µg/mL

*Solução referência (2)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de hamamelitanino em álcool metílico, para obter uma concentração de 1000 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra,* 10 µL da *Solução referência (1)* e 10 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar com solução de cloreto férrico a 1% (p/v) em álcool etílico. Examinar a placa sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1),* a *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 14,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 7,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 7,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 2,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Taninos totais**

***Nota:*** *proteger as amostras da luz durante a extração e a diluição. Utilizar água isenta de dióxido de carbono em todas as operações.*

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,750 g da droga vegetal pulverizada e transferir para béquer de 250 mL. Adicionar 150 mL de água fervente. Levar ao banho-maria durante 30 minutos. Resfriar em água corrente e transferir para balão volumétrico de 250 mL. O resíduo da amostra deve ser lavado e transferido quantitativamente para o balão volumétrico. Completar o volume para 250 mL com água e homogeneizar. Deixar decantar e filtrar em papel de filtro com 125 mm de diâmetro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: diluir 5 mL da *Solução estoque* em balão volumétrico de 25 mL com água. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio SR e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_1$) após 30 minutos, protegido da luz, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*: a 10 mL da *Solução estoque*, adicionar 0,10 g de pó de pele e agitar mecanicamente durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro com 125 mm de diâmetro. Diluir 5 mL desse filtrado em balão volumétrico de 25 mL com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio SR e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_2$) após 30 minutos, protegido da luz, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol em água, em balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio SR e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_3$) após 30 minutos, protegido da luz, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de taninos expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{(A_1 - A_2) \times m_2 \times 62{,}5}{A_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;
$A_3$ = absorvância medida para a *Solução referência*;
$m_1$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
$m_2$ = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

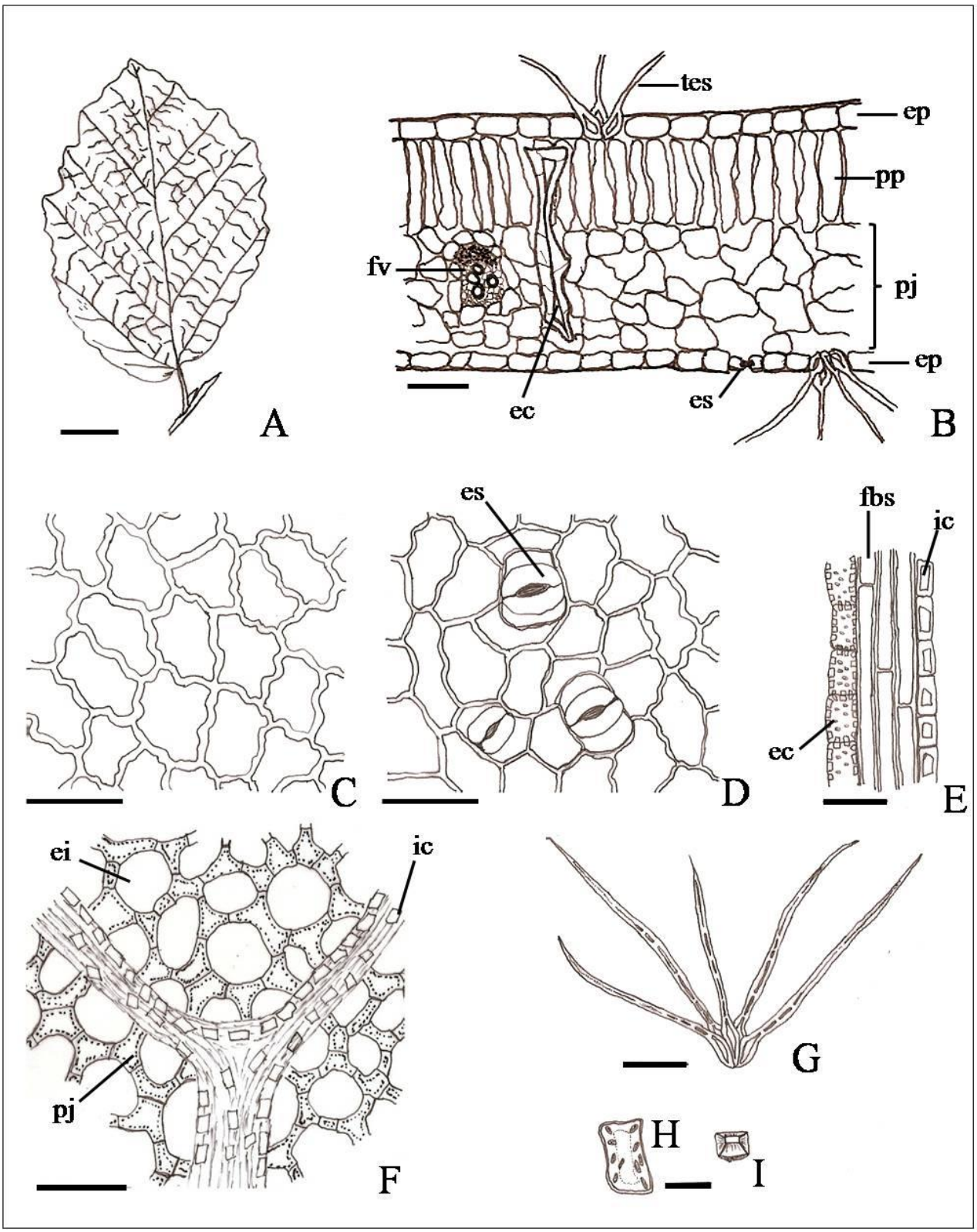



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Hamamelis virginiana* L.**

As escalas correspondem em **A** a 1 cm; **B** e **E** a 100 µm; **C, D, F e G** a 50 µm; **H-I** a 20 µm.

**A** - aspecto geral da folha em vista frontal. **B** - detalhe da porção da lâmina foliar em secção transversal: epiderme (ep); estômato (es); esclereíde (ec); feixe vascular (fv); parênquima paliçádico (pp); parênquima esponjoso (pj); tricomas estrelados (tes). **C** - vista parcial frontal da epiderme da face adaxial com células de paredes espessas e sinuosas. **D** - detalhe de porção da epiderme voltada para a face abaxial com células de paredes retas a sinuosas e mais delgadas que as da face adaxial; estômato paracítico (es). **E** - fragmento de feixe de fibras septadas (fbs) com idioblastos cristalíferos (ic) e esclereídes (ec). **F** - vista frontal de fragmento de folha mostrando a nervação com idioblastos cristalíferos (ic) e

parênquima esponjoso (pj) com espaços intercelulares (ei). **G** - tricoma estrelado de paredes espessadas. **H** - célula do parênquima paliçádico com cloroplastos. **I** - cristal prismático isolado.

# HIDRASTE, rizoma e raiz
## *Hydrastidis rhizoma et radix*

A droga vegetal consiste de rizomas e raízes secos e fragmentados de *Hydrastis canadensis* L., contendo, no mínimo, 2,5% de hidrastina ($C_{21}H_{21}NO_6$, 383,39) e, no mínimo, 3,0% de berberina ($C_{20}H_{18}NO_4$, 336,36).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

O rizoma cresce horizontal ou obliquamente e sustenta numerosas e pequenas ramificações, além das raízes adventícias. O rizoma é cilíndrico, tortuoso, muitas vezes dilatado, enrugado longitudinalmente, com 1 a 6 cm de comprimento e 0,2 a 1 cm de diâmetro; externamente é castanho-amarelado ou castanho-acinzentado e internamente amarelo-claro no centro a amarelo-esverdeado próximo à margem. Externamente é marcado por numerosas cicatrizes, mais ou menos circulares, provenientes da queda dos caules, e outras menores, da queda dos brotos e raízes. As raízes, originadas nas superfícies ventral e lateral, são numerosas, filiformes, com 0,1 cm de diâmetro e cerca de 3,5 cm de comprimento, curvadas, retorcidas, frágeis, facilmente separáveis e destacáveis, de coloração semelhante à do rizoma.

**B.** Descrição microscópica

O rizoma, em secção transversal, mostra súber formado por um número variável de camadas. O parênquima cortical consiste de células, de paredes finas, poligonais a arredondadas, entretanto, alongadas em secção longitudinal, contendo grãos de amido e massas amareladas. As células da região externa deste parênquima têm paredes espessas com aparência das de um colênquima. O sistema vascular está representado por 12 a 20 feixes vasculares colaterais, dispostos em círculo, separados por largas fileiras de células parenquimáticas de coloração alaranjado-amarelada a amarelo-esverdeada. A porção central é ocupada por um amplo parênquima medular. Em secção longitudinal, o xilema mostra elementos de vaso pequenos, dos tipos helicoidal, pontoado e reticulado (mais raro). A raiz, em secção transversal, mostra uma epiderme uniestratificada, com células de coloração, castanho-amarelada, com paredes externas suberificadas. O parênquima cortical, de células de paredes espessas, contém amido. A endoderme possui células de paredes ligeiramente lignificadas; nas raízes jovens, em secção tangencial, as células mostram-se alongadas, de paredes finas e marcadamente sinuosas. Em vista frontal, as células da epiderme são mais alongadas e irregulares do que aquelas do rizoma, e algumas dão origem a pelos absorventes.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração amarelada a amarelo-esverdeada; abundantes grãos de amido esféricos, isolados ou reunidos em grupos de dois, três ou quatro componentes; fragmentos de parênquima contendo grãos de amido; poucos fragmentos do súber castanho-amarelado, composto de células poligonais em vista frontal, e, em vista transversal, mostrando massas irregulares de substância granular castanho-escuro sobre o lado externo do súber; fragmentos de tecido vascular, contendo elementos de vaso com pontoações areoladas, alguns com espessamento helicoidal, infrequentes fibras do xilema, de 200 a 300 μm de comprimento, de paredes delgadas e poros simples; substância granular castanho-alaranjada em grumos. Ausência de cristais de oxalato de cálcio e de esclereídes.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

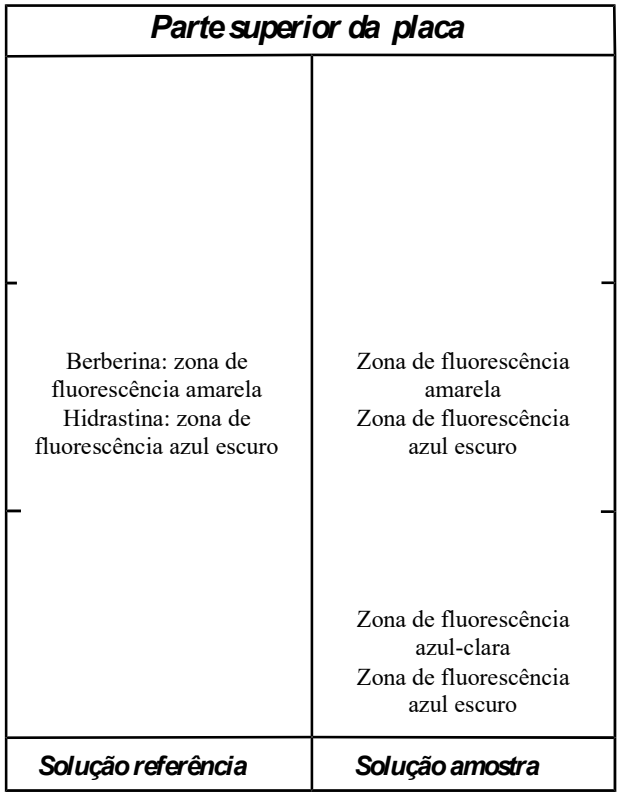
*Fase móvel*: acetato de etila, água e ácido fórmico anidro (80:10:10).

*Solução amostra*: extrair 0,5 g da droga pulverizada com 10 mL de água e álcool metílico (20:80). Sonicar durante 10 minutos e filtrar. Lavar o resíduo duas vezes com 2 mL de álcool metílico. Combine as soluções e dilua para 20 mL.

*Solução referência*: solução recentemente preparada de 5 mg de cloridrato de hidrastina e 5 mg cloridrato de berberina em 20 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 15 µL a 20 µL da *Solução amostra* e 3 µL a 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. A seguir, nebulizar com solução de iodeto de potássio e subnitrato de bismuto SR e examiná-la novamente.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 10,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 8,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 235 nm; pré-coluna empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano e coluna de 75 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (3,5 µm); fluxo da *Fase móvel* de 0,30 mL/minuto.

*Fase móvel*: fosfato monobásico de potássio 0,05 *M* e acetonitrila (73:27).

*Solução amostra*: a um balão de fundo redondo de 100 mL contendo cerca de 1,0 g da amostra pulverizada pesada, com exatidão, adicionar 50 mL de solução de hidróxido de amônio a 1% (v/v) em álcool etílico. Aquecer até ebulição, sob refluxo, durante 30 minutos. Deixar esfriar à temperatura ambiente e filtrar em algodão hidrófilo, recolhendo o filtrado em um erlenmeyer. Juntar o algodão hidrófilo ao resíduo contido no balão de fundo redondo e repetir a extração por duas vezes com 30 mL da solução de hidróxido de amônio a 1% (v/v) em álcool etílico, aquecendo, sob refluxo, durante 10 minutos. Filtrar em algodão para o mesmo erlenmeyer utilizado anteriormente. Filtrar em papel de filtro, reunir os filtrados em um balão de fundo redondo de 250 mL, lavar o balão e o papel de filtro com 20 mL de solução de hidróxido de amônio a 1% (v/v) em álcool etílico. Evaporar o filtrado até secura, sob pressão reduzida, em banho-maria a 55 °C. Dissolver o resíduo em *Fase móvel*, num balão volumétrico de 50 mL, completar o volume e homogeneizar. Diluir 1 mL da solução obtida para 50 mL, utilizando a *Fase móvel* e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (1)*: dissolver 10 mg de cloridrato de hidrastina e 10 mg de cloreto de berberina em álcool metílico, completar o volume para 25 mL com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Solução referência (2)*: diluir 1 mL da *Solução referência (1)* para 25 mL utilizando álcool metílico como solvente e homogeneizar.

*Soluções para curva analítica*: transferir 2,0 mL da *Solução referência (1)* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com *Fase móvel* e homogeneizar. Diluir alíquotas de 1 mL, 2 mL, 3 mL, 5 mL e 7 mL com *Fase móvel* para 10 mL, obtendo soluções com concentrações de 3,2 µg/mL, 6,4 µg/mL, 9,6 µg/mL, 16,0 µg/mL e 22,4 µg/mL para cloridrato de hidrastina e cloreto de berberina. Filtrar as soluções em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução referência (2),* injetar 10 µL. A hidrastina tem tempo de retenção menor que a berberina. A resolução entre os picos correspondentes a hidrastina e a berberina é de, no mínimo, 1,5.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência (1)*, 10 µL da *Solução referência (2)* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos correspondentes à hidrastina e à berberina. O tempo de retenção relativo é cerca de 8,2 minutos para

a hidrastina e 10,8 minutos para a berberina. Calcular o teor de hidrastina e berberina na amostra a partir da equação da reta obtida com as curvas analíticas do cloridrato de hidrastina e cloreto de berberina. O resultado é expresso pela média das determinações de hidrastina e berberina, separadamente, em porcentagem (p/p) da droga, considerando o teor de água determinado.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

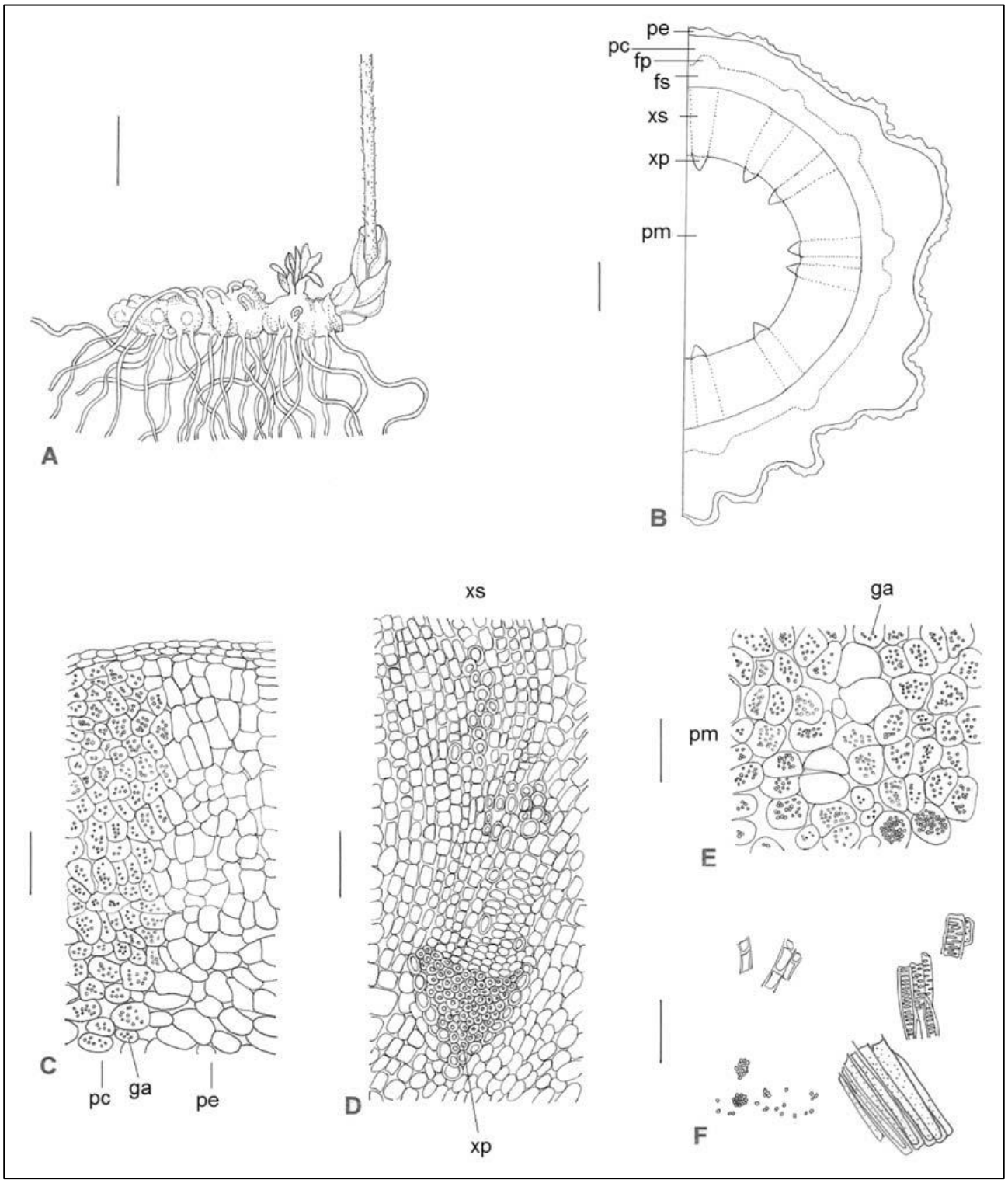


**Figura 1** – **Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Hydrastis canadensis* L.**

As escalas correspondem em **A** a 100 mm, em **B** a **F** a 100 μm.
**A** – aspecto geral do rizoma. **B** – esquema da secção transversal do rizoma: floema primário (fp), região do floema secundário (fs), parênquima cortical (pc), periderme (pe), parênquima medular (pm), xilema primário (xp), xilema secundário (xs). **C** – detalhe de periderme (pe) e parênquima cortical (pc) em secção transversal, os numerosos grãos de amido (ga) estão representados apenas nas células à esquerda. **D** – detalhe de secção transversal das seguintes regiões, de cima para baixo: xilema secundário (xs) apresentando raios parenquimáticos multisseriados, fibras e elementos de vaso dispostos em séries radiais; xilema primário (xp) com fibras, meta e protoxilema envolto por parênquima medular; os abundantes grãos de amido presentes no parênquima medular e nos raios parenquimáticos não foram representados. **E** – detalhe de secção transversal do parênquima medular (pm) apresentando numerosos grãos de amido (ga) na maioria das células. **F** – aspecto geral do pó do rizoma, com fragmentos do súber (acima, à esquerda), de vasos (acima, à direita), de fibras (abaixo, à direita), de grãos de amido, isolados ou agregados.

# HORTELÃ-DO-BRASIL, parte aérea
## *Mentha arvensis herbae*

A droga vegetal consiste de partes aéreas secas de *Mentha arvensis* L., inteiras, quebradas, cortadas ou pulverizadas, contendo, no mínimo, 0,8% de óleo volátil em partes aéreas inteiras e, no mínimo, 0,6% de óleo volátil em partes aéreas rasuradas. A porcentagem de caules não deve exceder 20%.

SINONÍMIA CIENTÍFICA

*Mentha arvensis* var. *canadensis* (L.) Kuntze

CARACTERÍSTICAS

As partes aéreas possuem odor forte, aromático, penetrante, semelhante ao mentol.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Caules tetrangulares eretos, com até 60 cm de comprimento, recobertos por tricomas esbranquiçados, multicelulares e reflexos. Folhas simples, opostas cruzadas, tornando-se menores em direção ao ápice dos ramos, pecíolo com 2 a 7 mm de comprimento, lâmina elíptica a oval-lanceolada, com 2 a 5 cm de comprimento e 0,8 a 2 cm de largura, ápice agudo, base cuneada a arredondada, margem serrada. Inflorescências, quando presentes, dispostas nos nós apicais dos ramos, globosas, densas, com flores alvas, de cálice gamossépalo, campanulado, com 2 a 3 mm de comprimento, face externa recoberta por tricomas, lobos triangulares iguais, agudos; corola gamopétala bilabiada, com 4 a 5 mm de comprimento e limbo de quatro lobos, o superior maior e bilobado, os demais subiguais, de ápice obtuso; quatro estames, adnatos ao tubo da corola, alternos às pétalas, insertos em flores pistiladas (anteras estéreis) ou mais longos que a corola nas flores bissexuadas; ovário súpero, bicarpelar, tetralocular; estilete longo, estigma bífido, exserto. Frutos, quando presentes, compostos de quatro mericarpos secos, elipsoides, castanhos.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal, o caule apresenta forma quadrangular, com quatro alas evidentes. A epiderme é uniestratificada e composta por células arredondadas, com cutícula espessa e com tricomas glandulares e tectores uni ou pluricelulares unisseriados, seguida de uma a duas camadas de colênquima com paredes irregularmente espessadas formando um anel contínuo e cerca de dez camadas de células colenquimáticas na região das alas e de um parênquima cortical contituído por três a quatro camadas de células volumosas, de paredes delgadas. O tecido vascular é mais desenvolvido nas regiões contíguas às alas e apresenta um a dois feixes vasculares colaterais diminutos nas regiões entre elas. Na região das alas o floema apresenta elementos de tubo crivado e células parenquimáticas e poucos raios parenquimáticos. A região cambial apresenta três a quatro camadas de células retangulares de paredes não espessadas. O xilema é formado por células parenquimáticas de disposição radial e elementos condutores com parede espessada. O parênquima medular apresenta células volumosas com diâmetro maior em direção ao centro e paredes delgadas. A lâmina foliar, em secção tranversal, tem simetria dorsiventral e é hipoestomática. A região da nervura central é mais saliente na face abaxial e apresenta os seguintes tecidos: epiderme composta por células arredondadas com cutícula delgada, com tricomas multicelulares unisseriados, seguida de camadas de colênquima (três a quatro na face adaxial, uma a duas na face abaxial), e de células parenquimáticas volumosas, isodiamétricas, com paredes não espessadas e amplos espaços intercelulares; o feixe vascular é colateral. A região do limbo apresenta epiderme uniestratificada

composta de células elípticas, com tricomas glandulares e tectores uni ou pluricelulares unisseriados em ambas as faces e estômatos diacíticos restritos à face abaxial; o parênquima paliçádico é constituído por uma camada de células tabulares e justapostas e o parênquima esponjoso é composto por células arredondadas, com espaços intercelulares amplos. No mesofilo encontram-se feixes vasculares colaterais dispersos.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração verde com alguns fragmentos verde-amarelados; fragmentos de tricomas pluricelulares unisseriados; fragmentos de tecido parenquimático com células prismáticas ou arredondadas e espaços intercelulares; fragmentos de epiderme identificados pelas células com as paredes anticlinais mais ou menos sinuosas e pela presença de estômatos diacíticos com células subsidiárias semelhantes às epidérmicas; fragmentos de colênquima com as células cilíndricas alongadas e densamente justapostas e fragmentos de tecido condutor associado a parênquima clorofiliano e restos de epiderme.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica gel $F_{254}$, com espessura de 250 µm.

*Fase móvel*: hexano e acetato de etila (85:15).

*Solução amostra*: diluir 0,1 mL do óleo volátil em 1 mL de acetato de etila.

*Solução referência*: dissolver 4 µL de carvona, 4 µL de pulegona, 10 µL de acetato de mentila, 20 µL de cineol e 50 mg de mentol em 5 mL de acetato de etila.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta a 254 nm. Nebulizar com vanilina sulfúrica SR, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante um minuto. Após visualização, aquecer durante mais três minutos.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas, obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*, após exame sob a luz ultravioleta, nebulização com o revelador e aquecimento durante um minuto, e, aquecimento durante mais três minutos, respectivamente. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| **Parte superior da placa** | |
|---|---|
| Carvona e pulegona: zona de fluorescência castanho-avermelhado | Zona de fluorescência castanho-avermelhado<br>Zona de fluorescência azul |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| | Zona de coloração violeta avermelhado |
| Acetato de mentila: zona de coloração violeta-azulado | Zona de coloração violeta-azulado |
| 1,8-Cineol: zona de coloração violeta-claro | Zona de coloração violeta-claro |
| Pulegona: zona de coloração verde-acastanhado | Zona de coloração verde-acastanhado |
| Carvona: zona de coloração rosa-claro | Zona de coloração rosa claro |
| | Zona de coloração azul |
| Mentol: zona de coloração azul a violeta intenso | Zona de coloração azul a violeta intenso |
| | Zona de coloração azul |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| | Zona de coloração violeta avermelhado |
| Acetato de mentila: zona de coloração violeta-azulado | Zona de coloração violeta-azulado |
| 1,8-Cineol: zona de coloração violeta-claro | Zona de coloração violeta-claro |
| Pulegona: zona de coloração verde-acastanhado | Zona de coloração verde-acastanhado |
| Carvona: zona de coloração rosa-claro | Zona de coloração rosa claro |
| Mentol: zona de coloração azul a violeta intenso | Zona de coloração azul a violeta intenso |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Água (5.2.20.2).** *Método azeotrópico*. No máximo 12,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 11,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 2,5%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 500 mL contendo 200 mL de água como líquido de destilação, e adicionar 1,0 mL de xileno no tubo graduado. Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil a partir de 50 g da droga pulverizada. Destilar durante quatro horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

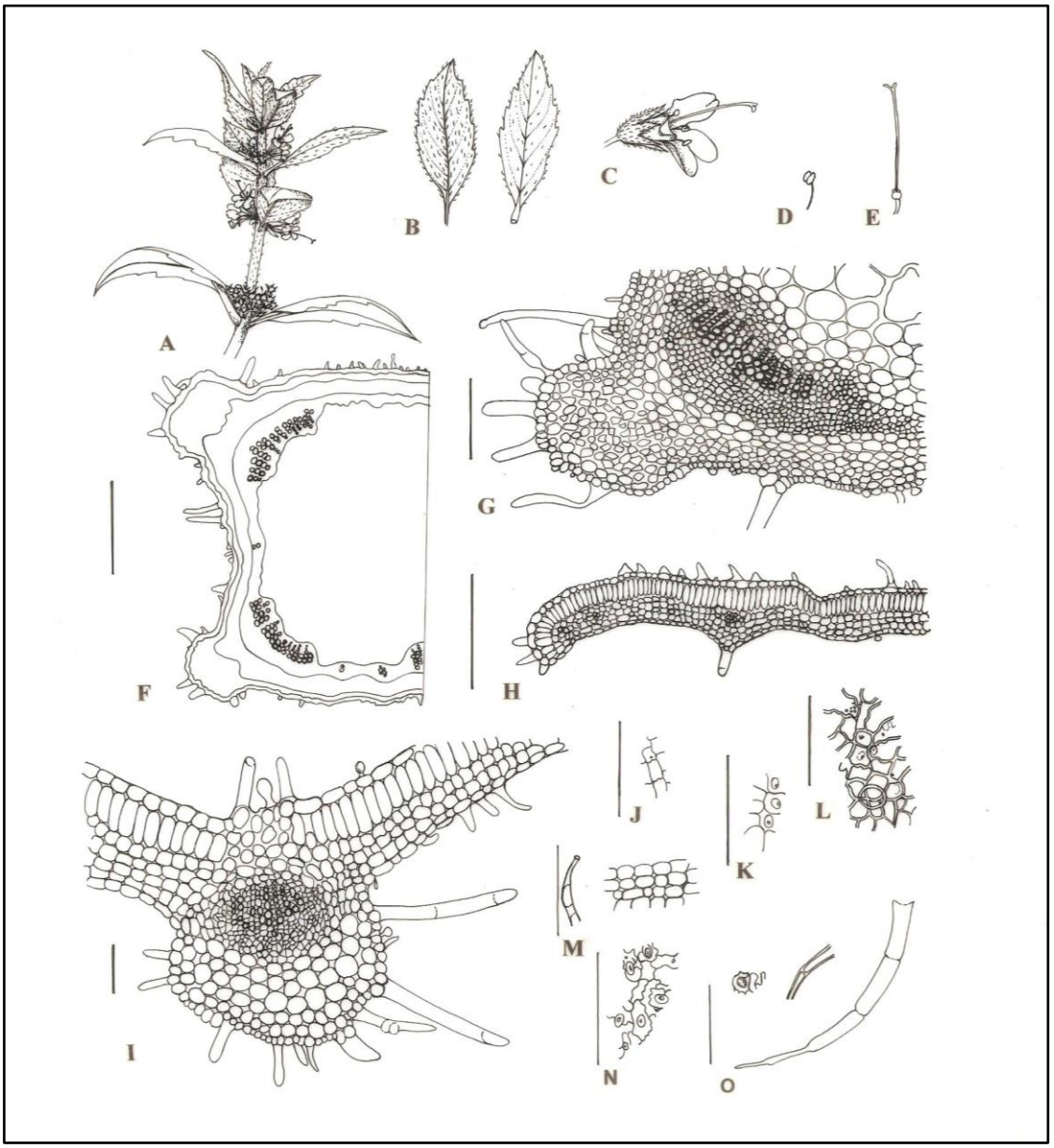



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Mentha arvensis* L.**

As escalas correspondem: em F a 200 µm, em G a 100 µm, em H a 200 µm, em I a 50 µm, em J a 200 µm, de K-L a 100 µm, em M a 200 µm e de N-O a 100 µm.

**A –** aspecto geral do ápice do ramo com inflorescências; **B –** aspecto das folhas em face adaxial (à esquerda) e abaxial; **C –** aspecto da flor funcionalmente feminina; **D –** estame estéril, sem grãos de pólen; **E –** ovário, estilete e estigma; **F –** esquema da secção transversal do caule; **G –** detalhe do caule em secção transversal na região da ala, apresentando epiderme, córtex com colênquima e parênquima, medula com feixes vasculares em estrutura secundária; **H –** detalhe da região marginal da folha, em seção transversal; **I –** detalhe da região da nervura central da folha, em secção transversal; **J-O –** aspecto geral do pó da planta; **J-K –** fragmentos de tecido parenquimático com células prismáticas ou arredondadas e espaços intercelulares; **L –** fragmento de epiderme; **M** e **O –** fragmentos de tricomas pluricelulares unisseriados; **N –** fragmento de epiderme com células com paredes anticlinais sinuosas, estômatos diacíticos com células subsidiárias semelhantes às demais células epidérmicas.

# HORTELÃ-PIMENTA, folha
## *Menthae piperitae folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas, inteiras, quebradas, cortadas ou pulverizadas de *Mentha* × *piperita* L. ou de suas variedades, contendo, no mínimo, 1,2% de óleo volátil em folhas inteiras e, no mínimo, 0,9% de óleo volátil em folhas rasuradas, em relação ao material dessecado.

CARACTERÍSTICAS

A droga tem odor forte, aromático, penetrante, semelhante ao mentol.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

A lâmina foliar é ovalado-oblonga a oblongo-lanceolada, medindo 1,5 a 9 cm de comprimento e 1 a 5 cm de largura, com ápice agudo, base irregularmente arredondada e assimétrica, margem irregularmente serreada, com coloração verde-clara a verde-escura, face adaxial quase lisa e abaxial pubescente. O pecíolo mede de 0,4 a 1,5 cm de comprimento e é pubescente.

**B.** Descrição microscópica

Lâmina foliar de simetria dorsiventral, hipoanfiestomática, com estômatos diacíticos. Em vista frontal, a cutícula é lisa e as células da epiderme têm paredes anticlinais de contorno ondulado na região entre as nervuras e retilíneas sobre as nervuras. Os tricomas são tectores ou glandulares: tricoma tector pluricelular, unisseriado, com duas a quatorze células, com cutícula espessa e marcadamente estriada, sendo a célula basal de maior comprimento e a apical de ápice obtuso, podendo apresentar uma coroa de células basais; tricoma tector pluricelular, com duas a seis células, bisseriado na base, igualmente com cutícula espessa e estriada; tricoma glandular com pedicelo unicelular a tricelular, curto e com cabeça unicelular, elíptica ou arredondada, com cutícula delgada; tricoma glandular peltado, encontrado em depressões da epiderme, com pedicelo curto, formado por uma ou duas células na porção basal e cabeça pluricelular com oito células de disposição radial, geralmente com cutícula dilatada e de coloração parda. Em secção transversal, as epidermes adaxial e abaxial constam de apenas uma camada de células, ricas em gotas de óleo; o parênquima paliçádico é formado por uma camada de células e o parênquima esponjoso é formado por três a quatro camadas, gotas de óleo são abundantes em todos os tecidos. A nervura principal, em secção transversal, apresenta sistema vascular formado por um feixe colateral.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. Examinar ao microscópio, utilizando solução de hidrato de cloral R. São características: coloração verde-claro a verde-oliva; fragmentos da epiderme, fragmentos de mesofilo e fragmentos de nervuras com as características e elementos mencionados em Descrição microscópica.

**D.** Descrição macroscópica das impurezas

Os caules, ramos, flores, frutos e sementes da própria espécie, se presentes como impureza, caracterizam-se por apresentar: caule quadrangular com costelas bem definidas até o quarto nó, ramificado, na maioria das variedades, vinoso quando adulto, verde-claro quando jovem e esbranquiçado nos nós basais; tricomas não visíveis a olho nu; flores reunidas em inflorescências

espigadas; cálice glabro, com cinco dentes; corola rosado-violácea ou branca, com quatro lobos, o superior alargado; estames quatro, didínamos, inclusos na corola; ovário súpero, tetralobado, estilete ginobásico; sementes raras, estéreis.

**E.** Descrição microscópica da impureza correspondente ao caule

Os caules da própria espécie, se presentes como impureza, apresentam, em estrutura secundária e em secção transversal, cutícula espessa e estriada, epiderme uniestratificada, de células poligonais, com ou sem idioblastos de areia cristalina; tricomas e estômatos raros; colênquima angular, formado por uma a muitas camadas na região das costelas; clorênquima com até dez camadas, com esclereídes isolados e com idioblastos de areia cristalina; endoderme com estrias de Caspary evidentes e sem grãos de amido; floema com ou sem fibras isoladas ou em pequenos grupos; zona cambial evidente; xilema esclerificado ou não; gotas de óleo em todos os tecidos, exceto no câmbio e no xilema; parênquima medular desenvolvido.

**F.** Falsificações ou adulterantes

*Mentha crispa* L. quando presente se diferencia pelos tricomas glandulares com cabeça de doze células e tricomas tectores de paredes finas e de uma a seis células.

**G.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (95:5).

*Solução amostra*: agitar 0,2 g da droga vegetal, recentemente pulverizada, com 2 mL de cloreto de metileno. Filtrar. Evaporar à secura a temperatura de 40 °C e dissolver o resíduo em 0,1 mL de tolueno.

*Solução referência*: dissolver 50 mg de mentol, 20 µL de 1,8-cineol, 10 mg de timol e 10 µL de acetato de mentila em tolueno e completar a 10 mL com o mesmo solvente.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. A seguir, nebulizar a placa com anisaldeído SR e aquecer em estufa entre 100 °C e 105 °C, durante cinco a 10 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Acetato de mentila: zona de coloração azul-violeta | Zona de coloração azul-violeta |
| Timol: zona de coloração rósea | Zona de coloração rósea |
| 1,8-Cineol: zona de coloração azul a violeta | Zona de coloração azul a violeta |
| Mentol: zona de coloração azul intenso a violeta | Zona de coloração azul intenso a violeta |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 10,0% de caules quadrangulares, glabros ou com tricomas tectores; escassos fragmentos de caules reconhecidos pelas fibras, além de numerosos elementos de vaso, fragmentos de flores como os descritos.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 12,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 15,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 1,5%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 500 mL contendo 200 mL de água como líquido de destilação. Adicionar 0,5 mL de xileno no tubo de ensaio. Utilizar planta seca rasurada. Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil, a partir de 20 g da droga. Destilar durante quatro horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

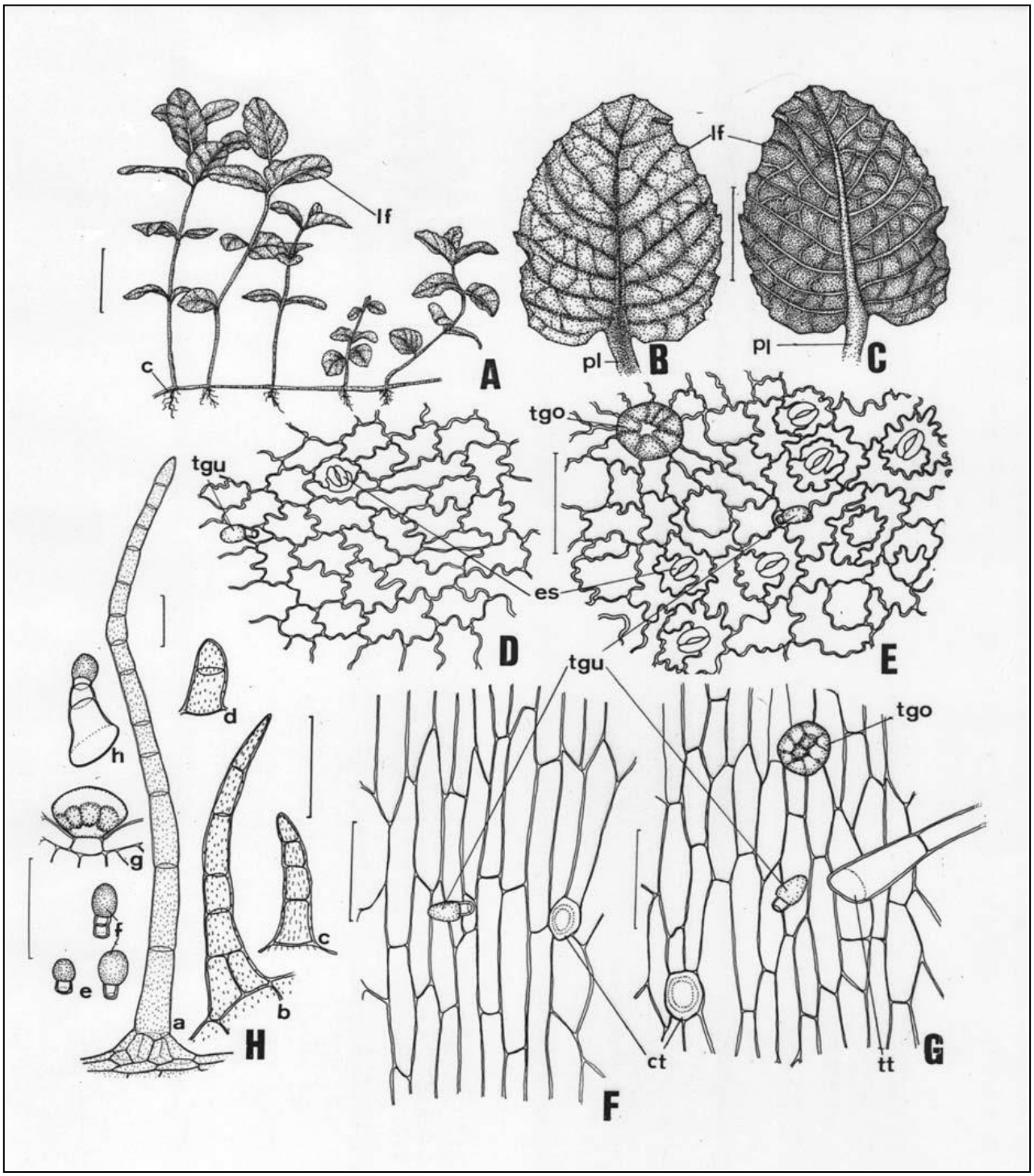



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Mentha* × *piperita* L.**

As escalas correspondem em **A** a 2,5 cm; em **B** e **C** a 1 cm; em **D**, **E**, **F**, **G** e **H** a 100µm.

**A** – aspecto geral de um ramo: caule (c); lâmina foliar (lf). **B –** vista da face adaxial de uma folha: lâmina foliar (lf); pecíolo (pl). **C –** vista da face abaxial de uma folha: lâmina foliar (lf); pecíolo (pl). **D –** detalhe de uma porção da face adaxial da epiderme da lâmina foliar, na região intercostal, em vista frontal: estômato (es); tricoma glandular com cabeça unicelular (tgu). **E –** detalhe de uma porção da face abaxial da epiderme da lâmina foliar, na região intercostal, em vista

frontal: estômato (es); tricoma glandular com cabeça octacelular (tgo); tricoma glandular com cabeça unicelular (tgu). **F –** detalhe de uma porção da face adaxial da epiderme da lâmina foliar, sobre a nervura principal, em vista frontal: cicatriz do tricoma tector (ct); tricoma glandular com cabeça unicelular (tgu). **G –** detalhe de uma porção da face abaxial da epiderme da lâmina foliar, sobre a nervura principal, em vista frontal: cicatriz do tricoma tector (ct); tricoma glandular com cabeça octacelular (tgo); tricoma glandular com cabeça unicelular (tgu); tricoma tector (tt). **H –** tricomas: detalhe de um tricoma tector pluricelular unisseriado, com coroa de células basais, em vista lateral (a); detalhe de um tricoma tector pluricelular unisseriado, com a base bisseriada, em vista lateral (b); detalhe de um tricoma tector tetracelular unisseriado, em vista lateral (c); detalhe de um tricoma tector bicelular unisseriado, em vista lateral (d); detalhe de tricoma glandular de cabeça arredondada e pedicelo unicelular, em vista lateral (e); detalhe de tricomas glandulares de cabeça unicelular elíptica, pedicelo unicelular ou bicelular e unisseriado, em vista lateral (f); detalhe de tricoma glandular, com cabeça secretora octacelular, em vista lateral (g); detalhe de tricoma glandular de cabeça unicelular, pedicelo tricelular e unisseriado, em vista lateral (h).

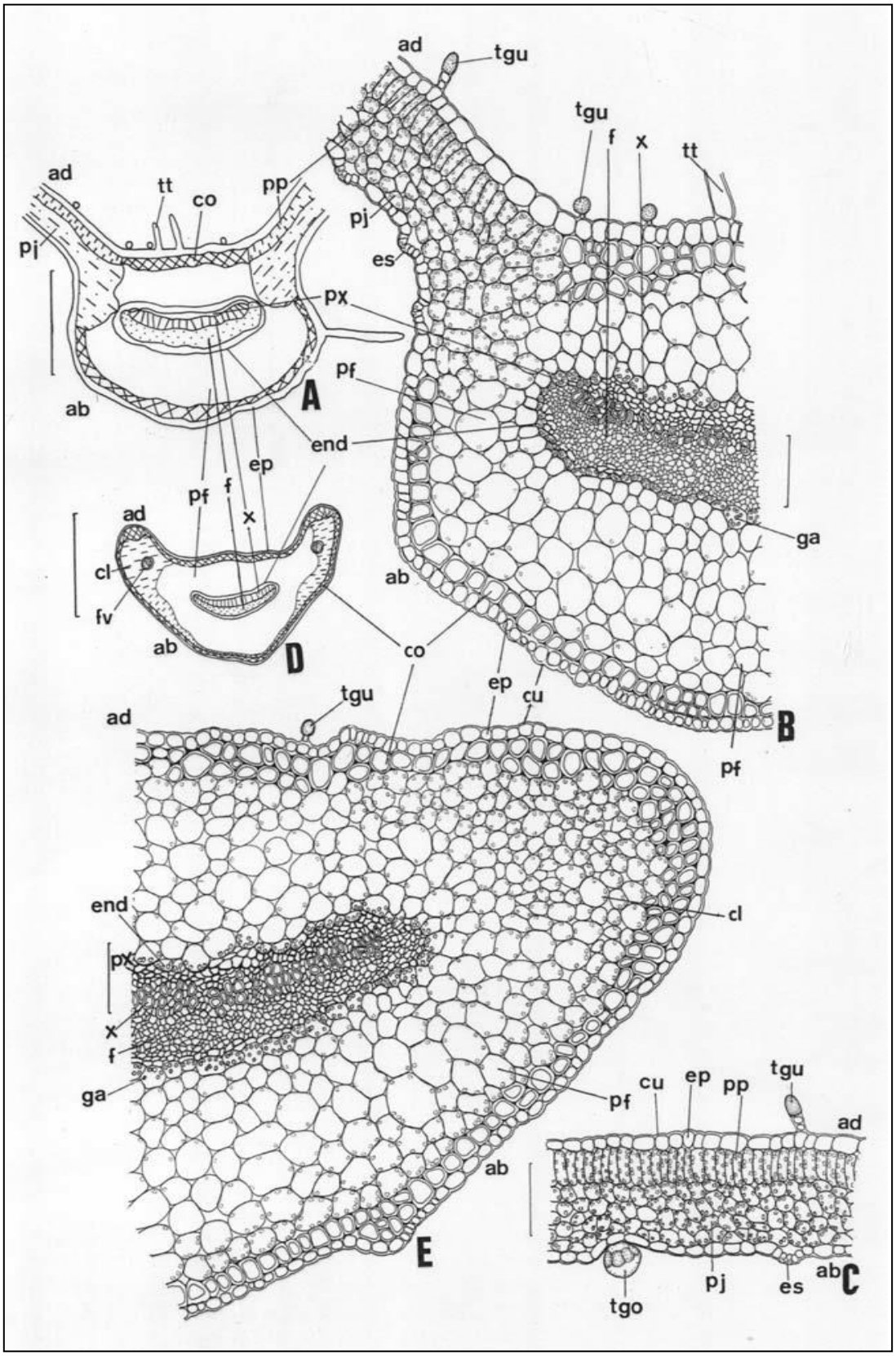



**Figura 2 – Aspectos microscópicos em *Mentha* × *piperita* L.**

As escalas correspondem em **A** a 400 µm; em **B**, **C** e **E** a 100µm; em **D** a 1000 µm.

**A –** representação esquemática do aspecto geral da região da nervura principal e de porção da região intercostal, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); parênquima esponjoso (pj); tricoma tector (tt); colênquima (co); parênquima paliçádico (pp); parênquima do xilema (px); endoderme (end); epiderme (ep); xilema (x); floema (f); parênquima fundamental (pf). **B –** detalhe da região da nervura principal e de porção da região intercostal, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); parênquima paliçádico (pp); tricomas glandulares com cabeça unicelular

(tgu); parênquima esponjoso (pj); floema (f); xilema (x); tricoma tector (tt); estômato (es); parênquima do xilema (px); parênquima fundamental (pf); endoderme (end); colênquima (co); epiderme (ep); cutícula (cu); grão de amido (ga). **C –** detalhe da lâmina foliar na região intercostal, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); tricomas glandulares com cabeça unicelular (tgu); parênquima paliçádico (pp); epiderme (ep); cutícula (cu); estômato (es); parênquima esponjoso (pj); tricoma glandular com cabeça octacelular (tgo). **D –** representação esquemática do aspecto geral do pecíolo, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); floema (f); xilema (x); epiderme (ep); endoderme (end); colênquima (co); feixe vascular (fv); clorênquima (cl); parênquima fundamental (pf). **E –** detalhe de porção do pecíolo, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); tricomas glandulares com cabeça unicelular (tgu); colênquima (co); epiderme (ep); cutícula (cu); clorênquima (cl); parênquima fundamental (pf); grão de amido (ga); floema (f); xilema (x); parênquima do xilema (px); endoderme (end).

# JALAPA, raiz
## *Operculina radix*

A droga vegetal consiste de raízes secas de *Operculina macrocarpa* (L.) Urb., contendo, no mínimo, 6,4% de polissacarídeos totais, expressos em D-maltose ($C_{12}H_{22}O_{11}$, 342,30).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Raiz tuberosa, pivotante, de formato cônico a napiforme e contorno cilíndrico; externamente tem coloração castanha a preta e, em secção transversal, internamente, coloração amarelada, exsudando líquido resinoso quando comprimida. A droga é encontrada inteira ou cortada em discos com 0,5 a 2 cm de espessura e 3 a 6 cm de diâmetro. As secções transversais (discos) mostram coloração branca a amarelo-acinzentada, da borda para o centro, com linhas concêntricas sinuosas e mais escuras.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal, o córtex mostra externamente lenticelas e muitas camadas de súber; felogênio difícil de observar e feloderme constituída por células parenquimáticas contendo diminutos grãos de amido em seu interior. O parênquima cortical externo é formado por células de paredes delgadas, com muitas drusas de maior tamanho e outras com menor tamanho nas células do parênquima cortical interno. A raiz é poliarca. O cilindro central tem feixes vasculares colaterais, com anéis concêntricos de xilema e floema produzidos pelos câmbios sucessivos, na estrutura secundária, e faixas largas de parênquima entre os feixes. As células condutoras de floema formam faixas de células achatadas periclinalmente, com células de parênquima associadas contendo inúmeros e diminutos grãos de amido. Os vasos laticíferos, formando uma rede, aparecem com paredes espessadas e forma estrelar, e são visíveis em secção transversal na região do floema mais próxima do córtex. O xilema mostra traqueídes e os elementos de vaso apresentam espessamento reticulado e escalariforme, com pontoações areoladas em fenda, contíguas. Diminutos grãos de amido ocorrem no interior das células do parênquima associado.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanho-amarelada a esbranquiçada; fibras esclerenquimáticas libriformes; porções de células de parênquima contendo grãos de amido; elementos de vaso com espessamento escalariforme e paredes terminais oblíquas; elementos de vaso com paredes terminais retas; elementos de vaso com e sem prolongamentos curtos e longos. A ornamentação da parede é predominantemente do tipo reticulado, apenas pequenas áreas mostram aspecto escalariforme.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$, com espessura de 250 µm.

*Fase móvel*: acetato de etila, água, ácido fórmico e ácido acético (100:27:11:11).

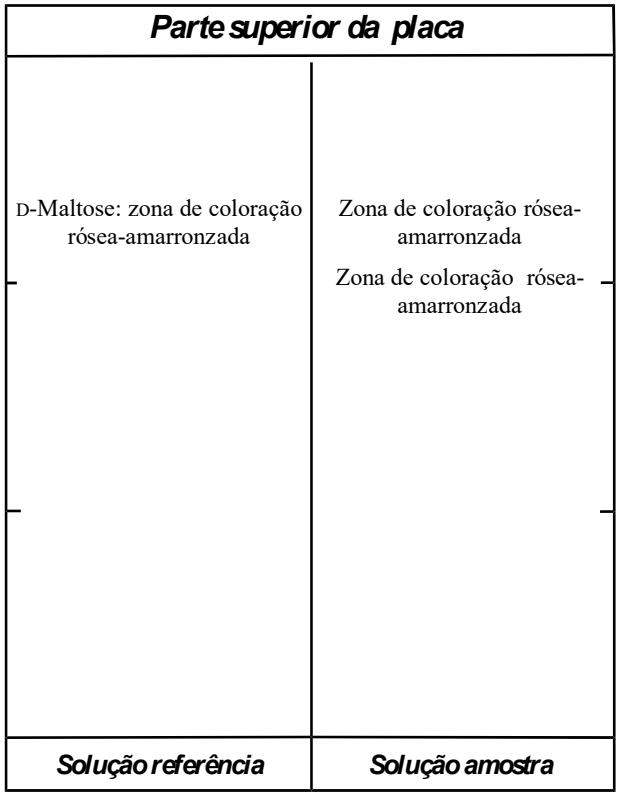
*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 2 g da droga vegetal pulverizada, acrescentar 20 mL da mistura álcool metílico e água (1:1) e aquecer durante 10 minutos a temperatura de 100 ºC. Após resfriamento à temperatura ambiente, filtrar a solução obtida em algodão.

*Solução referência*: pesar cerca de 1 mg de D-maltose e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Revelador*: dissolver 0,5 g de timol em 95 mL de álcool etílico 96 ºGL, manter a mistura em banho de gelo durante 15 minutos. Após esse período, ainda sob banho de gelo, adicionar aos poucos 5 mL de ácido sulfúrico, homogeneizar devagar. Armazenar a solução em refrigerador até o momento do uso.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar com a *Revelador*, deixar secar ao ar e aquecer a 100 ºC durante dois minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 1,0%.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 10,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 9,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 7,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: pesar 2,0 g da droga pulverizada e transferir para balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 100 mL de água. Aquecer, sob refluxo, em banho-maria à temperatura de 85 ºC durante 30 minutos. Resfriar em água corrente, deixar decantar. Filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro para balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com água.

*Solução amostra para polissacarídeos totais*: transferir 3 mL da *Solução estoque* para balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada, adicionar 1 mL de solução de fenol a 5% (p/v), e 5 mL de ácido sulfúrico concentrado. Aquecer, sob refluxo, em banho-maria à temperatura de 85 ºC durante 30 minutos. Resfriar a temperatura ambiente. Transferir, volumetricamente, 0,550 mL dessa solução para balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Determinar imediatamente a absorvância em 495 nm ($A_1$), utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, imediatamente antes do uso, 50 mg de D-maltose, em água, em balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 3 mL dessa solução para balão de fundo redondo, adicionar 1 mL de solução de fenol a 5% (p/v), e 5 mL de ácido sulfúrico concentrado. Aquecer, sob refluxo, em banho-maria à temperatura de 85 ºC durante 30 minutos. Resfriar à temperatura ambiente. Transferir, volumetricamente, 0,500 mL dessa solução para balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Determinar, imediatamente, a absorvância em 495 nm ($A_2$), utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de polissacarídeos totais expressos em D-maltose, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\text{TPT} = \frac{\text{A}_1 \times m_2 \times 363{,}64}{m_1 \times \text{A}_2}$$

em que,

TPT = teor de polissacarídeos totais expressos em D-maltose % (p/p);
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polissacarídeos totais*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução referência*;
$m_1$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação; e
$m_2$ = massa em gramas da D-maltose, considerando a pureza da substância de referência.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

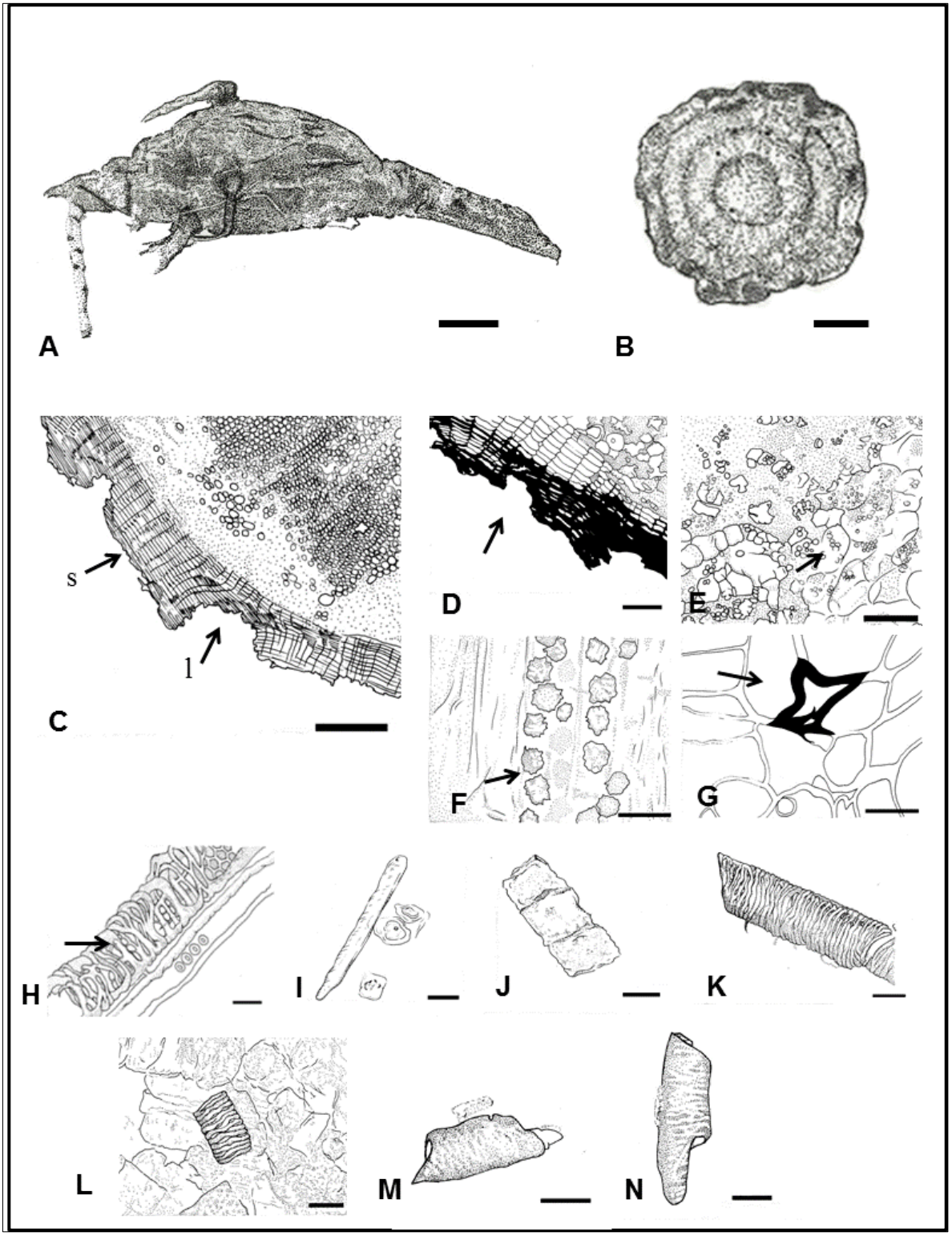



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Operculina macrocarpa* (L.) Urb.**

As escalas correspondem em **A** e **B** a 1 cm; **C** e **D** a 100 µm; **E**, **F**, **G, H**, **I**, **J**, **K**, **L**, **M** e **N** a 25 µm.
**A** - aspecto geral da raiz. **B** - detalhe da secção transversal da raiz, mostrando os câmbios sucessivos. **C** e **D** - detalhe da secção transversal da raiz: súber e lenticela (setas). **E** - detalhe da secção transversal da raiz, mostrando células do parênquima cortical externo contendo diminutos grãos de amido (setas). **F** - detalhe da secção transversal da raiz, mostrando células do parênquima cortical externo contendo drusas de oxalato de cálcio. **G** - detalhe da secção transversal da raiz, indicando um vaso laticífero (seta). **H** - detalhe da secção longitudinal da raiz mostrando elemento de vaso com espessamento reticulado. **I-N** - detalhes de fragmentos observados no pó. **I** - fibras esclerenquimáticas libriformes. **J** - porções de células de parênquima. **K** - fragmento de elemento de vaso com espessamento escalariforme e paredes

terminais oblíquas. **L** - fragmento de elemento de vaso com paredes terminais retas. **M** - fragmento de elemento de vaso com prolongamento curto. **N** - fragmento de elemento de vaso com prolongamento longo.

# JUCÁ, casca
## *Libidibiae cortex*

A droga vegetal consiste de cascas secas do caule de *Libidibia ferrea* (Mart.) L.P.Queiroz (syn. *Caesalpinia ferrea* Mart.), contendo, no mínimo, 10,0% de polifenóis totais e, no mínimo, 0,02% de ácido gálico ($C_7H_6O_5$, 170,12).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

As cascas caulinares, quando secas, apresentam-se em fragmentos levemente curvos, variáveis em tamanho, com 9 a 13 cm de comprimento, 1,5 a 4 cm de largura e 0,2 a 0,6 cm de espessura. Externamente têm coloração acinzentada, com manchas esbranquiçadas, são enrugadas e muito duras; internamente a coloração é castanho-clara. Cascas com manchas lisas e mais claras podem estar presentes, pois elas anualmente se renovam.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal, a porção externa da casca apresenta súber com oito a doze camadas de células tabulares enfileiradas, com paredes delgadas, seguidas por células parenquimáticas do córtex. O parênquima cortical apresenta células parenquimáticas de formato poliédrico, com esclereídes distribuídos em toda a extensão cortical, formando uma larga faixa. Idioblastos contendo drusas e cristais prismáticos também são visíveis nesse parênquima. O floema apresenta células achatadas periclinalmente, e as células do cordão parenquimático do floema contêm cristais prismáticos. Em secção longitudinal, na região do floema, são evidenciadas células dos raios parenquimáticos multisseriados, com margens unisseriadas, fibras, cordões parenquimáticos e esclereídes.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração amarronzada; esclereídes predominantemente agrupados e isolados; fibras esclerenquimáticas; porções de células parenquimáticas.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$(0,25 mm).

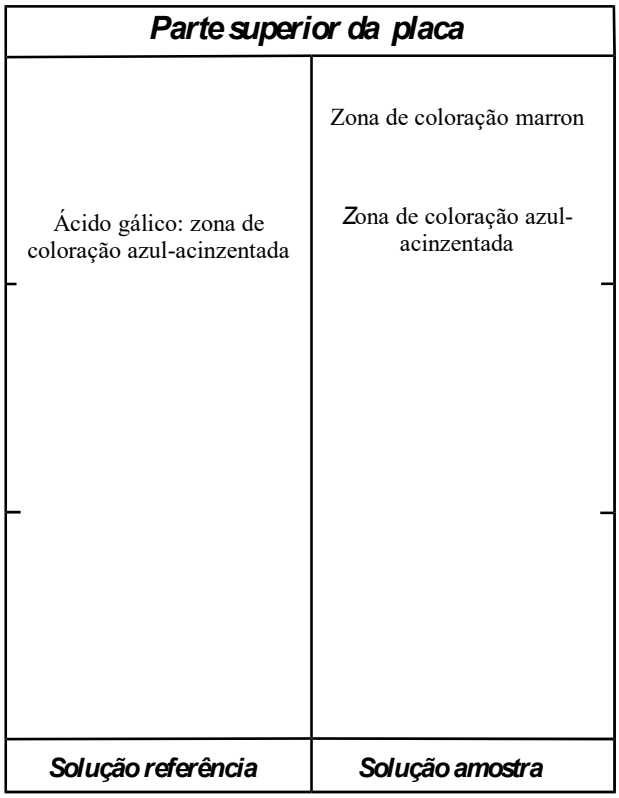
*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico e água (90:5:5).

*Solução amostra*: pesar cerca de 1 g de droga e levar à fervura com 5 mL de álcool metílico durante cinco minutos. Filtrar e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência*: pesar cerca de 1 mg de ácido gálico e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de cloreto férrico a 1% (p/v).

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico.* No máximo 13,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 1,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 8,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Polifenóis totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,5 g da droga pulverizada e transferir para balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água. Aquecer em banho-maria à temperatura entre 85 °C e 90 °C durante 30 minutos. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o balão de fundo redondo e transferir as águas de lavagem com todo o conteúdo de droga vegetal para o balão volumétrico. Completar o volume com

água e homogeneizar. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: diluir 5 mL da *Solução estoque* em balão volumétrico de 25 mL com água. Transferir 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_a$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol em balão volumétrico de 100 mL com água, completar o volume e homogeneizar. Transferir 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água destilada para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_r$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de polifenóis totais expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{PT} = \frac{\mathrm{A_a} \times m_r \times 62{,}5}{\mathrm{A}_r \times m_a}$$

em que,

PT = teor de polifenóis totais expressos em pirogalol % (p/p);
$m_a$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado;
$A_a$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_r$ = absorvância medida para a *Solução referência*; e
$m_r$ = massa em gramas, de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

## Ácido gálico

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 280 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura de 24 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

*Eluente (A)*: ácido trifluoracético a 0,05% (v/v).

*Eluente (B)*: ácido trifluoracético a 0,05% em álcool metílico (v/v).

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 10 | 80 → 77,5 | 20 → 22,5 | gradiente linear |
| 10 - 20 | 77,5 → 60 | 22,5 → 40 | gradiente linear |
| 20 - 25 | 60 → 25 | 40 → 75 | gradiente linear |
| 25 - 28 | 25 → 80 | 75 → 20 | gradiente linear |
| 28 - 32 | 80 | 20 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 4 g da droga pulverizada e transferir para balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 60 mL de água. Aquecer em banho-maria à temperatura entre 80 °C e 85 °C durante 30 minutos. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 100 mL. Lavar o balão de fundo redondo e transferir as águas de

lavagem com todo conteúdo da droga vegetal para o balão volumétrico. Completar o volume com água e homogeneizar. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 20 mL do filtrado. Em seguida, transferir 5 mL da solução restante para balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de ácido gálico em água, para obter solução a 6,8 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Calcular o teor de ácido gálico, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a}{\mathrm{A}_r \times m} \times 200 \times 100$$

em que,

TA = teor de ácido gálico % (p/p);
$C_r$ = concentração do ácido gálico na *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao ácido gálico na *Solução referência*;
$A_a$ = área sob o pico correspondente ao ácido gálico na *Solução amostra*;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação; e
200 = fator de diluição.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

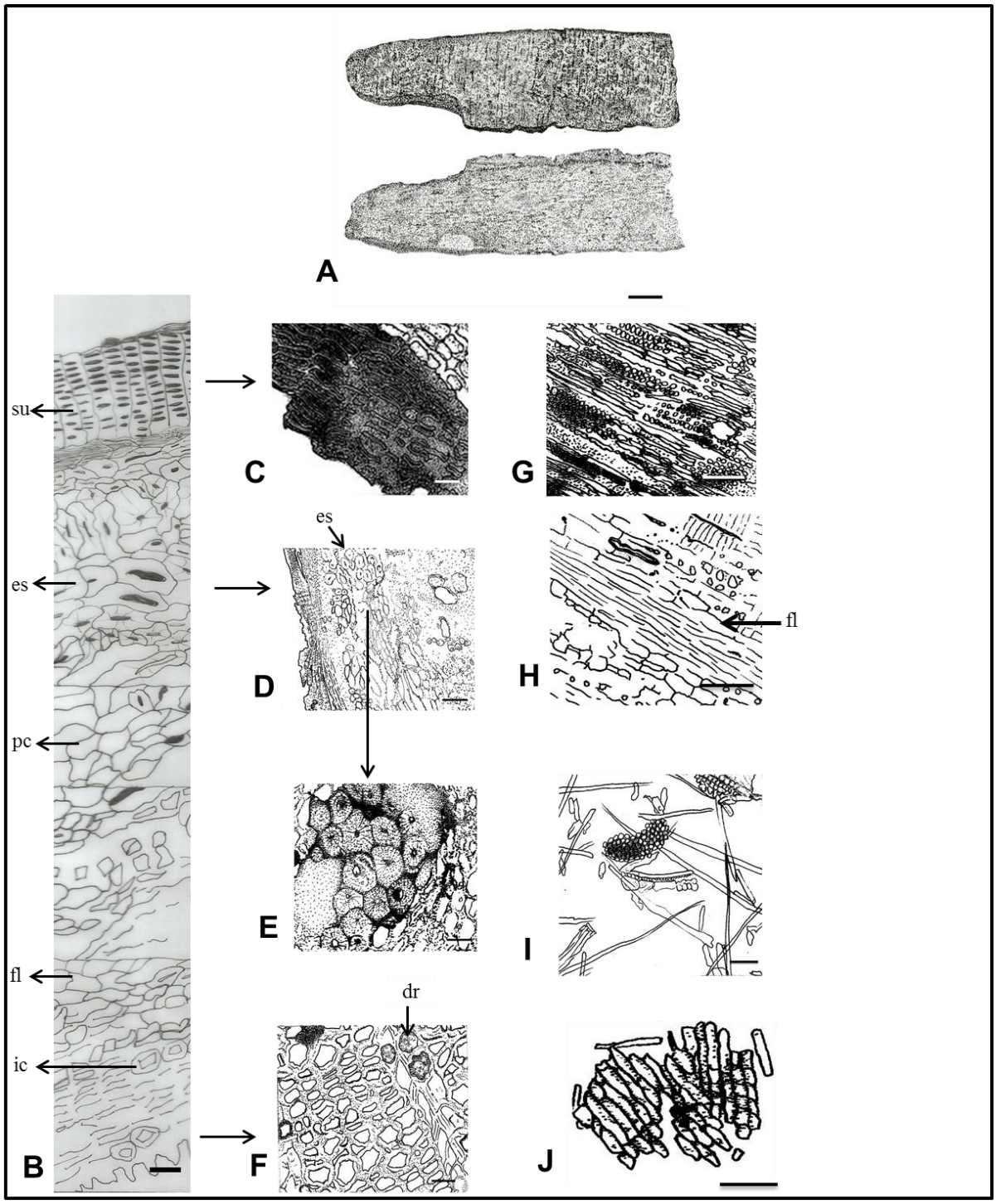



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Libidibia ferrea* (Mart.) L.P.Queiroz**

As escalas correspondem em **A** a 1 cm; **B** a 25 µm**, C, D, F** e **G** a 100 µm; **E, H, I** e **J** a 25 µm.
**A** - aspecto geral da casca do caule, em vista frontal e interna, respectivamente. **B -** detalhe da distribuição dos tecidos da casca do caule, em secção transversal: súber (su); parênquima cortical (pc); esclereíde (es); floema (fl); idioblasto contendo cristal prismático (ic). **C -** detalhe da secção transversal da casca, mostrando o ritidoma com células tabulares enfileiradas. **D** e **E** – aspecto de esclereídes distribuídos por toda a extensão da região cortical. **F -** idioblastos contendo drusas (dr). **G -** na região do floema, em secção longitudinal, são evidenciadas células dos raios multisseriados, fibras e cordão parenquimático. **H** – detalhe do floema em secção longitudinal: floema (fl). **I-J** – detalhes observados no pó. **I** – fragmentos de fibras e de células parenquimáticas. **J** – fragmentos de células parenquimáticas.

.

# JUCÁ, fruto
## *Libidibiae fructus*

A droga vegetal consiste de frutos secos de *Libidibia ferrea* (Mart. *ex* Tul.) L.P.Queiroz (syn. *Caesalpinia ferrea* Mart.), contendo, no mínimo, 11,0% de polifenóis totais e, no mínimo, 1,0% de ácido gálico ($C_7H_6O_5$, 170,12).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Legumes dessecados, de coloração castanha-escura, ligeiramente reniformes a oblongos, achatados, com extremidades levemente pontiagudas, medindo 6 a 8 cm de comprimento, 2 a 4 cm de largura e cerca de 1 cm de espessura, contendo de uma a três sementes achatadas, duras, de coloração castanha.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal, o pericarpo do fruto apresenta cutícula espessa sobre uma epiderme uniestratificada, com células apresentando espessamento na parede periclinal externa, seguida de um colênquima visível, mais quatro a cinco camadas de parênquima e cinco a sete camadas de esclerênquima no terço inferior do fruto, próximo aos feixes vasculares. Cristais prismáticos foram evidenciados no parênquima. Raros macroesclereídes e esclereídes ramificados foram observados nas camadas do esclerênquima. Numerosas camadas de células parenquimáticas separam os feixes vasculares, onde se observa uma zona floemática seguida de células de xilema. Em secção paradérmica, em algumas regiões da epiderme são visíveis poucos tricomas tectores simples e unicelulares; as células da epiderme apresentam paredes anticlinais retas e os estômatos são do tipo ciclocítico.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanha; macroesclereídes alargados; esclereídes volumosos e ramificados; porções de células parenquimáticas contendo cristais prismáticos; fibras esclerenquimáticas libriformes; elementos de vaso com espessamentos escalariforme e reticulado, com paredes terminais simples, retas e oblíquas, e com prolongamentos curtos e longos.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

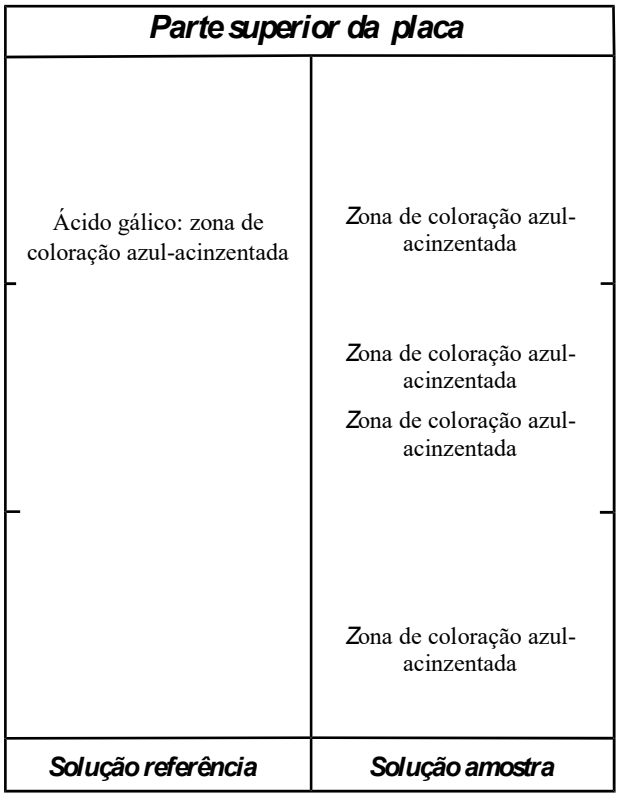
*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico e água (90:5:5).

*Solução amostra*: pesar cerca de 1 g da droga e levar à fervura, sob refluxo, com 10 mL de álcool etílico durante 15 minutos. Após o resfriamento, filtrar em algodão.

*Solução referência*: pesar cerca de 1 mg de ácido gálico e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de cloreto férrico a 1% (p/v).

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 1,0%.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 14,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 4,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Polifenóis totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,5 g da droga pulverizada e transferir para um balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água. Aquecer em banho-maria à temperatura entre 85 °C e 90 °C durante 30 minutos. Resfriar em água corrente e transferir

para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o balão de fundo redondo e transferir as águas de lavagem com todo o conteúdo da droga vegetal para o balão volumétrico. Completar o volume com água e homogeneizar. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: diluir 5 mL da *Solução estoque* em balão volumétrico de 25 mL com água e homogeneizar. Transferir 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_a$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol em balão volumétrico de 100 mL com água e homogeneizar. Transferir 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_r$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de polifenóis totais expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{PT} = \frac{\mathrm{A_a} \times m_r \times 62{,}5}{\mathrm{A}_r \times m_a}$$

em que,

PT = teor de polifenóis totais expressos em pirogalol % (p/p);
$m_a$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado;
$A_a$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_r$ = absorvância medida para a *Solução referência*; e
$m_r$ = massa em gramas, de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

**Ácido gálico**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 280 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura de 24 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

*Eluente (A)*: ácido trifluoracético a 0,05% (v/v).

*Eluente (B)*: ácido trifluoracético a 0,05% em álcool metílico (v/v).

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 10 | 85 → 75 | 15 → 25 | gradiente linear |
| 10 - 12,5 | 75 → 60 | 25 → 40 | gradiente linear |
| 12,5 - 15 | 60 → 25 | 40 → 75 | gradiente linear |
| 15 - 17,5 | 25 → 85 | 75 → 15 | gradiente linear |
| 17,5 - 18 | 85 | 15 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca 0,5 g da droga pulverizada e transferir para um balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água. Aquecer em banho-

maria à temperatura entre 85 °C e 90 °C durante 30 minutos. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o balão de fundo redondo e transferir as águas de lavagem com todo conteúdo da droga vegetal para o balão volumétrico. Completar o volume com água e homogeneizar. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Soluções referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de ácido gálico em água, para obter solução a 25 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção do ácido gálico na amostra é de aproximadamente 8 minutos e 30 segundos. Calcular o teor de ácido gálico, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a}{\mathrm{A}_r \times m} \times 250 \times 100$$

em que,

TA = teor de ácido gálico % (p/p);
$C_r$ = concentração do ácido gálico na *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao ácido gálico na *Solução referência*;
$A_a$ = área sob o pico correspondente ao ácido gálico na *Solução amostra*;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação; e
250 = fator de diluição.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

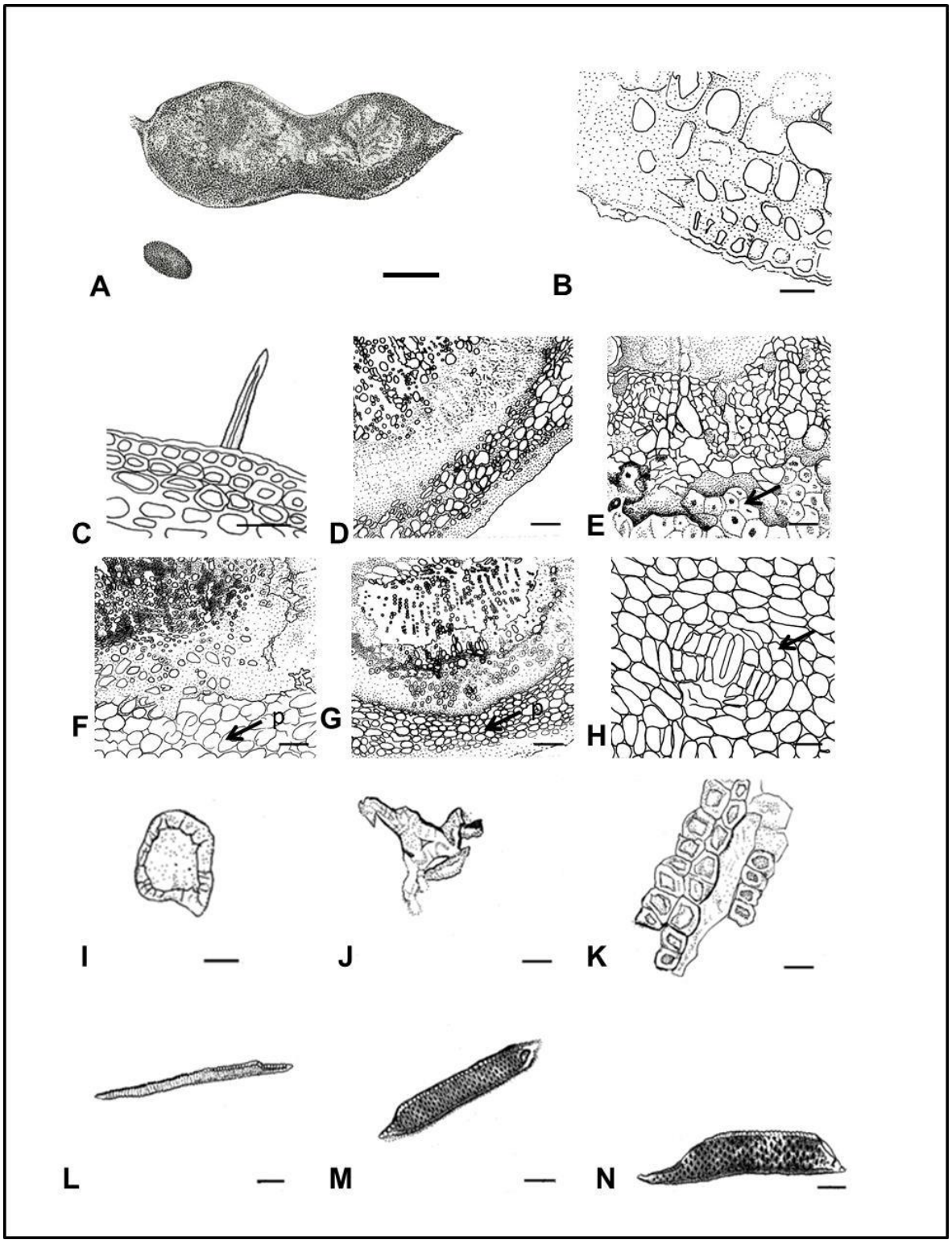



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó do fruto em *Libidibia ferrea* (Mart. ex Tul.) L.P.Queiroz**

As escalas correspondem em **A** a 1 cm; em **B** e **G** a 100 µm; **C, D, E, F e H** a 25 µm; **I, J, K**, **L**, **M** e **N** a 25 µm.
**A** – aspecto geral do fruto e da semente, em vista frontal. **B** - secção transversal do pericarpo do fruto mostrando o colênquima (seta) abaixo da epiderme (seta). **C –** tricoma tector. **D -** secção transversal do pericarpo do fruto. **E -** secção transversal do pericarpo do fruto mostrando o esclerênquima (seta). **F-** células parenquimáticas (seta) e parte de feixe vascular. **G** - feixe vascular e parênquima cortical (seta- p: parênquima). **H** – secção paradérmica na epiderme do pericarpo mostrando estômato ciclocítico (seta). **I-N –** detalhes observados no pó. **I** – macroesclereíde. **J** – esclereíde ramificado. **K** – células parenquimáticas contendo cristais prismáticos. **L** – fibras esclerenquimáticas libriformes. **M** – elemento de vaso com espessamento escalariforme. **N** - elemento de vaso com paredes terminais simples, retas e oblíquas, e com prolongamentos curtos e longos.

# LARANJA-AMARGA, exocarpo
## *Aurantii amari exocarpium*

A droga vegetal consiste de porções secas do exocarpo de *Citrus aurantium* L. subsp. *aurantium* [syn. *Citrus aurantium* L. subsp. *amara* (L.) Engler], correspondente ao flavedo do fruto maduro, isenta da maior parte do mesocarpo, correspondente ao albedo, contendo, no mínimo, 2,0% de óleo volátil.

CARACTERÍSTICAS

A droga tem odor forte, aromático, característico.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

O exocarpo consiste em porções irregulares de até 8 cm de comprimento e até 4 cm de largura. A superfície externa, em vista frontal, é amarelada, pardo-amarelada a castanho-amarelada, grosseiramente ondulada e pontuada por numerosas glândulas secretoras translúcidas. A superfície interna, em vista frontal, é branco-amarelada a pardo-esbranquiçada, rugosa e esponjosa. Em vista lateral as glândulas são visíveis na forma de cavidades.

**B.** Descrição microscópica

O flavedo é composto pela epiderme e pelos tecidos parenquimáticos adjacentes. O albedo é formado pelo parênquima esponjoso. O flavedo, em vista frontal, apresenta epiderme com células pequenas, de diferentes formas, de paredes anticlinais retilíneas, contendo gotas lipídicas. Os estômatos são ciclocíticos e situados um pouco acima das demais células. Glândulas secretoras são visíveis por transparência. Em secção transversal, a cutícula é espessa e lisa; a epiderme é formada por células pequenas, poligonais, com protoplasto denso, contendo cromoplastos e gotas lipídicas/ subepidermicamente ocorrem quatro a cinco camadas amarelo-ocre, colenquimatosas, compactas, formadas por células pequenas, com conteúdo denso, apresentando cromoplastos e gotas lipídicas; abaixo dessas, ocorrem células parenquimáticas maiores, de paredes mais delgadas, com espaços intercelulares visíveis, grande quantidade de gotas lipídicas e de monocristais prismáticos de oxalato de cálcio, de diferentes formas e tamanhos. Nas primeiras camadas desse parênquima ocorrem glândulas esquizolisígenas, circulares a ovoides, com até 1,0 mm de diâmetro, em diferentes fases de desenvolvimento e dispostas irregularmente. O parênquima localizado lateralmente às glândulas é formado por células alongadas, compactas, com grande quantidade de gotas lipídicas e cristais. Pequenos feixes vasculares colaterais estão distribuídos nesse tecido. Elementos de vaso com espessamento helicoidal são visíveis longitudinalmente. O parênquima mais interno é frouxo e constituído por células hialinas de paredes delgadas e de diferentes formas e tamanhos, contendo monocristais. O parênquima próximo ao albedo apresenta células de maior volume, de paredes mais espessas e menor quantidade de cristais. Cristais de hesperidina são comuns em todos os parênquimas. O albedo é constituído por parênquima esponjoso, com células braciformes, com amplos espaços intercelulares e com poucos cristais e gotas lipídicas.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a subespécie, menos os caracteres macroscópicos. Pó de coloração pardo-clara. Com a adição de hidrato de cloral são característicos: fragmentos de epiderme do flavedo com células conforme descritas, em vista frontal; fragmentos de epiderme do flavedo com estômatos, em vista frontal; fragmentos do flavedo, em secção transversal, apresentando epiderme e parênquima colenquimatoso; fragmentos de parênquima colenquimatoso,

em secção transversal; fragmentos do parênquima do flavedo, com células contendo gotas lipídicas, em secção transversal; fragmentos do parênquima do flavedo, em secção transversal, contendo gotas lipídicas, monocristais de oxalato de cálcio e cristais de hesperidina; fragmentos do parênquima do flavedo, em secção transversal, com porções de feixes vasculares, observados em vista longitudinal; fragmentos do parênquima do flavedo, em secção transversal, contendo gotas lipídicas e cristais de hesperidina; fragmentos do flavedo com porções de glândulas secretoras, em secção transversal; fragmentos do parênquima do flavedo, em secção transversal, com porção de feixe vascular, observado em vista longitudinal; fragmentos de parênquima com cristais de hesperidina; idioblastos cristalíferos do flavedo, com monocristais de oxalato de cálcio, em secção transversal; cristais de oxalato de cálcio isolados; cristais de hesperidina isolados, em forma de agulha, somente observados com adição de lugol; porções de elementos traqueais com espessamento helicoidal, em vista longitudinal; fragmentos do albedo, em pequena quantidade, em secção transversal ou longitudinal.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico e água, (75:15:10).

*Solução amostra*: adicionar a 1 g da droga pulverizada (710 µm) **(5.2.11)**, 10 mL de álcool metílico. Aquecer em banho-maria a, aproximadamente, 60 °C, por 10 minutos, agitando frequentemente. Esfriar e filtrar.

*Solução referência*: dissolver 1 µg de naringina e 10,0 µg de ácido cafeico em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. A seguir, nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR (Reagente Natural A) a 1% (p/v) em álcool metílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| | Zona de fluorescência azul clara<br>Zona de fluorescência azul claro |
| Ácido cafeico: zona de fluorescência azul claro | |
| | Zona de fluorescência azul clara<br>Zona de fluorescência azul claro |
| Naringina: zona de fluorescência verde intensa | Zona de fluorescência verde intensa |
| | Zona de fluorescência vermelha<br>Zona de fluorescência laranja |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Água (5.2.20.2).** *Método azeotrópico*. No máximo 10,0%. Determinar em 20,0 g da amostra pulverizada (355 μm) **(5.2.11)**.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 7,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 500 mL contendo 200 mL de água como líquido de destilação. Adicionar 0,5 mL de xileno no tubo graduado. Utilizar droga vegetal pulverizada (710 μm) **(5.2.11)**. Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil, a partir de 15 g da droga em pó. Destilar durante 90 minutos. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

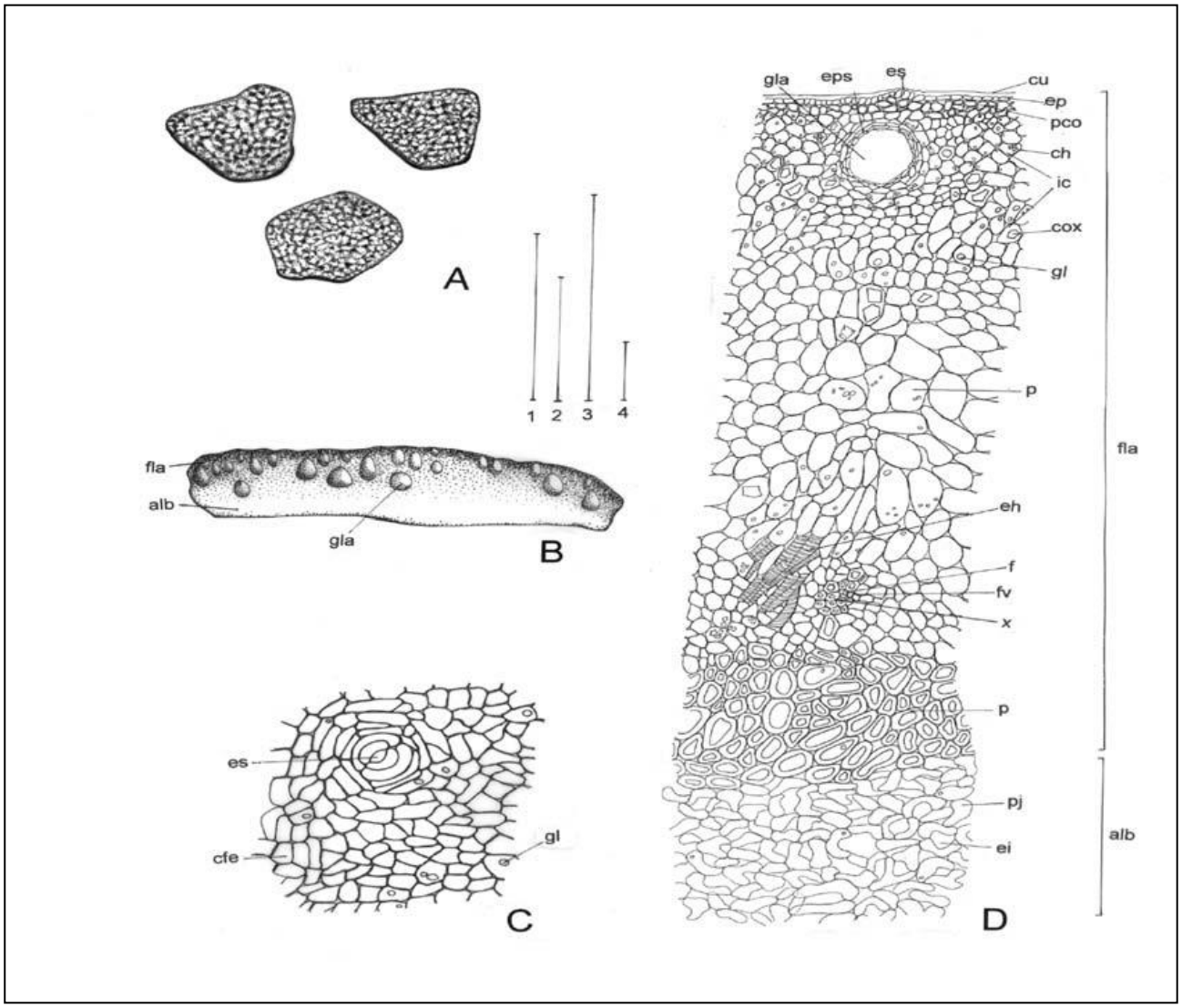



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Citrus aurantium* L. subsp. *aurantium***

As escalas correspondem em **A** a 1 cm (régua 1); em **B** a 0,5 cm (régua 2); em **C** a 100 μm (régua 3); em **D** a 100 μm (régua 4).

**A** – representação esquemática da superfície externa da droga, em vista frontal. **B** – representação esquemática da droga, em secção transversal: albedo (alb); flavedo (fl a); glândula secretora (gla). **C** – detalhe de uma porção da epiderme do flavedo, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es); gota lipídica (gl). **D** – detalhe de porção da droga, em secção transversal: albedo (alb); cristal de hesperidina (ch); cristal de oxalato de cálcio (cox); cutícula (cu); elemento de vaso com espessamento helicoidal (eh); espaço intercelular (ei); epiderme (ep); epitélio secretor (eps); estômato (es); floema (f); flavedo (fl a); feixe vascular (fv); gota lipídica (gl); glândula secretora (gla); idioblasto cristalífero (ic); parênquima (p); parênquima colenquimatoso (pco); parênquima esponjoso (pj); xilema (x).

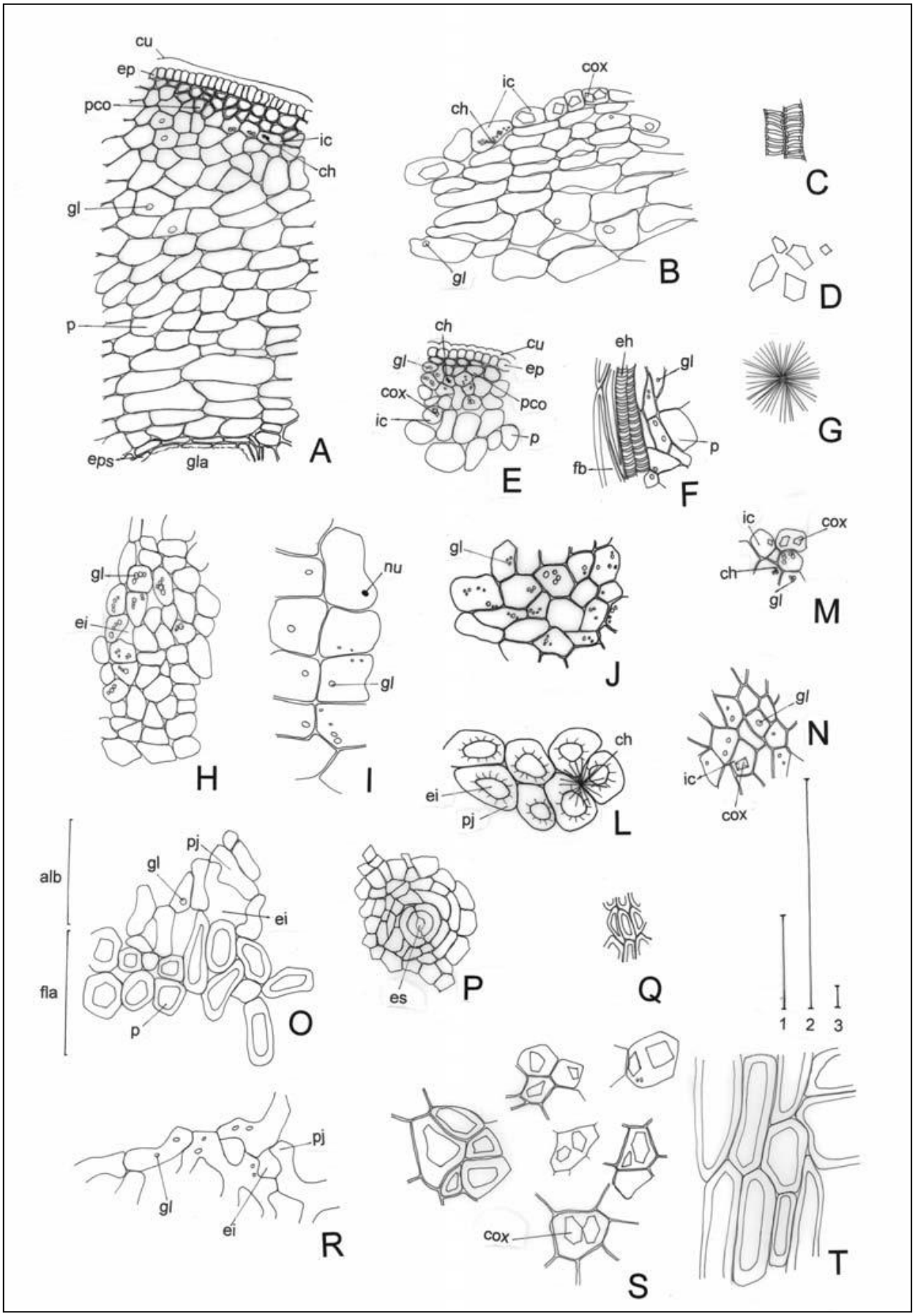



**Figura 2** – **Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Citrus aurantium* L. subsp. *aurantium***

As escalas correspondem em **A** até **G**, **I** até **O** e **R** até **T** a 100 µm (régua 1); em **H** e **P** a 100 µm (régua 2); em **Q** a 100 µm (régua 3).

**A** – fragmento do flavedo com epiderme, parênquimas e restos de epitélio secretor, em secção transversal: cristal de hesperidina (ch); cutícula (cu); epiderme (ep); epitélio secretor (eps); gota lipídica (gl); glândula secretora (gla); idioblasto cristalífero (ic); parênquima (p); parênquima colenquimatoso (pco). **B** – fragmento de parênquima do flavedo, em secção transversal: cristal de hesperidina (ch); cristal de oxalato de cálcio (cox); gota lipídica (gl); idioblasto cristalífero (ic). **C** – porção de elementos traqueais com espessamento helicoidal, em vista longitudinal. **D** – cristais de oxalato de cálcio isolados. **E** – fragmento do flavedo, em secção transversal: cristal de hesperidina (ch); cristal de oxalato de cálcio (cox); cutícula (cu); epiderme (ep); gota lipídica (gl); idioblasto cristalífero (ic); parênquima (p); parênquima colenquimatoso (pco). **F** – fragmento de parênquima do flavedo, em secção transversal, com porção de feixe vascular, observado em vista longitudinal: elemento de vaso com espessamento helicoidal (eh); fibra (fb); gota lipídica (gl); parênquima (p). **G** – cristal de hesperidina, somente observado com adição de lugol. **H** – fragmento de parênquima do flavedo, em secção transversal: espaço intercelular (ei); gota lipídica (gl). **I** – fragmento de parênquima do flavedo em secção transversal, contendo gotas lipídicas: gota lipídica (gl); núcleo (nu). **J** – fragmento da epiderme, em vista frontal: gota lipídica (gl). **L** – fragmento do albedo, em vista frontal: cristal de hesperidina (ch); espaço intercelular (ei); parênquima esponjoso (pj). **M** – fragmento de parênquima do flavedo, em secção transversal: cristal de hesperidina (ch); cristal de oxalato de cálcio (cox); gota lipídica (gl); idioblasto cristalífero (ic). **N** – fragmento de parênquima do flavedo, em secção transversal: cristal de oxalato de cálcio (cox); gota lipídica (gl); idioblasto cristalífero (ic). **O** – fragmento do flavedo e do albedo, em secção transversal: albedo (alb); espaço intercelular (ei); flavedo (fl a); gota lipídica (gl); parênquima (p); parênquima esponjoso (pj). **P** – fragmento de epiderme do flavedo com estômato, em vista frontal: estômato (es). **Q** – fragmento do parênquima colenquimatoso, em secção transversal. **R** – fragmento do albedo, em secção transversal: espaço intercelular (ei); gota lipídica (gl); parênquima esponjoso (pj). **S** – idioblastos cristalíferos do flavedo, em secção transversal: cristal de oxalato de cálcio (cox). **T** – fragmento do flavedo, com células parenquimáticas de paredes espessadas, em secção transversal.

# MACELA, flor
## *Achyroclines flos*

A droga vegetal consiste de inflorescências secas de *Achyrocline satureioides* (Lam.) DC., contendo, no mínimo, 3,0% de flavonoides totais calculados como quercetina, no mínimo, 0,8% de quercetina ($C_{15}H_{10}O_7$, 302,24), e, no mínimo, 0,6% de 3-*O*-metilquercetina ($C_{16}H_{12}O_7$, 316,27).

CARACTERÍSTICAS

As inflorescências possuem coloração variando de amarelo-pálido à amarelo-ouro intenso e odor aromático característico.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

A droga é constituída de flores reunidas em capítulos agrupados em glomérulos, sendo estes por sua vez organizados em cimas paniculiformes. Cada capítulo apresenta quatro a oito flores dimorfas, protegidas por um invólucro subcilíndrico, de 4 a 7 mm de altura, formado por nove a 14 brácteas involucrais escariosas, hialinas, naviculares, imbricadas, dispostas em três ou quatro séries, de coloração amarela, amarelo-clara, amarelo-pálida a esverdeada, ou ainda amarelo-dourada, amarelo-parda a amarelo-avermelhada. Brácteas externas de 2,5 a 3 mm de comprimento; brácteas medianas de 3,5 a 4,5 mm de comprimento; brácteas internas de 3 a 7 mm de comprimento, todas com tricomas tectores simples, lanosos, de 2 a 3 mm de comprimento e/ou tricomas glandulares apenas no seu terço inferior externo. Flores marginais três a seis, pistiladas, com corola filiforme, de 3 a 4,5 mm de comprimento, dentada ou partida no ápice, com tricomas glandulares na porção apical externa; estilete filiforme, bífido, glabro, dilatado próximo à base, com ramos estigmáticos geralmente exsertos na maturação, de ápice truncado, papiloso e com uma coroa de tricomas na porção apical; ovário ínfero, bicarpelar e unilocular, monospérmico; papus unisseriado, com cerca de 20 cerdas brancas, ásperas, livres entre si na base, que alcançam quase a mesma altura da corola, raramente mais. Flores do disco uma a três, perfeitas, com corola tubulosa, estreita, de 3 a 4,5 mm de comprimento; tubo ligeiramente dilatado na base e limbo pentadentado, dentes com tricomas glandulares na face externa; androceu com cinco estames, epipétalos, inseridos na metade inferior da corola, com anteras sinânteras, de 1,5 a 2 mm de comprimento, com deiscência longitudinal e introrsa, sagitadas na base, apresentando duas caudas laciniadas, uma de cada lado; conetivo prolongado em um apêndice apical triangular, levemente obtuso, hialino; ovário, estilete e papus semelhantes aos das flores pistiladas. Fruto aquênio, castanho-claro ou pardo, de 0,7 a 0,8 mm de comprimento, elipsoidal a obovado, levemente comprimido, glabro, de superfície papilosa.

**B.** Descrição microscópica

A face abaxial das brácteas apresenta epiderme formada por células alongadas, de formato retangular. No terço inferior ocorrem tricomas tectores pluricelulares e unisseriados, e/ou glandulares, formados por um pedicelo bi a trisseriado, com três ou quatro camadas de células e por duas células terminais ovalado-alongadas, bem maiores do que as anteriores. Os tricomas glandulares das brácteas medem 60 a 100 μm de comprimento total e sua cabeça possui diâmetro de 30 a 40 μm. O papus é constituído de cerdas longas, formadas por células alongadas, hialinas, de paredes finas, muitas delas projetadas lateralmente. A face abaxial da corola apresenta epiderme formada por células alongadas, de contorno poligonal. Cinco feixes vasculares percorrem longitudinalmente o tubo da corola. As lacínias são cobertas na face externa por tricomas glandulares semelhantes aos das brácteas. Os grãos de pólen apresentam exina espinhosa, são esferoidais e tricolpados, medindo de 17 a 35 μm de diâmetro. O ovário é recoberto por uma camada de células epidérmicas poligonais, seguido por um tecido

parenquimático constituído por várias camadas de células, que na maturação se reduzem a três ou quatro. Internamente, encontra-se apenas um rudimento seminal anátropo, preenchendo totalmente a cavidade ovariana. O estilete apresenta uma expansão globosa próxima à base, constituída por numerosas células arredondadas, de paredes finas. O fruto, quando maduro, apresenta um pericarpo formado por três ou quatro camadas de células.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração amarela ou uma variante de amarelo; brácteas involucrais ou seus fragmentos; fragmentos de corola das flores liguladas; fragmentos de corola das flores tubulosas; fragmentos do tubo da corola com células alongadas, de contorno poligonal, com ou sem porções de feixes vasculares; fragmentos de lacínias da corola com tricomas glandulares, como os descritos em microscopia; tricomas glandulares esparsos; cerdas do papus ou seus fragmentos com células projetadas lateralmente; estames ou partes destes com anteras sagitadas na base e cauda laciniada; grãos de pólen como os descritos; estiletes bífidos de base dilatada, ou fragmentos destes; aquênios como os descritos; fragmentos do pericarpo; fragmentos do tegumento da semente.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: celulose.

*Fase móvel*: clorofórmio, ácido acético e água (50:45:5).

*Solução amostra*: adicionar 0,3 g da droga em 15 mL de álcool metílico e agitar durante 20 minutos. Filtrar e secar o filtrado em banho-maria. Suspender o resíduo em 1 mL de álcool metílico.

*Solução referência (1)*: preparar solução com concentração de 100 µg/mL de quercetina em álcool metílico.

*Solução referência (2)*: preparar uma solução com concentração de 100 µg/mL de luteolina em álcool metílico.

*Solução referência (3)*: preparar uma solução com concentração de 100 µg/mL de 3-*O*-metilquercetina em álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL das *Soluções referência (1)*, *(2)* e *(3)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR, e, em seguida, com solução de macrogol 400 a 5% (p/v) em álcool metílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm, após, no mínimo duas horas.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução amostra*, a *Solução referência (1)*, a *Solução referência (2)* e a *Solução referência (3)*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Luteolina: zona de fluorescência laranja | Zona de fluorescência laranja |
| 3-*O*-Metilquercetina: zona de fluorescência amarela | Zona de fluorescência amarela |
| Quercetina: zona de fluorescência laranja | Zona de fluorescência laranja |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico, água (100: 17:10).

*Solução amostra*: agitar 0,1 g da droga em 15 mL de álcool metílico durante 20 minutos. Filtrar e secar o filtrado em banho-maria. Suspender o resíduo em 1 mL de álcool metílico.

*Solução referência*: preparar solução com concentração de 200 µg/mL de ácido clorogênico em álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar. Nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR, e, em seguida, com solução de macrogol 400 a 5% (p/v) em álcool metílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados:* no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| | Zona de coloração castanha<br>Zona de fluorescência amarela intensa<br>Zona de coloração azul |
| | Zona de fluorescência amarela<br>Zona de fluorescência amarela<br>Zona de fluorescência amarela<br>Zona de coloração castanha |
| Ácido clorogênico: zona de fluorescência azulada | Zona de fluorescência azulada<br>Zona de coloração amarela<br>Zona de fluorescência azulada |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%. É permitida a presença de pedúnculos e pedicelos das inflorescências, em um comprimento de até 3 cm e correspondendo a um valor máximo de 1,0% do peso seco do conjunto.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 12,5%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 6,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Flavonoides totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,1 g da droga pulverizada (800 µm) **(5.2.11)** em balão de fundo redondo com boca esmerilhada de 100 mL. Acrescentar 15 mL de álcool etílico a 80% (v/v) e aquecer em banho-maria a temperatura de 90 °C, sob refluxo, durante 15 minutos. Após resfriamento filtrar em pequena porção de algodão para balão volumétrico de 25 mL. Retornar o

resíduo da droga e o algodão para o mesmo balão de fundo redondo, adicionar 10 mL de álcool etílico a 80% (v/v). Aquecer, sob refluxo, durante 15 minutos. Filtrar para o mesmo balão volumétrico de 25 mL. Após resfriamento, à temperatura ambiente, completar o volume para 25 mL com álcool etílico a 80% (v/v) e homogeneizar. Diluir alíquota de 10 mL dessa solução em balão volumétrico de 25 mL completando com álcool etílico a 80% (v/v).

*Solução amostra*: transferir 10 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, adicionar 1 mL de solução de cloreto de alumínio a 2% (p/v) em álcool etílico a 80% (v/v), completar o volume com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Solução branco*: transferir 10 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com álcool etílico a 80% (v/v) e homogeneizar.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* em 420 nm, 30 minutos após seu preparo, utilizando a *Solução branco* para o ajuste do zero. Calcular o teor de flavonoides totais expressos como quercetina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TF} = \frac{\mathrm{A} \times \mathrm{FD}}{m \times 561}$$

em que,

TF = teor de flavonoides totais expressos em quercetina % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*;
FD = fator de diluição (156,25);
561 = coeficiente de absorção específica da quercetina; e
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

**Quercetina e 3-*O*-metilquercetina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 357 nm para a 3-*O*-metilquercetina e 371 nm para a quercetina, pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm), mantida a temperatura de 22 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,6 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido trifluoracético (100:0,006).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 5 | 72 → 65 | 28 → 35 | gradiente linear |
| 5 - 13 | 65 | 35 | isocrática |
| 13 - 18 | 65 → 40 | 35 → 60 | gradiente linear |
| 18 - 20 | 40 → 30 | 60 → 70 | gradiente linear |
| 20 - 25 | 30 → 72 | 70 → 28 | gradiente linear |
| 25 - 30 | 72 | 28 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,15 g da droga seca e pulverizada (850 µm) **(5.2.11)** em balão de fundo redondo de 100 mL. Adicionar 15 mL de álcool etílico a 80% (v/v) e levar ao refluxo em banho-maria a 90°C durante 30 minutos. Deixar esfriar a temperatura ambiente. Filtrar o

extrato em algodão para balão volumétrico de 25 mL. Retornar o algodão e o resíduo da droga para o mesmo balão de fundo redondo e extrair novamente, sob refluxo, com mais 10 mL de álcool etílico a 80% (v/v), durante 15 minutos. Esfriar e filtrar para o mesmo balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com álcool etílico a 80% (v/v) e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (1)*: dissolver quantidade exatamente pesada de quercetina em álcool metílico para obter solução a 54 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (2)*: dissolver quantidade exatamente pesada de 3-*O*-metilquercetina em álcool metílico para obter solução a 40 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência (1),* 10 µL da *Solução referência (2)* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Os tempos de retenção para a quercetina e 3-*O*-metilquercetina são cerca de 18 e 19 minutos, respectivamente. Calcular o teor de quercetina e 3-*O*-metilquercetina, separadamente, em porcentagem, considerando as respectivas *Soluções referências*, segundo a expressão:

$$\mathrm{TQ} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a \times 25 \times 100}{\mathrm{A}_r \times m}$$

em que,

TQ = teor de quercetina ou 3-*O*-metilquercetina % (p/p);
$C_r$ = concentração da quercetina ou 3-*O*-metilquercetina na *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à quercetina ou a 3-*O*-metilquercetina na *Solução referência*;
$A_a$ = área sob o pico correspondente à quercetina ou a 3-*O*-metilquercetina na *Solução amostra*; e
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

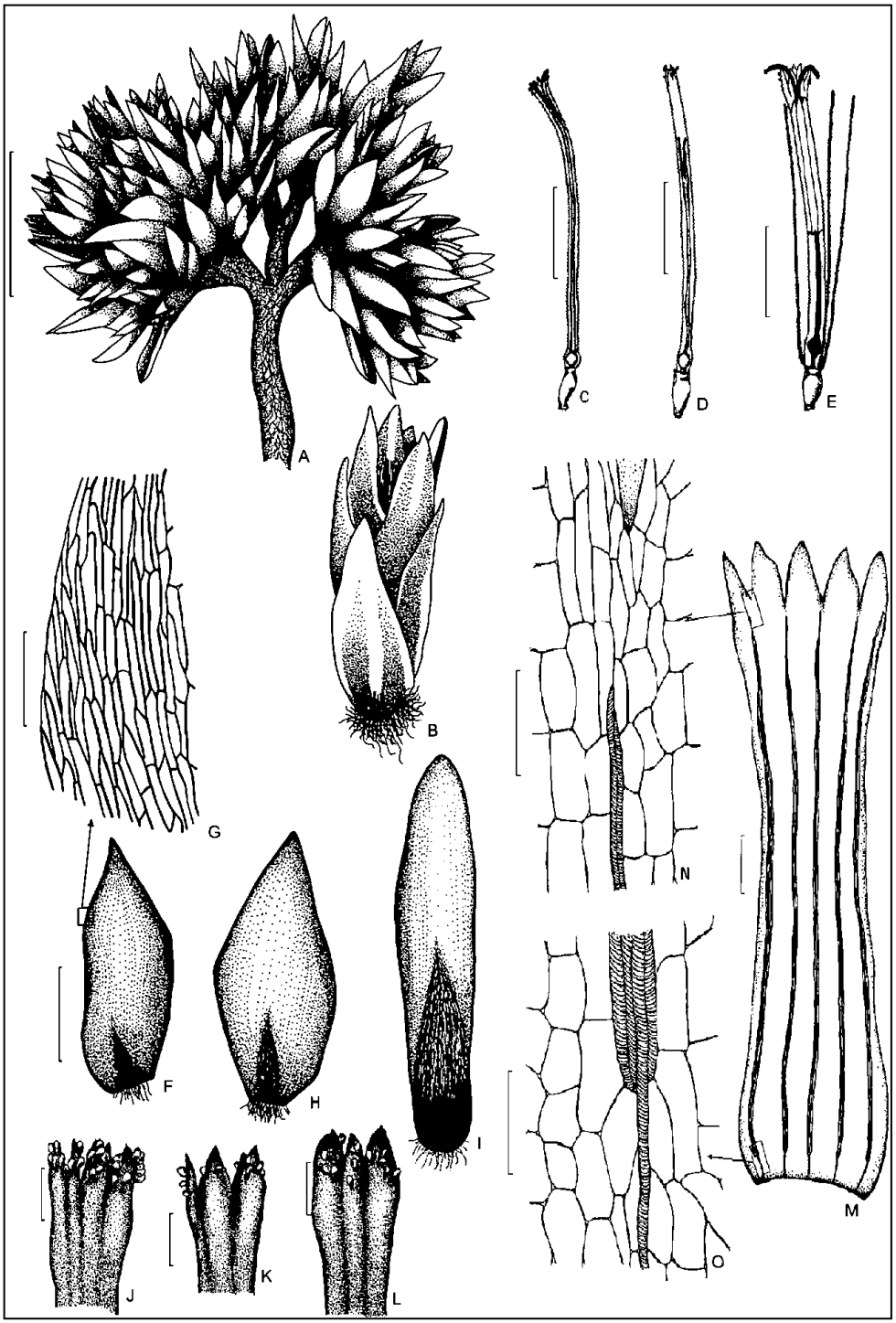



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Achyrocline satureioides* (Lam.) DC.**

As escalas correspondem em **A** a 5 mm, **B**, **C**, **D, E, F, H** e **I** a 1 mm, **G** a 100 μm, **J, K** e **L** a 200 μm, **M** a 300 μm, **N** e **O** a 50 μm.

**A** - aspecto geral de uma inflorescência. **B** - aspecto de um capítulo em vista lateral. **C** e **D** - flores pistiladas em vista lateral. **E** - flor perfeita com cerdas do papus em vista lateral. **F** - aspecto da bráctea externa do capítulo. **G** - detalhe do parênquima da bráctea, como indicado em **F**. **H** - aspecto da bráctea mediana do capítulo. **I** - aspecto da bráctea interna do capítulo. **J** a **L** - porção apical da corola tubulosa, mostrando a variabilidade de número e tamanho dos tricomas glandulares. **M** - aspecto geral da nervação da corola. **N** - detalhe da nervação na porção apical da corola, como indicado em **M**. **O** - detalhe da nervação na porção basal da corola, como indicado em **M**.

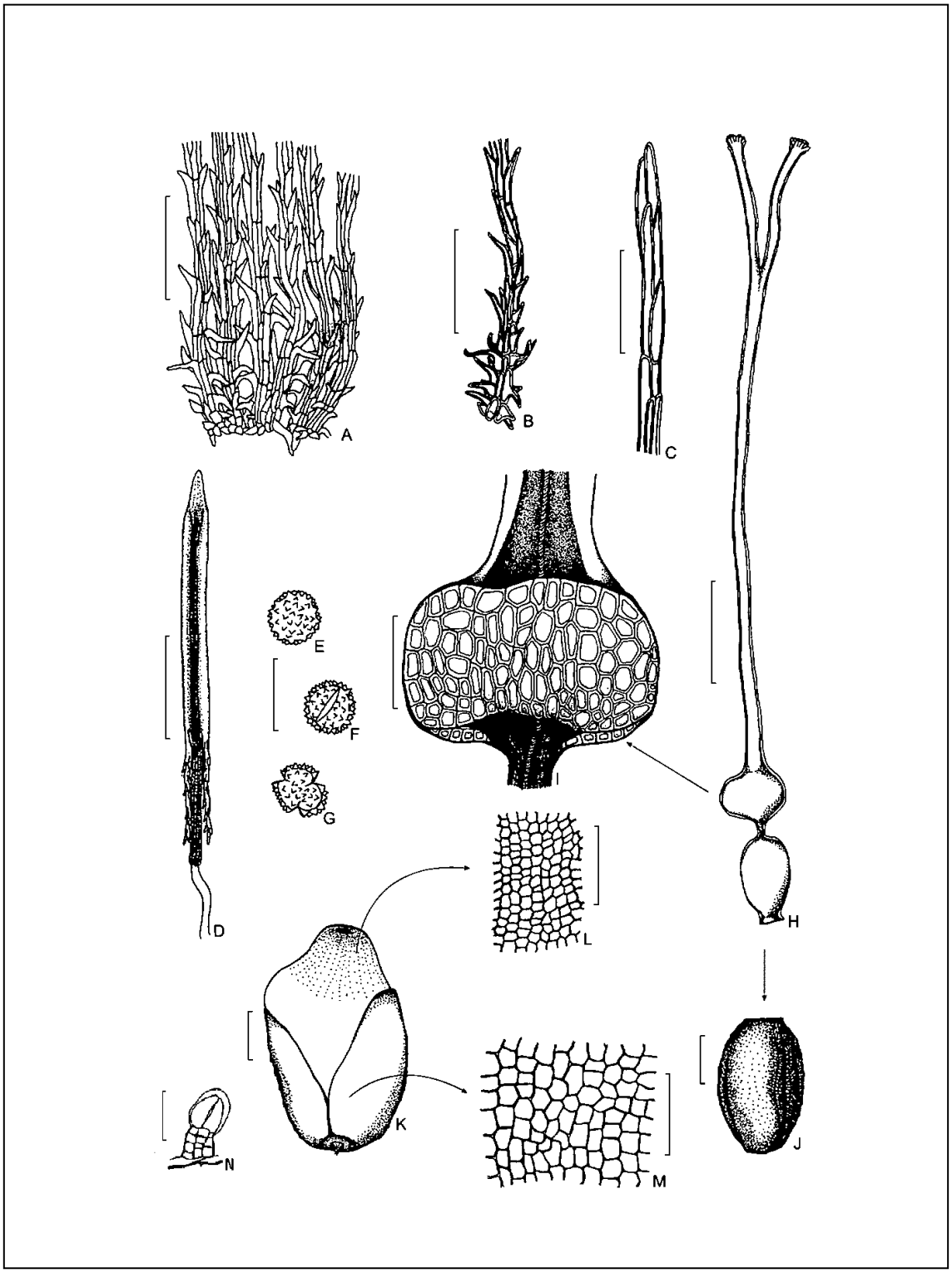



**Figura 2 – Aspectos macroscópicos e microscópicos do pó em *Achyrocline satureioides* (Lam.) DC.**

As escalas correspondem em **A** a 10 μm, **B, C, D, I, L** e **M** a 100 μm, **E, F** e **G** a 30 μm, **H** a 0,5 mm, **J** e **K** a 200 μm, **N** a 50 μm.

**A -** detalhe da base do papus. **B** - base da cerda do papus. **C** - ápice da cerda do papus. **D** - estame, em vista lateral. **E, F** e **G** - grãos de pólen. **H** - aspecto do gineceu em vista lateral. **I** - detalhe do gineceu, na região dilatada indicada em **H**. **J** - detalhe do ovário, na região indicada em **H**. **K** - fruto, em vista lateral. **L** - detalhe de fragmento do tegumento da semente na porção indicada em **K**. **M** - detalhe de fragmento do pericarpo do fruto na porção indicada em **K**. **N** - aspecto de um tricoma glandular com pedicelo trisseriado e duas células terminais.

# MALVA, flor
## *Malvae flos*

A droga vegetal consiste de flores secas, inteiras ou fragmentadas de *Malva sylvestris* L. ou de suas variedades cultivadas.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Flores actinomorfas, com 3 a 6 cm de diâmetro quando abertas; calículo formado por três brácteas esverdeadas, pilosas, elípticas, de até 7 mm de comprimento; cálice gamossépalo na base, formado por cinco sépalas triangulares, pilosas, esverdeadas; corola três a quatro vezes maior que o cálice, com cinco pétalas cuneiformes, cada pétala com nervação escura evidente, pétalas de coloração violácea ou rosada quando frescas e coloração violácea escura quando secas; estames numerosos, soldados pelos filetes formando um tubo estaminal unido à base das pétalas, densamente coberto de tricomas tectores e glandulares, as anteras são monotecas e livres; ovário piloso externamente, com vários carpelos, estiletes unidos, envoltos pelo tubo estaminal e estigmas livres e capitados. Fruto esquizocarpo, raramente presente.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal, as bractéolas, sépalas e pétalas apresentam epiderme uniestratificada, com tricomas tectores simples, unicelulares de ponta curvada e estrelados com duas a seis células de paredes espessadas, além de tricomas glandulares, formados por uma célula basal, duas células no pé e uma cabeça secretora pluricelular, unisseriada; na face abaxial da epiderme das bractéolas e sépalas encontram-se estômatos anomocíticos; no parênquima das sépalas ocorrem idioblastos contendo drusas de oxalato de cálcio; mesofilo das pétalas com grandes idioblastos contendo mucilagem; anteras com epiderme papilosa, pólen globoso, com exina espinhosa, de coloração amarelada e com 110 a 160 µm de diâmetro; o parênquima do ovário apresenta idioblastos com drusas e células mucilaginosas.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: porções de epiderme das bractéolas com estômatos anomocíticos; porções de epiderme das sépalas com estômatos anomocíticos; porções de epiderme de bractéolas, sépalas e pétalas com diferentes tipos de tricomas; fragmentos de parênquima com drusas de oxalato de cálcio; porções de células dos tecidos das pétalas contendo idioblastos mucilaginosos; fragmentos de anteras; restos de tecido da deiscência das anteras; grãos de pólen amarelados com exina espinhosa.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$, com espessura de 250 µm.

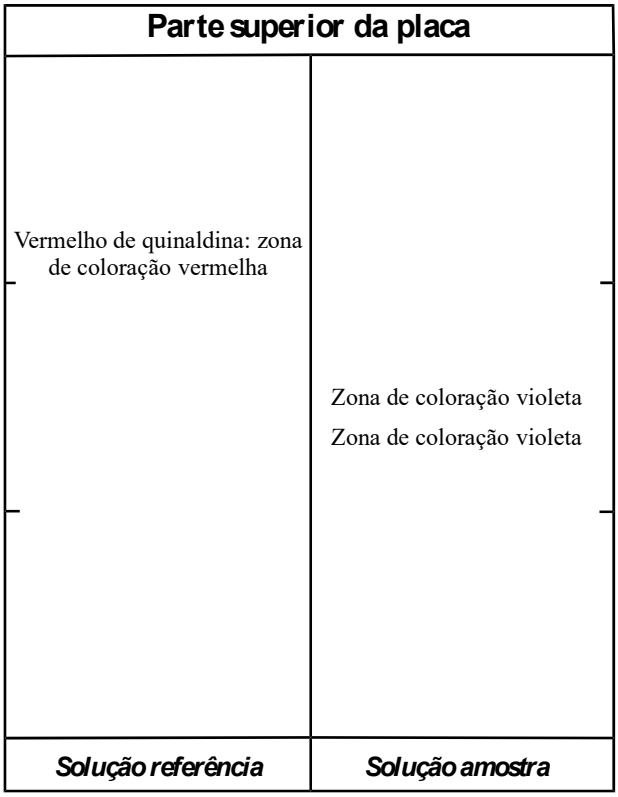
*Fase móvel*: álcool butílico, água e ácido acético (60:30:15).

*Solução amostra*: pesar 1,0 g da droga vegetal, adicionar 10 mL de álcool etílico a 60% (v/v) e agitar mecanicamente durante 15 minutos. Filtrar e secar, à vácuo, o extrato até resíduo, em temperatura máxima de 60 °C. Suspender o resíduo em 5 mL de álcool metílico e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de vermelho de quinaldina em álcool etílico absoluto, para obter a concentração de 0,5 g/L.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar a placa sob a luz visível.

*Resultado*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 12,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 14,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 2,0%.

**Índice de intumescência (5.4.1.11).** No mínimo 15. Determinar em 0,2 g da droga pulverizada e umedecida com 0,5 mL de álcool etílico absoluto.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

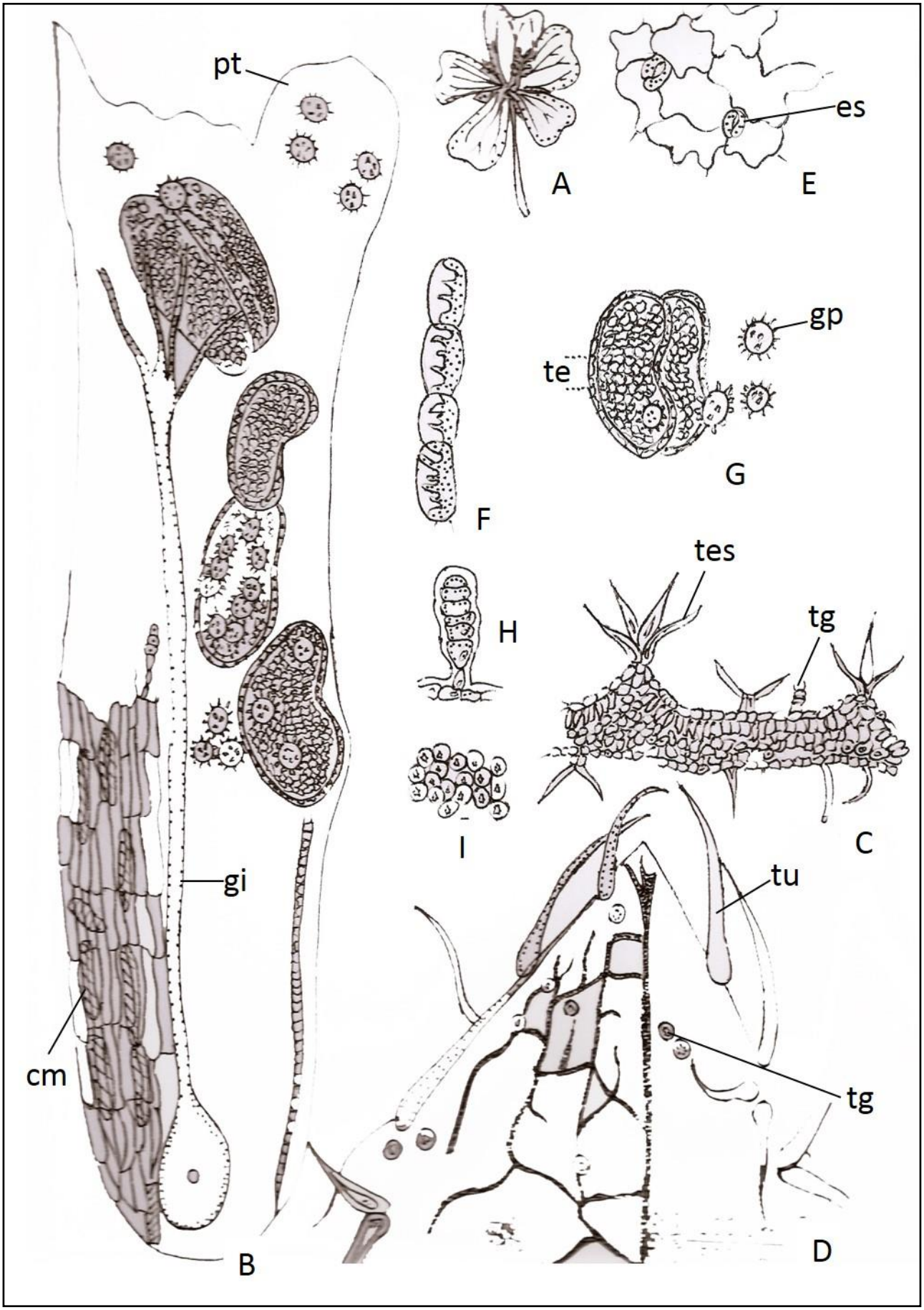



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Malva sylvestris* L.**

**A -** aspecto geral da flor. **B -** fragmento da flor, em vista longitudinal, mostrando as células mucilaginosas (cm) na epiderme da pétala (pt), gineceu (gi) com os estiletes unidos e estigmas separados, anteras com as tecas e grãos de pólen. **C-D -** cálice; **C -** secção transversal da sépala com tricomas glandulares (tg) e tricomas estrelados (tes); **D** – fragmento apical da sépala, em vista frontal, com tricomas glandulares (tg) e tricomas simples unicelulares curvos (tu); **E -** vista frontal de fragmento da epiderme da bractéola com estômatos (es) anomocíticos; **F -** tecido mecânico de deiscência da antera; **G -** anteras monotecas (te) e grãos de pólen (gp); **H -** tricoma glandular unisseriado da corola; **I –** detalhe de fragmento do parênquima de sépalas e bractéolas contendo drusas de oxalato de cálcio.

# MARACUJÁ-AZEDO, folha
## *Passiflorae acetum folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas de *Passiflora edulis* Sims contendo, no mínimo, 1,0% de flavonoides totais, expressos em apigenina ($C_{15}H_{10}O_5$, 270,24).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas simples, glabras, subcoriáceas, de coloração verde clara. Lâminas profundamente divididas em três lobos, muito raramente bilobadas ou sem lobos, com 7 a 16 cm de comprimento e 6 a 20 cm de largura; base reentrante, ápice acuminado e margem serrilhada. Nervação palmatinérvea, com tricomas tectores na nervura principal da face abaxial. Pecíolo com 1 a 4 cm, canaliculado na parte superior, com um par de nectários extraflorais. É comum a ocorrência de gavinhas no pecíolo. Difere de *Passiflora alata*, pois essa apresenta folha inteira, margem lisa, nervação peninérvea, desprovida de tricomas tectores na região da nervura principal.

**B.** Descrição microscópica

Folhas hipoestomáticas e de simetria dorsiventral. A epiderme, em vista frontal, apresenta células de formato poliédrico, com paredes anticlinais levemente ondeadas em ambas as faces. A cutícula é lisa. Os estômatos são paracíticos, anisocíticos e anomocíticos. Tricomas tectores unicelulares ocorrem na região da nervura principal, na face abaxial. Em secção transversal, a cutícula é espessa, a epiderme é uniestratificada e o mesofilo é constituído por uma a três camadas de parênquima paliçádico e várias camadas de parênquima esponjoso. Drusas de oxalato de cálcio ocorrem nos parênquimas. Na nervura principal, em secção transversal, a face adaxial apresenta uma protuberância e a face abaxial é convexa. A epiderme, na região da protuberância, apresenta tricomas tectores unicelulares. Sob ambas as epidermes, células de colênquima interrompem o parênquima clorofiliano. O sistema vascular compõe-se de quatro feixes vasculares dispostos centralmente. Drusas ocorrem na porção interna do floema. O pecíolo, em secção transversal, apresenta na face adaxial dois lobos pouco proeminentes, sendo a face abaxial pouco convexa na região central. Internamente à epiderme ocorre preenchimento por colênquima e o restante por parênquima. O sistema vascular é formado por um feixe vascular em cada lobo da face adaxial e por um grupo de feixes centrais, de disposição anelar. Idioblastos com drusas ocorrem internamente ao floema, em menor número, no parênquima e no colênquima.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração verde-amarelada; fragmentos de epiderme da face adaxial com células como as descritas, sem estômatos; fragmentos de epiderme da face abaxial com células como as descritas, com estômatos, como descritos; fragmentos de epiderme sobre a nervura apresentando tricomas tectores unicelulares; fragmentos de tecido vascular em secções transversal ou longitudinal, com idioblastos contendo drusas; drusas isoladas; fragmentos de tecido paliçádico e esponjoso com raras drusas.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel G.

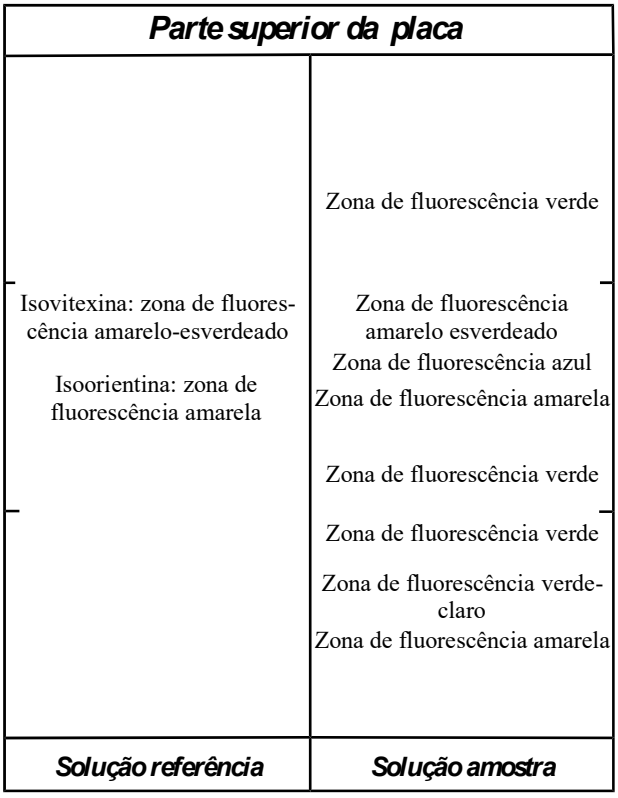
*Fase móvel*: acetato de etila, acetona, ácido acético e água (60:20:10:10).

*Solução amostra*: agitar, em banho de ultrassom, durante 10 minutos, uma dispersão a 50 mg/mL do pó fino da droga vegetal em mistura de álcool etílico e água (1:1). Filtrar.

*Solução referência*: soluções a 1 mg/mL de isovitexina, isoorientina em álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR, seguido de solução de macrogol 4000 a 5% (p/v) em álcool metílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Para diferenciar da espécie da *P. alata* utilizar o mesmo sistema cromatográfico empregando solução de anisaldeído sulfúrico como revelador. Não deve apresentar manchas de coloração azul-esverdeado intensas, indicando a presença de saponinas apenas em *P. alata*.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 340 nm; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm); fluxo da *Fase móvel* de 1,0 mL/minuto.

*Eluente (A)*: ácido fosfórico a 0,05% (v/v).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) %*** | ***Eluente (B) %*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 – 15 | 90 → 80 | 10 → 20 | gradiente linear |

| | | | |
|---|---|---|---|
| 15 – 30 | 80 | 20 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,5 g da droga seca e pulverizada (180 µm) **(5.2.11)** e colocar em balão volumétrico de 50 mL. Adicionar aproximadamente 30 mL de solução de álcool etílico e água (1:1), agitar por ultrassom por 10 minutos e completar o volume com o mesmo solvente. Homogeneizar e filtrar o extrato em papel de filtro. Concentrar o extrato sob pressão reduzida e suspender em uma mistura álcool metílico e água (1:1) a uma concentração de 2 mg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (1)*: transferir, quantitativamente, 1 mg de isovitexina, pesada, com exatidão, para balão volumétrico de 10 mL e adicionar cerca de 7 mL de solução de álcool etílico e água (1:1). Homogeneizar em banho de ultrassom por 10 minutos. Completar o volume com a mesma solução e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (2)*: transferir, quantitativamente, 1 mg de isoorientina, pesada, com exatidão, para balão volumétrico de 10 mL e adicionar cerca de 7 mL de solução de álcool etílico e água (1:1). Homogeneizar em banho de ultrassom por 10 minutos. Completar o volume com a mesma solução e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência (1)*, 20 µL da *Solução referência (2)* e 20 µL da *Solução amostra*. O cromatograma da *solução amostra* deve apresentar três picos majoritários de intensidade semelhante, sendo identificados aqueles com tempo de retenção relativos de 1 e 1,22 para isoorientina e isovitexina, respectivamente; apresenta ainda um pico adicional bastante intenso não identificado em 0,80.

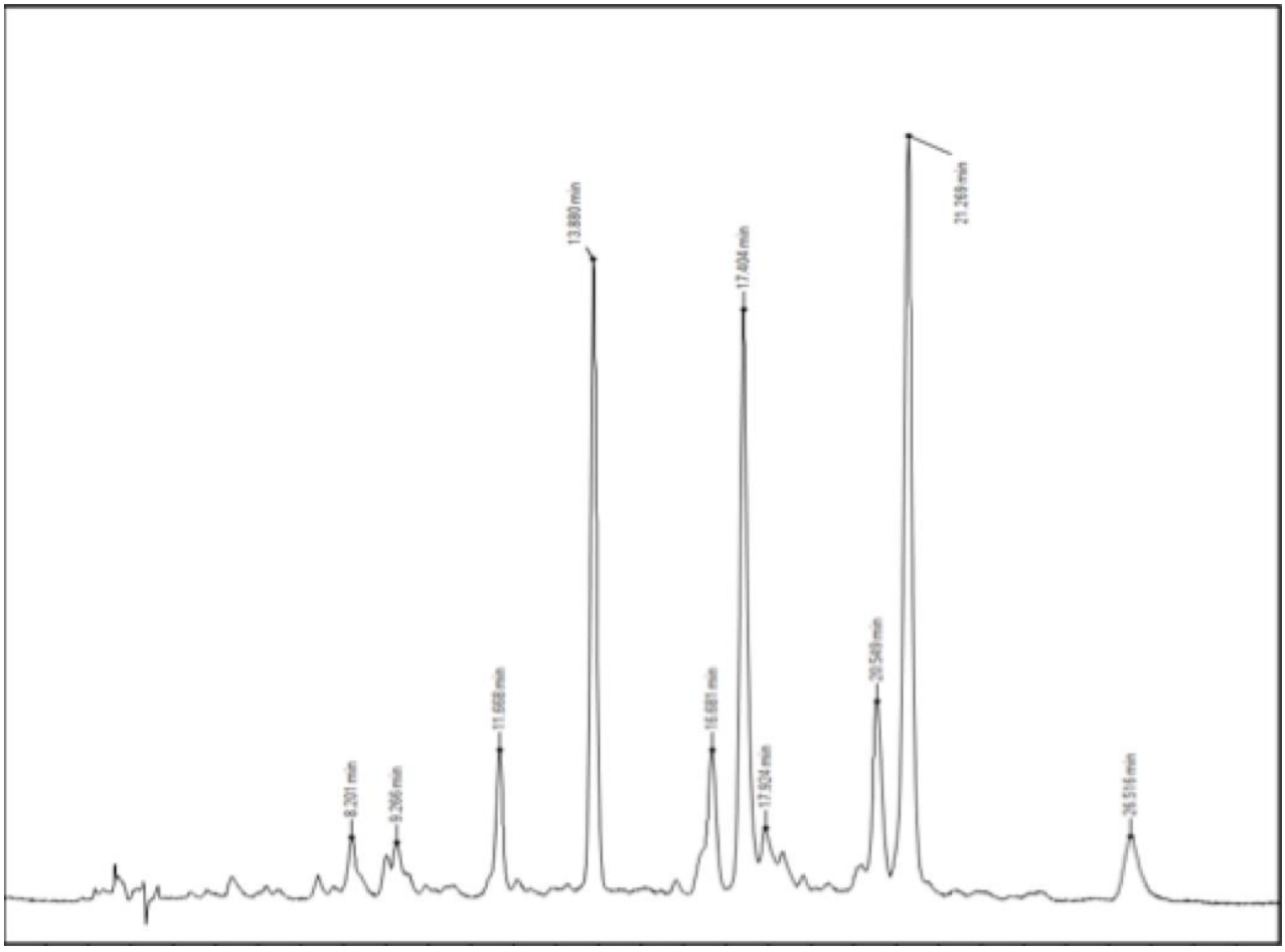



**Figura 1 – Cromatograma ilustrativo do perfil da *solução amostra* de *Passiflora edulis* Sims.**

TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico.* No máximo 11,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 10,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Índice de espuma (5.4.1.8).** Utilizar 1 g da droga pulverizada (180 μm) **(5.2.11)**. Calcular o índice de espuma conforme a seguinte expressão:

$$\mathrm{IE} = \frac{1000}{\mathrm{P} \times \mathrm{V}}$$

em que,

IE = índice de espuma;
P = percentual da droga vegetal utilizada no preparo do decocto; e
V = volume, em mililitros, do decocto usado para preparação da diluição no tubo de ensaio com espuma de 1 cm de altura.

O IE é, no máximo, 100.

DOSEAMENTO

**Flavonoides totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,400 g de droga pulverizada (180 μm) **(5.2.11)** e colocar em balão de fundo redondo de 50 mL. Adicionar 20 mL de álcool etílico a 50% (v/v) e aquecer, sob refluxo, por 30 minutos. Filtrar a mistura para balão volumétrico de 50 mL utilizando algodão. Retornar o algodão para o mesmo balão de refluxo e adicionar 20 mL de álcool etílico a 50% (v/v), mantendo em refluxo por mais 30 minutos. Filtrar em papel de filtro para o balão volumétrico de 50 mL, completar o volume com álcool etílico a 50% (v/v) e homogeneizar.

*Solução amostra*: transferir 0,8 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 10 mL. Adicionar 0,8 mL de cloreto de alumínio a 2% (p/v) em álcool etílico a 50% (v/v), completar o volume com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Solução branco*: transferir 0,8 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com álcool etílico a 50% (v/v) e homogeneizar.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* em 397 nm, em cubeta de 1 cm, 30 minutos após seu preparo, utilizando a *Solução branco* para o ajuste do zero. Calcular o teor de flavonoides totais, expressos em apigenina, em porcentual (p/p), segundo a expressão:

$$\mathrm{TF} = \frac{\mathrm{A} \times 625}{m \times 365{,}3}$$

em que,

TF = teor de flavonoides totais expressos em apigenina % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*;
625 = fator de diluição;
365,3 = coeficiente de absorção específica da apigenina; e
*m*= massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

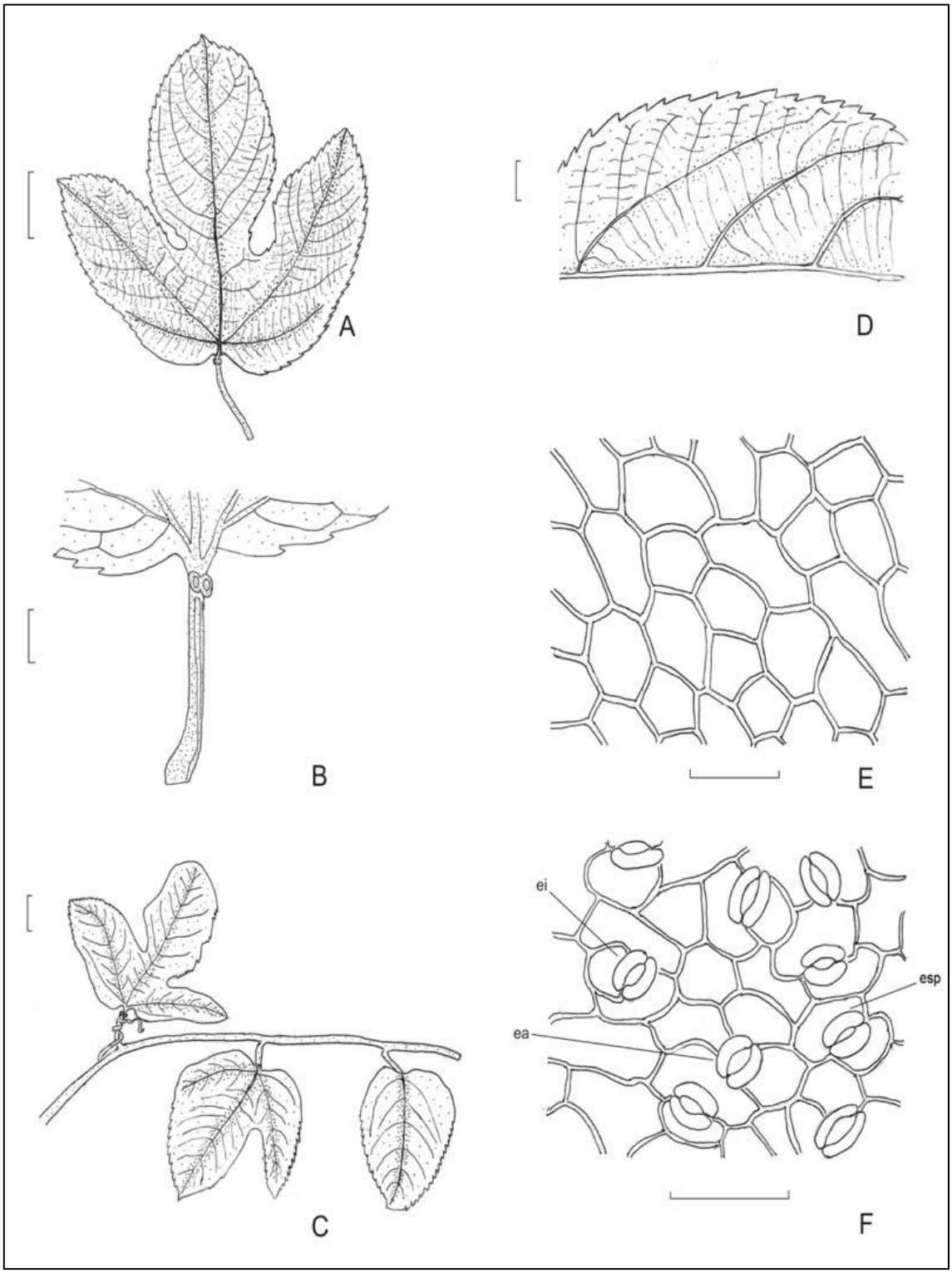



**Figura 2 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Passiflora edulis* Sims**

_____

As escalas correspondem em **A** e **C** a 3 cm; em **B** e **D** a 1 cm; em **E** e **F** a 50 μm.
**A** – aspecto geral da folha, mostrando a nervação palmatinérvea, ápice acuminado, base reentrante e margem serrilhada. **B** – detalhe do pecíolo com um par de nectários extraflorais. **C** – detalhe do ramo mostrando heterofilia e gavinha aderida ao pecíolo. **D** – detalhe da margem foliar serrilhada. **E** – epiderme voltada para a face adaxial da lâmina foliar, em vista frontal. **F** – epiderme voltada para a face abaxial da lâmina foliar, em vista frontal: estômato anomocítico (ea); estômato anisocítico (ei); estômato paracítico (esp).

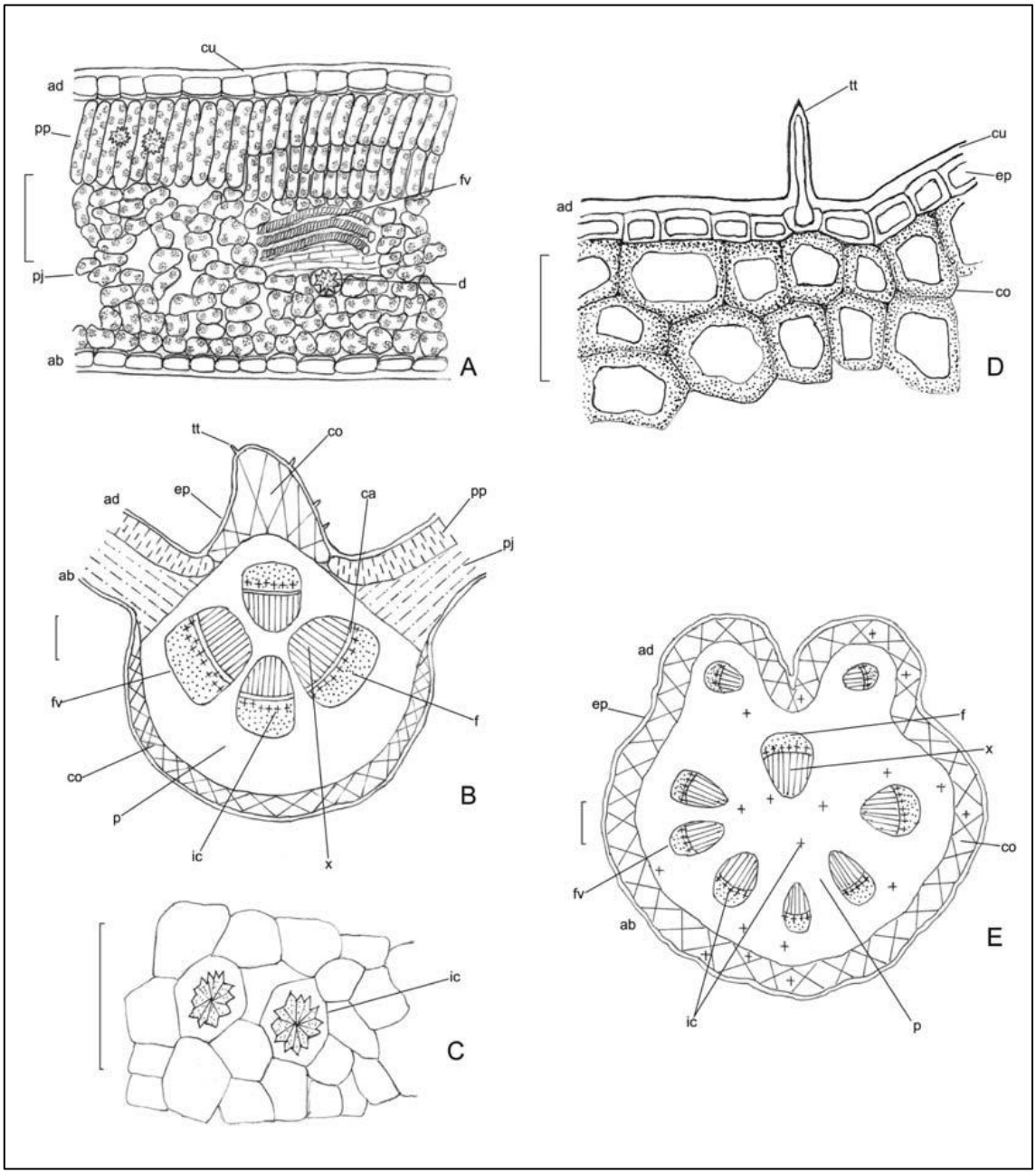



**Figura 3 - Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Passiflora edulis* Sims**

_____

As escalas correspondem em **A** a 100 μm; em **B**, **C** e **D** a 500 μm; em **E** a 50 μm.

**A** – secção transversal do mesofilo: face abaxial (ab); face adaxial (ad); cutícula (cu); drusa (d); feixe vascular (fv); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp). **B** – esquema de porção da lâmina foliar na nervura principal, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); câmbio (ca); colênquima (co); epiderme (ep); floema (f); feixe vascular (fv); inclusão celular (ic); parênquima (p); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); tricoma tector (tt); xilema (x). **C** – detalhe da secção transversal do pecíolo mostrando drusas no feixe vascular: inclusão celular (ic). **D** – detalhe da face adaxial da porção da lâmina foliar na nervura principal, em secção transversal, mostrando o tricoma tector unicelular: face adaxial (ad); colênquima (co); cutícula (cu); epiderme (ep); tricoma tector (tt). **E** – esquema do aspecto geral da secção transversal do pecíolo: face abaxial (ab); face adaxial (ad); colênquima (co); epiderme (ep); floema (f); feixe vascular (fv); inclusão celular (ic); parênquima (p); xilema (x).

# MARACUJÁ-DOCE, folha
## *Passiflorae dulcis folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas de *Passiflora alata* Curtis, contendo, no mínimo, 1,0% de flavonoides totais, expressos em apigenina ($C_{15}H_{10}O_5$, 270,24).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas simples, glabras, subcoriáceas, de coloração verde clara. Lâminas ovaladas ou oblongas, de 7 a 20 cm de comprimento e 4 a 15 cm de largura, base arredondada ou ligeiramente reentrante, ápice acuminado e margem lisa. Nervação peninérvea. Pecíolo com 2 a 7 cm de comprimento, profundamente canaliculado na parte superior, com um ou geralmente dois pares de nectários extraflorais. É comum a ocorrência de gavinhas no pecíolo. Difere de *Passiflora edulis*, pois esta apresenta folha trilobada, margem serrilhada, nervação palmatinérvea e tricomas tectores na região da nervura principal.

**B.** Descrição microscópica

Folhas hipoestomáticas e de simetria dorsiventral. A epiderme, em vista frontal, apresenta células de formato poliédrico, com paredes anticlinais ondeadas em ambas as faces. A cutícula é lisa. Os estômatos são paracíticos, anisocíticos e anomocíticos. Em secção transversal, a cutícula é espessa, a epiderme é uniestratificada e o mesofilo está constituído por uma a três camadas de parênquima paliçádico e várias camadas de parênquima esponjoso. Drusas de oxalato de cálcio ocorrem nos parênquimas e especialmente na região das nervuras. Na região da nervura principal, em secção transversal, a face adaxial apresenta pouca convexidade e a face abaxial possui uma convexidade bastante angulosa. Sob ambas as epidermes, células de colênquima interrompem o parênquima clorofiliano, ocorrendo um anel vascular central circundado por células de esclerênquima ou um anel vascular contínuo. Drusas ocorrem em todo o tecido fundamental, no colênquima e também no floema. O pecíolo, em secção transversal, apresenta face adaxial côncava, com duas projeções laterais. A face abaxial é convexa, com uma única projeção central. Internamente à epiderme ocorre preenchimento por colênquima e o restante por parênquima. O sistema vascular é formado por feixes centrais e dois outros localizados nas projeções laterais da face adaxial. Grande quantidade de idioblastos com drusas ocorre em todo o colênquima, parênquima e feixes vasculares.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração verde-amarelada; fragmentos de epiderme da face adaxial com células como as descritas, sem estômatos; fragmentos de epiderme da face abaxial com células como as descritas, com estômatos como descritos; fragmentos de mesofilo em secção transversal, com idioblastos contendo drusas; drusas isoladas; fragmentos de tecido vascular.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel G.

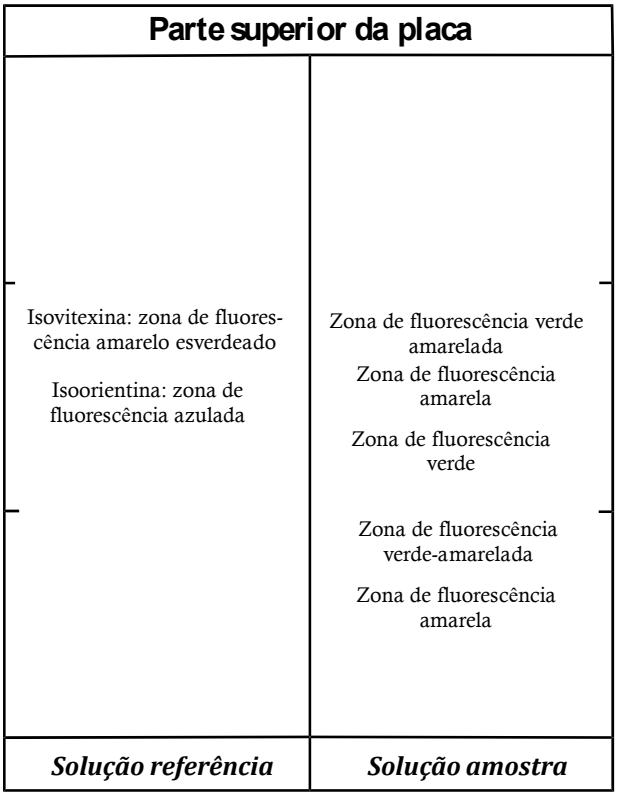
*Fase móvel*: acetato de etila, acetona, ácido acético e água (6:2:1:1).

*Solução amostra*: agitar, em banho de ultrassom, durante 10 minutos, uma dispersão a 50 mg/mL do pó fino da droga vegetal em mistura de álcool etílico e água (1:1). Filtrar.

*Solução referência*: soluções a 1 mg/mL de isovitexina, isoorientina em álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR seguido de solução de macrogol 4000 a 5% (p/v) em álcool metílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Para diferenciar da espécie da *P. edulis* utilizar o mesmo sistema cromatográfico empregando solução de anisaldeído sulfúrico como revelador. Deve apresentar manchas de coloração azul-esverdeado intensas indicando a presença de saponinas.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 340 nm; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm); fluxo da *Fase móvel* de 1,0 mL/minuto.

*Eluente (A)*: ácido fosfórico a 0,05% (v/v).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) %*** | ***Eluente (B) %*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 – 15 | 90 → 80 | 10→20 | gradiente linear |
| 15 – 30 | 80 | 20 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,5 g da droga seca e pulverizada (180 µm) **(5.2.11)** e colocar em balão volumétrico de 50 mL. Adicionar aproximadamente 30 mL de solução de álcool etílico e água (1:1), agitar em banho de ultrassom durante 10 minutos e completar o volume com o mesmo solvente. Homogeneizar e filtrar o extrato em papel de filtro. Concentrar o extrato sob pressão reduzida e suspender em uma mistura álcool metílico e água (1:1) a uma concentração de 2 mg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (1)*: transferir, quantitativamente, 1 mg de isovitexina, pesada, com exatidão, para balão volumétrico de 10 mL e adicionar cerca de 7 mL de solução de álcool etílico e água (1:1). Homogeneizar em banho de ultrassom durante 10 minutos. Completar o volume com mesma solução e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (2)*: transferir, quantitativamente, 1 mg de vitexina-2''-*O*-ramnosídeo, pesada, com exatidão, para balão volumétrico de 10 mL e adicionar cerca de 7 mL de solução de álcool etílico e água (1:1). Homogeneizar em banho de ultrassom durante 10 minutos. Completar o volume com mesma solução e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (3)*: transferir 1 mg de isoorientina pesada, com exatidão, para balão volumétrico de 10 mL e adicionar cerca de 7 mL de solução de álcool etílico e água (1:1). Homogeneizar em banho de ultrassom durante 10 minutos. Completar o volume com mesma solução. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência (1)*, 20 µL da *Solução referência (2)*, 20 µL da *Solução referência (3)* e 20 µL da *Solução amostra*. O cromatograma da *Solução amostra* deve apresentar três picos principais, sendo o primeiro e o segundo com tempos de retenção relativos de 0,88 e 1,0 para isoorientina e vitexina-2''-*O*-ramnosídeo, respectivamente. Diferencia-se da *P. edulus* pela presença de vitexina-2''-*O*-ramnosídeo.

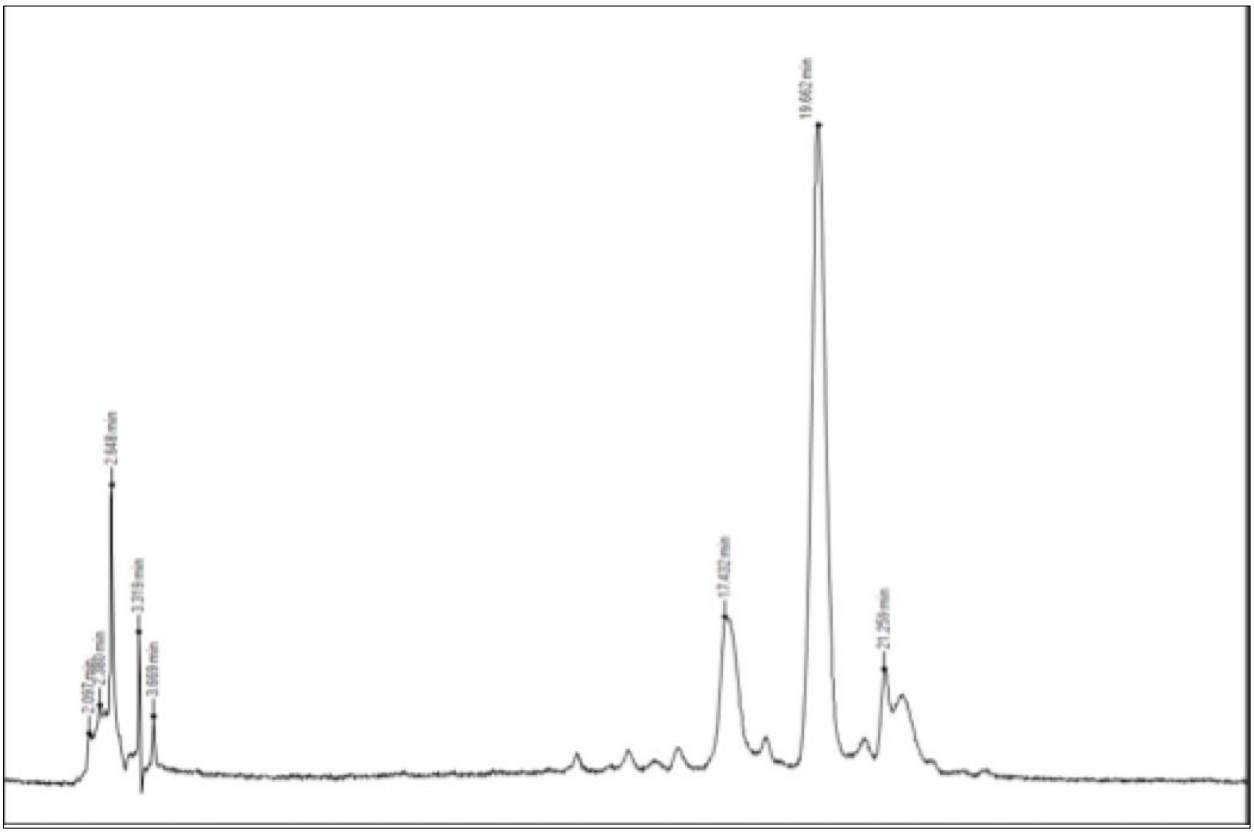



**Figura 1 – Cromatograma ilustrativo do perfil da *solução amostra* de *Passiflora alata* Curtis.**

TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico.* No máximo 11,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 10,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Índice de espuma (5.4.1.8).** Utilizar 0,1 g da droga pulverizada (180 μm) **(5.2.11)**. Calcular o índice de espuma conforme a seguinte expressão:

$$\mathrm{IE} = \frac{1000}{\mathrm{P} \times \mathrm{V}}$$

em que,

IE = índice de espuma;
P = percentual da droga utilizada no preparo do decocto;
V = volume, em mililitros, do decocto usado para a preparação da diluição no tubo de ensaio com espuma de 1 cm de altura.

O IE é, no mínimo, 5000.

DOSEAMENTO

**Flavonoides totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,4 g de droga pulverizada (180 μm) **(5.2.11)** e colocar em balão de fundo redondo de 50 mL. Adicionar 20 mL de álcool etílico a 50% (v/v) e aquecer, sob refluxo, durante 30 minutos. Filtrar a mistura para balão volumétrico de 50 mL utilizando algodão. Retornar o algodão para o mesmo balão de refluxo e adicionar 20 mL de álcool etílico a 50% (v/v), mantendo em refluxo por mais 30 minutos. Filtrar em papel de filtro para o balão volumétrico de 50 mL, completar o volume com álcool etílico a 50% (v/v) e homogeneizar.

*Solução amostra*: transferir 0,8 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 10 mL. Adicionar 0,8 mL de cloreto de alumínio a 2% (p/v) em álcool etílico 50% (v/v), completar o volume com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Solução branco*: transferir 0,8 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com álcool etílico 50% (v/v) e homogeneizar.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* em 397 nm, em cubeta de 1 cm, 30 minutos após seu preparo, utilizando a *Solução branco* para o ajuste do zero. Calcular o teor de flavonoides totais, calculado como apigenina, em porcentual, segundo a expressão:

$$\mathrm{TF} = \frac{\mathrm{A} \times 625}{m \times 365{,}3}$$

em que,

TF = teor de flavonoides totais expressos em apigenina % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*;
625 = fator de diluição;
365,3= coeficiente de absorção específica da apigenina;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

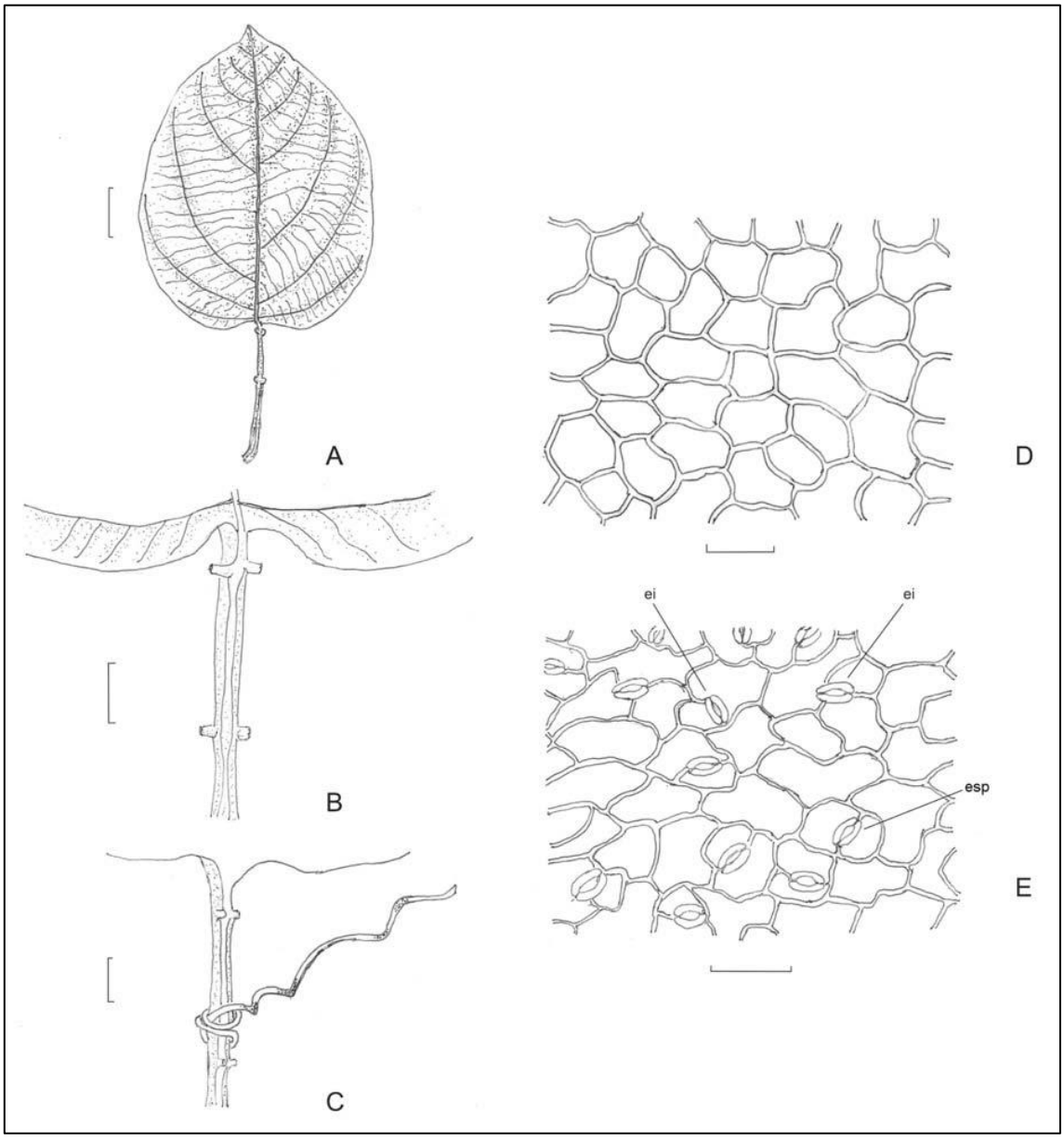



**Figura 2 - Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Passiflora alata* Curtis**

_____

As escalas correspondem em **A** a 3 cm; em **B** e **C** a 1 cm; em **D** e **E** a 50 µm.

**A** – aspecto geral da folha, mostrando a nervação peninérvea, ápice acuminado, base reentrante e margem lisa. **B** – detalhe do pecíolo com dois pares de nectários extraflorais. **C** – detalhe do pecíolo com gavinha aderida. **D** – epiderme voltada para a face adaxial da lâmina foliar, em vista frontal. **E** –epiderme voltada para a face abaxial da lâmina foliar, em vista frontal: estômato anisocítico (ei); estômato paracítico (esp).

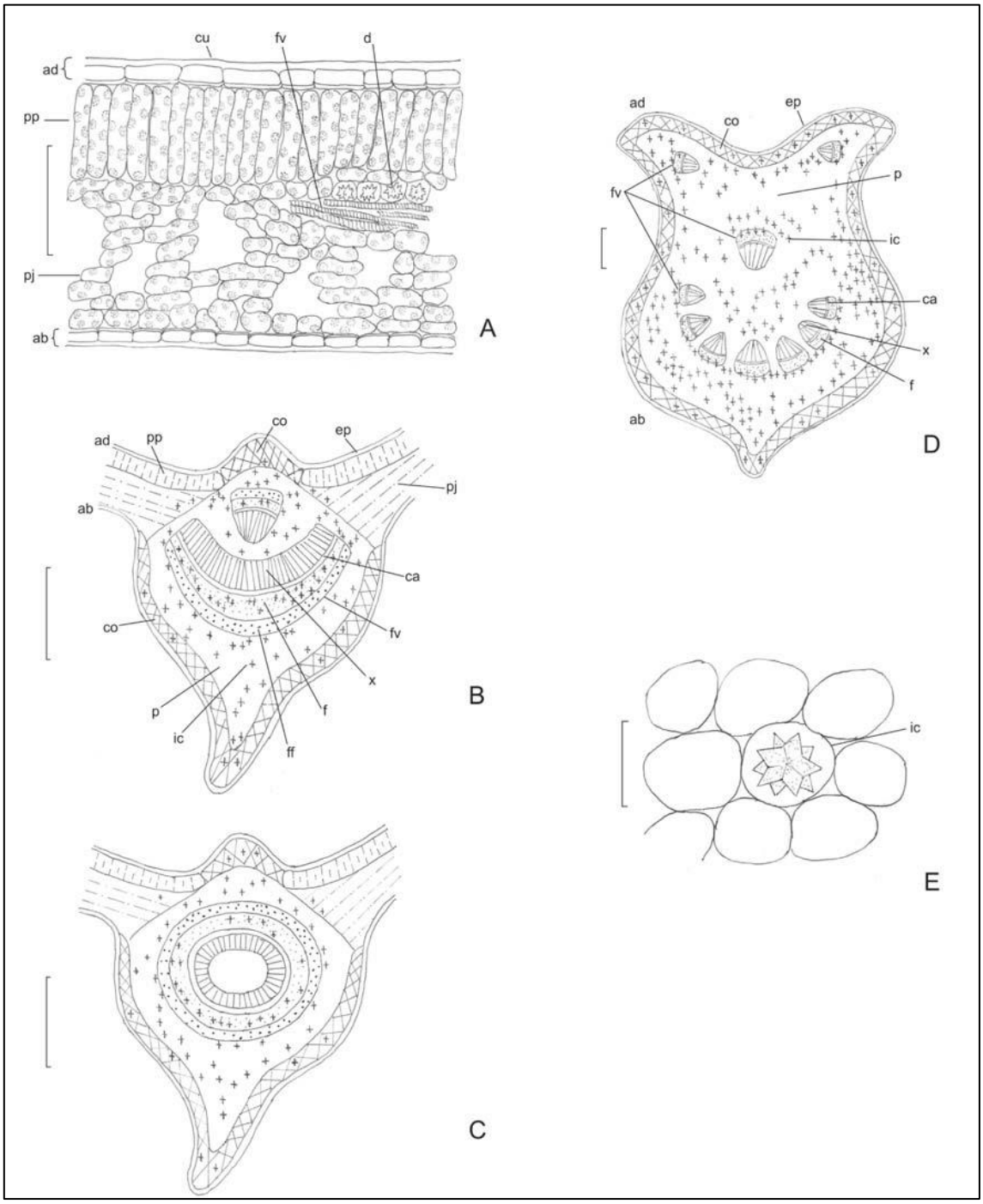



**Figura 3 - Aspectos microscópicos em *Passiflora alata* Curtis**

As escalas correspondem em **A** a 100 µm; em **B**, **C** e **D** a 500 µm; em **E** a 50 µm.
**A** – secção transversal do mesofilo: face abaxial (ab); face adaxial (ad); cutícula (cu); drusa (d); feixe vascular (fv); parênquima paliçádico (pp); parênquima esponjoso (pj). **B** e **C** – esquema de porção da lâmina foliar na nervura principal, em secção transversal, mostrando variação do feixe vascular: face abaxial (ab); face adaxial (ad); câmbio (ca); colênquima (co); epiderme (ep); floema (f); fibras do floema (ff); feixe vascular (fv); inclusão celular (ic); parênquima (p); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); xilema (x). **D** – esquema do aspecto geral da secção transversal do pecíolo: face abaxial (ab); face adaxial (ad); câmbio (ca); colênquima (co); epiderme (ep); floema (f); feixe vascular (fv); inclusão celular (ic); parênquima (p); xilema (x). **E** – detalhe da secção transversal do pecíolo mostrando drusa em célula parenquimática: inclusão celular (ic).

# MEIMENDRO, folha
## *Hyoscyami folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas de *Hyoscyamus niger* L., contendo, no mínimo, 0,05% de alcaloides totais expressos em hiosciamina ($C_{17}H_{23}NO_3$; 289,37). Os alcaloides são principalmente a hiosciamina acompanhada de escopolamina (hioscina) em proporções variadas.

CARACTERÍSTICAS

Odor ligeiramente nauseoso.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas inteiras, de até 30 cm de comprimento e 10 cm de largura, ovaladas a ovalado-oblongas, de ápice agudo e base cordada nas folhas sésseis e atenuada nas folhas pecioladas, de bordo lobado, irregularmente dentado; coloração verde-amarelada a verde-acastanhada; nervura principal larga e muito desenvolvida, nervuras secundárias formando ângulo pronunciado com a nervura principal, terminando na extremidade dos lobos. Lâminas foliares fortemente pubescentes e viscosas nas duas faces. Folhas friáveis e frequentemente partidas.

**B.** Descrição microscópica

Folha de simetria dorsiventral, anfiestomática, com estômatos anisocíticos. A epiderme, em vista frontal, apresenta células de paredes sinuosas, com sinuosidade mais evidente na face abaxial. Os tricomas tectores são lisos, de paredes espessas, longos, cônicos e pluricelulares, geralmente com duas a quatro células. Os tricomas glandulares podem apresentar pedicelo longo, unicelular ou pluricelular e unisseriado, com uma pequena cabeça glandular bicelular, que exsuda uma substância viscosa ou com uma grande cabeça glandular pluricelular elíptica, outras vezes, são muito curtos e formados por um pequeno pedicelo que sustenta uma grande glândula claviforme e pluricelular. Os estômatos ocorrem em maior quantidade na face abaxial. A epiderme, em secção transversal, é uniestratificada e recoberta por uma cutícula lisa. O mesofilo é formado por uma única camada de parênquima paliçádico, seguida por um parênquima esponjoso onde, principalmente na região mais próxima ao parênquima paliçádico, ocorrem idioblastos com cristais prismáticos de oxalato de cálcio. A nervura principal é biconvexa e o feixe vascular principal apresenta feixes vasculares bicolaterais; os feixes secundários também são bicolaterais e envoltos por um periciclo pouco lignificado.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração verde-acinzentada; fragmentos da epiderme mostrando células de paredes sinuosas e cutícula lisa; estômatos anisocíticos mais abundantes na face abaxial; tricomas tectores pluricelulares, unisseriados e tricomas glandulares conforme descritos; fragmentos do mesofilo, conforme descrito; uma só camada de células em paliçada e um parênquima esponjoso contendo idioblastos com prismas simples ou duplos de oxalato de cálcio; elementos de vaso com espessamento anelado ou helicoidal.

**D.** Descrição microscópica de impurezas no pó

O pó pode igualmente apresentar fibras e elementos de vaso reticulados do caule; grãos de pólen subesféricos, com um diâmetro que pode atingir 60 μm, três poros germinativos, três sulcos e uma

exina praticamente lisa; fragmentos de corola de epiderme papilosa; fragmentos de sementes contendo esclereídes do tegumento de paredes espessadas, sinuosos, de coloração castanho-amarelada e cristais cuneiformes de oxalato de cálcio.

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

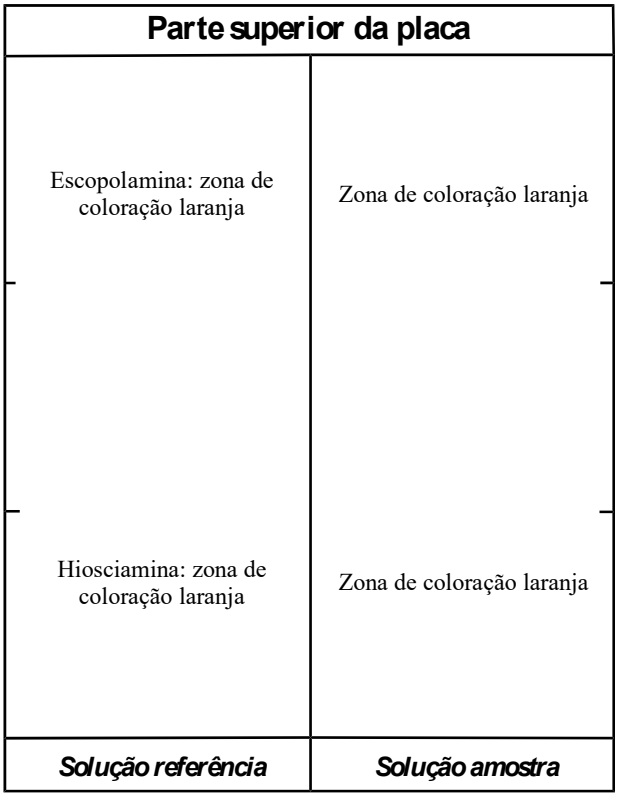
*Fase móvel*: acetona, água e solução concentrada de amônia (90:7:3).

*Solução amostra*: a 2 g da amostra pulverizada, adicionar 20 mL de ácido sulfúrico 0,05 *M*. Agitar durante 15 minutos e filtrar. Lavar o filtro com ácido sulfúrico 0,05 *M* até obtenção de 25 mL de filtrado. Adicionar, ao filtrado, 1 mL de amônia concentrada e agitar duas vezes com 10 mL de éter etílico isento de peróxidos de cada vez. Separar, se necessário, por centrifugação. Reunir as camadas etéreas e secá-las com sulfato de sódio anidro. Filtrar e evaporar o filtrado à secura em banho-maria. Dissolver o resíduo em 0,5 mL de álcool metílico.

*Solução padrão*: dissolver 50 mg de sulfato de hiosciamina em 9 mL de álcool metílico. Dissolver 15 mg de bromidrato de escopolamina em 10 mL de álcool metílico. A 3,8 mL da solução de sulfato de hiosciamina, adicionar 4,2 mL da solução de bromidrato de escopolamina, completar o volume para 10 mL com álcool metílico e homogeneizar.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda de 20 mm por 3 mm, a 1 cm de distância, 10 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução padrão*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de iodeto de potássio e subnitrato de bismuto SR e observar as manchas alaranjadas. A seguir, nebulizar a placa com nitrito de sódio a 5% (p/v) até que o gel se torne transparente e examinar depois de 15 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir estão representadas as zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo, 2,0% de caules com mais de 7 mm de diâmetro.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico.* No máximo 12,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 13,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 5,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Alcaloides totais**

Pesar cerca de 40 g da amostra pulverizada (180 μm) **(5.2.11)** e umedecer com 5 mL de solução de hidróxido de amônio *6 M*. Adicionar 10 mL de álcool etílico e 30 mL de éter etílico isento de peróxido, misturados cuidadosamente. Transferir a mistura para um percolador, se necessário, com auxílio da solução extratora. Macerar durante quatro horas e percolar com mistura de clorofórmio e éter etílico isento de peróxidos (1:3), até extração completa dos alcaloides. Evaporar à secura 1 mL do percolado e dissolver o resíduo em 1 mL ácido sulfúrico 0,25 *M* e verificar a ausência de alcaloides com iodeto de potássio mercúrio SR. Reduzir o volume do percolado até 50 mL e transferir para um

funil de separação com auxílio de éter isento de peróxidos. Ao líquido assim obtido adicionar éter etílico isento de peróxidos, 2,5 vezes o volume do percolador até a obtenção de um líquido de densidade inferior à da água. Extrair a solução, no mínimo três vezes, com 20 mL de solução de ácido sulfúrico 0,25 *M* cada vez. Separar as fases, por centrifugação, se necessário, e transferir a fase ácida para outro funil de separação. Alcalinizar a fase ácida com solução de hidróxido de amônio 6 *M* até pH 8-9 e extrair três vezes com clorofórmio, com alíquotas de 30 mL. Juntar as fases clorofórmicas e retirar a água residual, adicionando 4 g de sulfato de sódio anidro, deixando em repouso por 30 minutos, com agitação ocasional. Retirar a fase clorofórmica e lavar o sulfato de sódio restante com três alíquotas de 10 mL de clorofórmio. Reunir os extratos clorofórmicos e evaporar à secura em banho-maria. Aquecer o resíduo em estufa a temperatura entre 100 °C e 105 °C durante 15 minutos. Dissolver o resíduo em 5 mL de clorofórmio, adicionar 20 mL de solução de ácido sulfúrico 0,01 *M* SV e remover o clorofórmio por evaporação em banho-maria. Titular o excesso de ácido com solução de hidróxido de sódio 0,02 *M* SV utilizando vermelho de metila SI como indicador.

Calcular o teor de alcaloides totais, expressos em hiosciamina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{57{,}88 \times (20 - \mathrm{v})}{(100 - d) \times m}$$

em que,

TA = teor de alcaloides expressos em hiosciamina % (p/p);
v = volume em mililitros de hidróxido de sódio 0,02 *M* utilizado;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada; e
d = perda por dessecação, em porcentagem.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

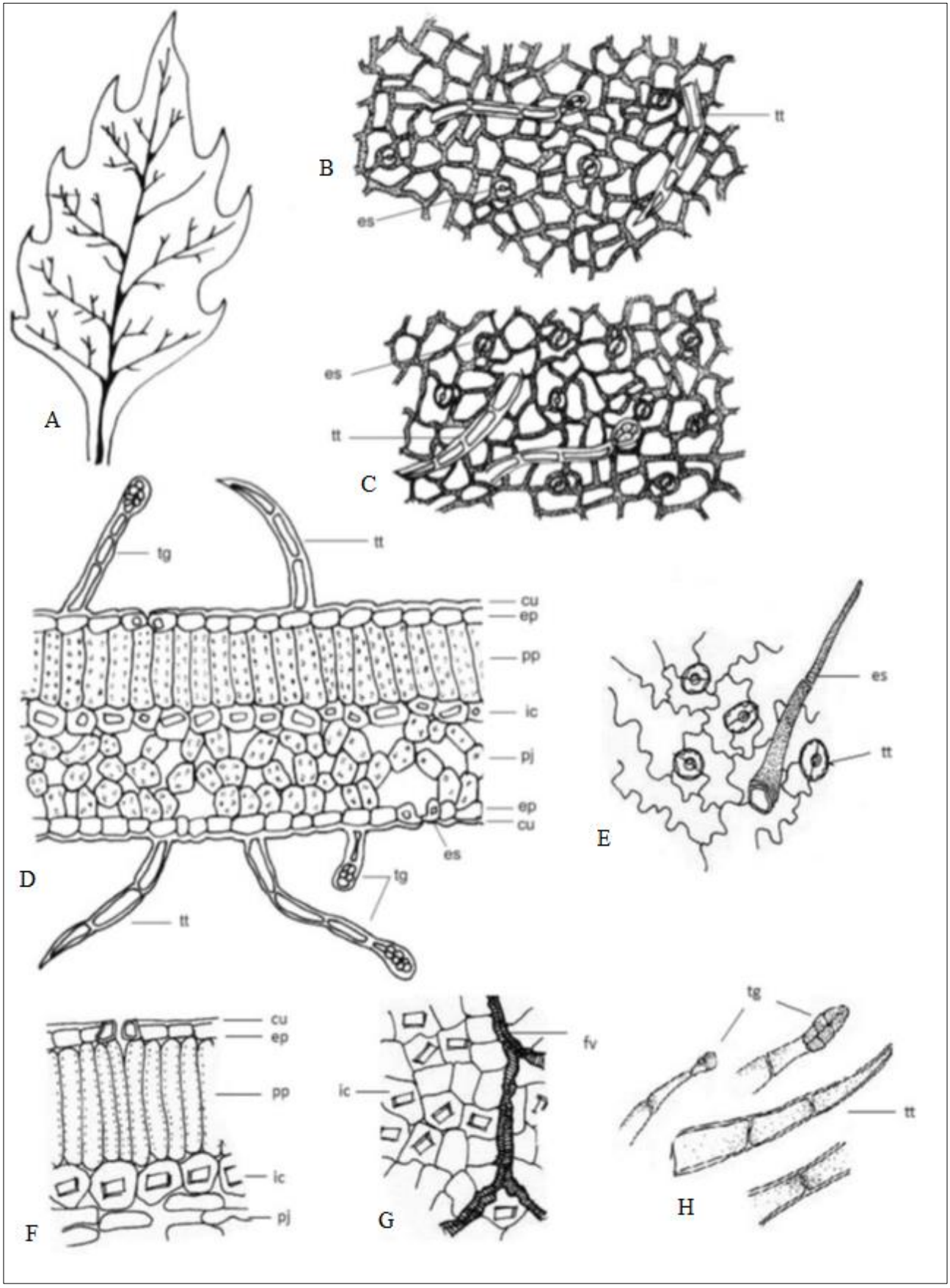



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Hyoscyamus* niger L.**

_____

As escalas correspondem em **A** a 5 mm, em **B-D** e **H** a 20 µm, em **E-G** a 30 µm.

**A.** representação esquemática da folha. **B.** detalhe de porção da epiderme voltada para a face adaxial, em vista frontal; estômato (es); tricoma tector (tt). **C.** detalhe de porção da epiderme voltada para a face abaxial, em vista frontal; estômato

(es); tricoma tector (tt). **D**. detalhe da porção do mesofilo, em secção transversal; tricoma glandular (tg); tricoma tector (tt); cutícula (cu); epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); idioblasto contendo cristais prismáticos de oxalato de cálcio (ic); parênquima esponjoso (pj); estômato (es). **E.** fragmento da epiderme em vista frontal, na face abaxial; estômato do tipo anisocítico (es); tricoma tector (tt). **F**. fragmento de porção do mesofilo, em secção transversal; cutícula (cu); epiderme (ep); idioblasto cristalífero (ic); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp). **G.** fragmento da epiderme mostrando cristais e porções de elementos de vaso por transparência; idioblasto cristalífero (ic); feixe vascular (fv). **H.** tricomas ou porções destes, isolados; tricoma glandular (tg); tricoma tector (tt).

# MELISSA, folha
## *Melissae folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas de *Melissa officinalis* L., contendo, no mínimo, 4,0% de derivados hidroxicinâmicos totais e, no mínimo, 2,0% de ácido rosmarínico ($C_{18}H_{16}O_8$, 360,31) e, no mínimo, 0,6% de óleo volátil.

CARACTERÍSTICAS

As folhas amassadas têm odor forte, aromático, semelhante ao citral.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas inteiras, membranáceas, rugosas, quebradiças, pecioladas, verde-escuras e brilhantes na face adaxial e verde-claras na face abaxial, às vezes vináceas, principalmente na região próxima ao pecíolo e sobre as nervuras da face abaxial, com tricomas tectores e raros glandulares na face adaxial e com numerosos tricomas tectores e glandulares na face abaxial, estes últimos parecendo pequenos pontos, visíveis com lente de aumento de seis vezes; venação camptódroma-reticulódroma. Lâmina ovalada a ovalado-cordiforme, com base ovalada, arredondada ou cordiforme, ápice obtuso e margem irregularmente crenado-serrada, finamente ciliada, medindo de 4 a 8 cm de comprimento e 3 a 5 cm de largura. Pecíolo de 0,3 a 5,0 cm de comprimento, verde ou vináceo, côncavo na face adaxial, convexo na face abaxial e com duas costelas laterais; face adaxial coberta por longos tricomas tectores, os das costelas visíveis a olho nu.

**B.** Descrição microscópica

Lâmina foliar de simetria dorsiventral, anfi-hipoestomática, com estômatos diacíticos. Em vista frontal, as células da epiderme apresentam paredes anticlinais sinuosas. A lâmina foliar apresenta os seguintes tricomas: (1) tectores unicelulares, raramente bicelulares, cônicos a triangulares, dentiformes, curtos, de cutícula espessa e verrucosa; (2) tectores pluricelulares unisseriados, de três a cinco células, sendo a apical de ápice agudo, de aspecto uncinado, de cutícula espessa e verrucosa; (3) tectores pluricelulares unisseriados, de três a nove células, muito longos, de cutícula espessa e verrucosa; (4) tectores, pluricelulares unisseriados, de três a nove células, muito longos e de base alargada, formada por uma coroa de células; (5) glandulares de cabeça unicelular ou bicelular, arredondada e pedicelo unicelular a tricelular; (6) glandulares peltados, com pedicelo unicelular, localizado em depressão na epiderme e com cabeça secretora octocelular. Em secção transversal, a cutícula é levemente estriada e a epiderme é uniestratificada. O parênquima paliçádico é uniestratificado e o esponjoso é bi- a triestratificado; grãos de amido estão presentes em todos os tecidos. A nervura principal, em secção transversal, apresenta cutícula lisa na face adaxial e estriada na abaxial, a epiderme é uniestratificada, o colênquima é angular, uniestratificado junto à face abaxial e com três a quatro camadas junto à face adaxial. Ocorre um feixe colateral único, raro dois ou três, envolvido por uma endoderme contínua ou não. O pecíolo, em secção transversal, apresenta cutícula levemente estriada e epiderme uniestratificada. Os tricomas são os mesmos citados para a lâmina. O colênquima é angular e está distribuído em toda a extensão do pecíolo, uni- ou biestratificado na face adaxial e triestratificado na face abaxial; na região das costelas ocorrem até sete camadas. O sistema vascular é formado por três a cinco feixes colaterais, cada um deles envolvido por endoderme; o floema pode apresentar células pétreas junto às fibras.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração esverdeada; fragmentos de epiderme foliar com células de paredes anticlinais sinuosas e estômatos diacíticos e com cicatrizes dos tricomas tectores do tipo dentiforme; grande quantidade de tricomas conforme os descritos; fragmentos de mesofilo como descrito; cristais de oxalato de cálcio ausentes.

**D.** Descrição macroscópica das impurezas

Os caules, ramos, flores e frutos da própria espécie, se presentes como impureza, caracterizam-se: caule quadrangular, piloso quando jovem; flores pequenas, estipitadas e protegidas por brácteas foliáceas, semelhantes às demais folhas; cálice pubescente, tubuloso-campanulado, bilabiado, lábio superior tridentado e inferior bífido; corola branca a amarelada ou rosada, com tubo recurvado e limbo com dois lobos desiguais, o superior ereto, bífido e o inferior estendido, trilobado, com lobos obtusos, sendo o mediano o mais longo; estames quatro, didínamos, conniventes sob o lábio superior da corola, anteras com tecas divergentes; ovário súpero, tetralobado, com lóculos monospérmicos; estilete ginobásico, bífido; fruto tetraquênio, de coloração marrom.

**E.** Descrição microscópica da impureza correspondente ao caule

Os caules da própria espécie, se presentes como impureza, apresentam, em estrutura primária, cutícula espessa e estriada, epiderme uniestratificada com células poliédricas, estômatos distribuídos próximos às costelas e localizados muito acima das demais células epidérmicas, muitos tricomas, mais comumente o tipo 6, além dos tipos 2 e 5 e os do tipo 4 distribuem-se nas costelas. O córtex apresenta colênquima angular distribuído por toda a extensão e mais desenvolvido nas costelas, clorênquima e parênquima cortical formado por células isodiamétricas com grandes espaços intercelulares. A endoderme possui grande quantidade de grãos de amido e envolve os quatro feixes colaterais. O parênquima medular é formado por células isodiamétricas de grande volume e de paredes delgadas. Em estrutura secundária, a epiderme e o córtex mantêm suas características, exceto a clara redução de tricomas e a comum ocorrência de células pétreas no parênquima cortical. O floema possui grande quantidade de fibras, o câmbio vascular é evidente e o xilema apresenta grande quantidade de grãos de amido. Esses grãos ocorrem em todos os tecidos, exceto na epiderme e em maior quantidade quando em estrutura secundária.

**F.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

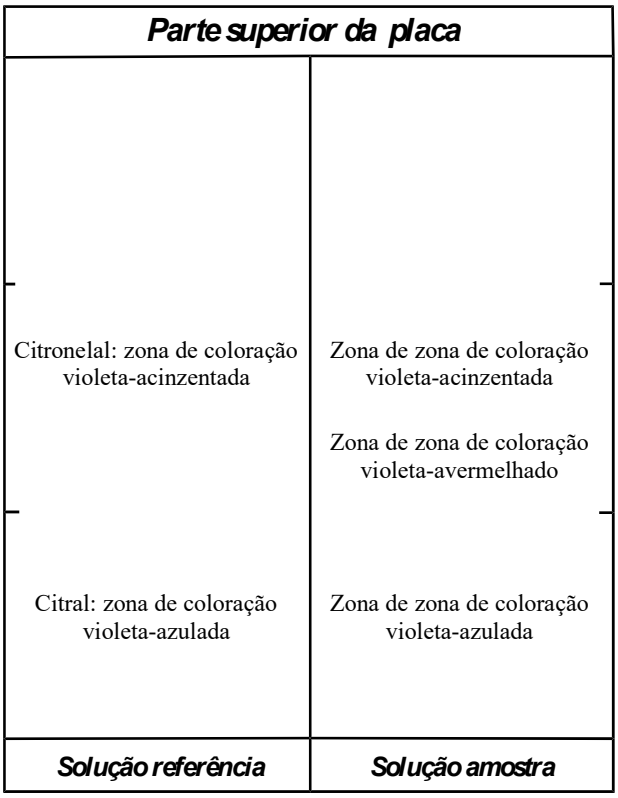
*Fase móvel*: hexano e acetato de etila (90:10).

*Solução amostra*: transferir cerca de 2 g da droga pulverizada para balão de fundo redondo de 250 mL, adicionar 100 mL de água. Adicionar 0,5 mL de xileno no tubo graduado e destilar durante uma hora conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Após a destilação, transferir a fase orgânica para um balão aferido de 1 mL, lavar o tubo graduado do aparelho com um pouco de xileno, completar o volume com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Solução referência*: diluir 1 µL de citronelal e 10 µL de citral em xileno, num balão volumétrico de 25 mL, completar o volume e homogeneizar.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Em seguida, nebulizar a placa com solução de anisaldeído e aquecer em estufa entre 100 °C e 105 °C, durante 10 a 15 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 10,0% de caules e flores.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 10,0%. Determinar em 1 g da amostra pulverizada (355 µm), em estufa entre 100 °C e 105 °C, durante duas horas.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 12,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, utilizando mistura de nitrogênio, ar sintético e hidrogênio (1:1:10) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com polidifenildimetilsiloxano, com espessura do filme de 0,25 µm. Utilizar hélio a uma pressão de 80 kpa como gás de arraste; fluxo do gás de arraste de 1 mL/minuto.

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 80 | 60 → 300 |
| Injetor | | 220 |
| Detector | | 250 |

*Solução amostra:* diluir o óleo volátil na razão de 2:100 em éter etílico.

*Procedimento*: injetar volume de 1 µL da *Solução amostra* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. Os índices de retenção linear dos constituintes do óleo são calculados em relação a uma série homóloga de hidrocarbonetos e comparados com amostras referência. Determinar as concentrações relativas por integração manual ou eletrônica pelo método de normalização. Calcular o Índice de Retenção Relativo, segundo a expressão:

$$\mathrm{IRR} = 100 \times \mathrm{n} + \frac{100 \times (\mathrm{tr}_x - \mathrm{tr}_z)}{(\mathrm{tr}_{z+1} - \mathrm{tr}_z)}$$

em que,

IRR = Índice de Retenção Relativo;
n = número de átomos de carbono do alcano de menor peso molecular;
$tr_x$ = tempo de retenção do constituinte "x" (intermediário a $tr_z$ e $tr_{z+1}$);
$tr_z$ = tempo de retenção do alcano com "n" carbonos; e
$tr_{z+1}$ = tempo de retenção do alcano com "n +1" carbonos.

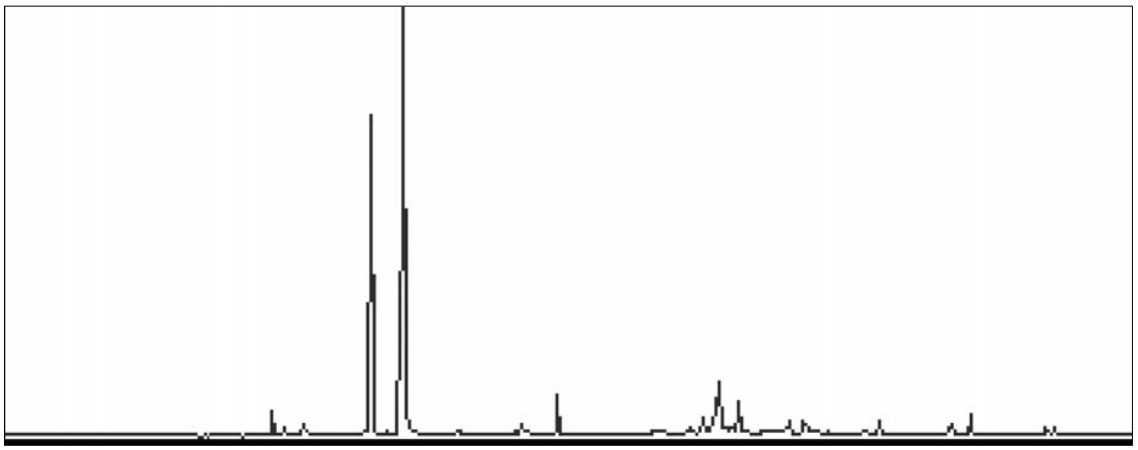


**Figura 1 – Cromatograma ilustrativo obtido com o óleo volátil de *Melissa officinalis* L., por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama.**

No cromatograma obtido com a *solução amostra* verificar a presença dos componentes conforme segue:

| Pico | Índice de Retenção | Constituinte | Teor (%) |
|---|---|---|---|
| **1** | 1234 | neral (citral B) | 30,4 – 32,9 |
| **2** | 1265 | geranial (citral A) | 49,0 – 53,3 |
| **3** | 1404 | beta-cariofileno | 2,6 – 3,1 |
| **4** | 1579 | óxido de cariofileno | 3,9- 6,4 |

DOSEAMENTO

**Derivados hidroxicinâmicos totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,2 g da droga pulverizada e transferir para balão de fundo redondo. Acrescentar 190 mL de álcool etílico a 50% (v/v) e aquecer em banho-maria, sob refluxo, durante 30 minutos. Esfriar e filtrar. Lavar o filtro com 10 mL de álcool etílico a 50% (v/v). Transferir o filtrado e a solução de lavagem para balão volumétrico de 200 mL, completar o volume com álcool etílico a 50% (v/v) e homogeneizar.

*Solução amostra*: em um balão volumétrico de 10 mL, transferir 1 mL da *Solução estoque*, 2 mL de ácido clorídrico 0,5 *M*, 2 mL de uma solução preparada dissolvendo 10 g de nitrito de sódio e 10 g de molibdato de sódio em 100 mL de água e, a seguir, 2 mL de hidróxido de sódio 2 *M*, completar o volume para 10 mL com água e homogeneizar.

*Solução branco*: em um balão volumétrico de 10 mL, transferir 1 mL da *Solução estoque*, 2 mL de ácido clorídrico 0,5 *M*, 2 mL de hidróxido de sódio 2 *M*, completar o volume para 10 mL com água e homogeneizar.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* em 505 nm, após o seu preparo, utilizando a *Solução branco* para o ajuste do zero. Calcular o teor de derivados hidroxicinâmicos totais, expressos em ácido rosmarínico, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TDHC} = \frac{\mathrm{A} \times 2000}{m \times 400}$$

em que,

TDHC = teor de derivados hidroxicinâmicos totais, expressos em ácido rosmarínico % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*;
2000 = fator de diluição;
400 = coeficiente de absorção específica do ácido rosmarínico; e
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

**Ácido rosmarínico**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 332 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 150 mm de comprimento e 3,9 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (4 µm), mantida a temperatura ambiente; fluxo da *Fase móvel* de 0,6 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido trifluoracético (100:0,1).

*Eluente (B)*: acetonitrila e ácido trifluoracético (100:0,1).

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) %*** | ***Eluente (B) %*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 – 14 | 90→61 | 10→39 | gradiente linear |
| 14 – 16 | 61→50 | 39→50 | gradiente linear |
| 16 – 18 | 50→90 | 50→10 | gradiente linear |
| 18 – 23 | 90 | 10 | Isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,1 g da droga seca e pulverizada (800 µm) **(5.2.11)** e colocar em tubo de centrífuga fechado. Adicionar 5 mL de álcool etílico a 40% (v/v) e levar ao banho de ultrassom durante 10 minutos. Centrifugar por cinco minutos a 42 × *g*. Separar e transferir o sobrenadante para balão volumétrico de 10 mL. Extrair novamente o resíduo da droga com 4 mL de álcool etílico a 40% (v/v) em banho de ultrassom durante cinco minutos. Centrifugar e transferir o sobrenadante para o mesmo balão volumétrico, completar o volume para 10 mL com álcool etílico a 40% (v/v) e homogeneizar. Diluir 50 µL da solução resultante em 0,3 mL de água. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução estoque*: dissolver 10 mg de ácido rosmarínico em álcool metílico, transferir, quantitativamente, para balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com álcool metílico e homogeneizar.

*Soluções para curva analítica*: diluir uma alíquota de 200 µL da *Solução estoque* de modo a obter solução a 0,25 mg/mL. Realizar diluições da solução anterior, em álcool metílico, de modo a obter concentrações de 7,80 µg/mL, 15,60 µg/mL, 31,25 µg/mL, 62,50 µg/mL, 125 µg/mL e 250 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL das *Soluções para curva analítica* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção é de aproximadamente 10,3 minutos para o ácido rosmarínico. Calcular o teor de ácido rosmarínico na amostra a partir da equação da reta obtida com a curva de calibração. O resultado é expresso pela média das determinações em gramas de ácido rosmarínico, em porcentagem, considerando a perda por dessecação.

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 1000 mL contendo 500 mL de água como líquido de destilação. Adicionar 0,5 mL de xileno no tubo graduado. Utilizar planta seca rasurada e não contundida. Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil, a partir de 20 g da droga rasurada. Destilar durante quatro horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

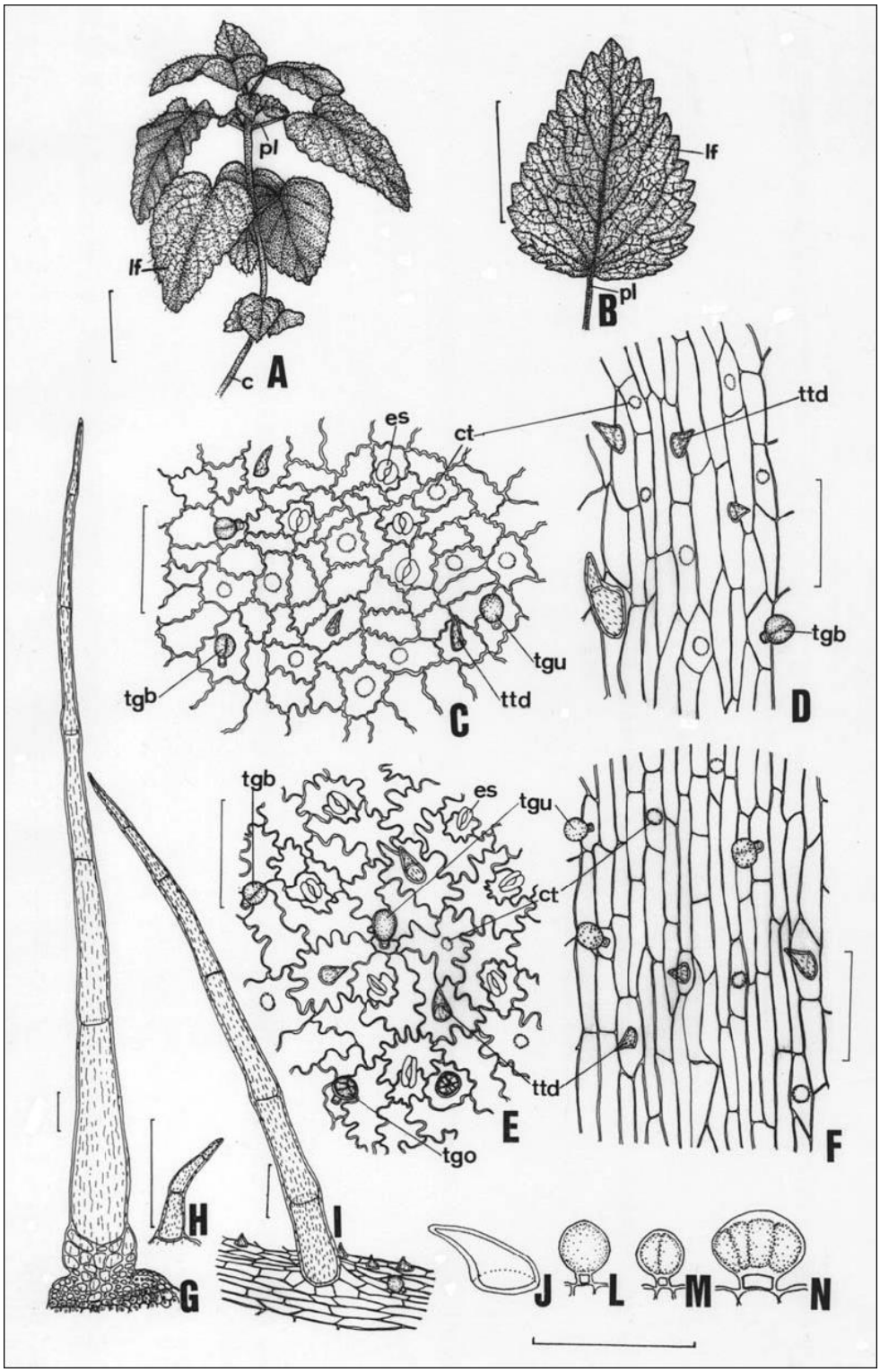



**Figura 2 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Melissa officinalis* L.**

As escalas correspondem em **A** e **B** a 3 cm; em **C, D, E, F, G, H, I, J, L, M e N** a 100 μm. **A –** aspecto geral de um ramo: caule (c); lâmina foliar (lf); pecíolo (pl). **B –** detalhe da face adaxial de uma folha: lâmina foliar (lf); pecíolo (pl). **C –** detalhe de uma porção da face adaxial da lâmina foliar, na região do intercostal, em vista frontal: cicatriz do tricoma tector do tipo dentiforme (ct); estômato (es); tricoma glandular com cabeça bicelular, tipo 5 (tgb); tricoma glandular com cabeça unicelular, tipo 5 (tgu); tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ttd). **D –** detalhe de uma porção da face adaxial da lâmina foliar, sobre a nervura principal, em vista frontal: cicatriz do tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ct); tricoma glandular com cabeça bicelular, tipo 5 (tgb); tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ttd). **E –** detalhe de uma porção da face abaxial da lâmina foliar, na região intercostal, em vista frontal: cicatriz do tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ct); estômato (es); tricoma glandular com cabeça bicelular, tipo 5 (tgb); tricoma glandular com cabeça octacelular, tipo 6 (tgo); tricoma glandular com cabeça unicelular, tipo 5 (tgu); tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ttd). **F –** detalhe

de uma porção da face abaxial da lâmina foliar, sobre a nervura principal, em vista frontal: cicatriz do tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ct); tricoma glandular com cabeça unicelular, tipo 5 (tgu); tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ttd). **G –** detalhe de um tricoma tector pluricelular unisseriado, com coroa de células basais, tipo 4, em vista lateral. **H –** detalhe de um tricoma tector pluricelular unisseriado, de aspecto uncinado, tipo 2, em vista lateral. **I –** detalhe de um tricoma tector pluricelular unisseriado, tipo 3, em vista lateral. **J –** detalhe de um tricoma tector dentiforme, unicelular, tipo 1, em vista lateral. **L –** detalhe de um tricoma glandular de cabeça unicelular, tipo 5 , em vista lateral. **M –** detalhe de um tricoma glandular de cabeça bicelular, tipo 5, em vista lateral. **N –** detalhe de um tricoma glandular, com cabeça secretora octocelular, tipo 6, em vista lateral.

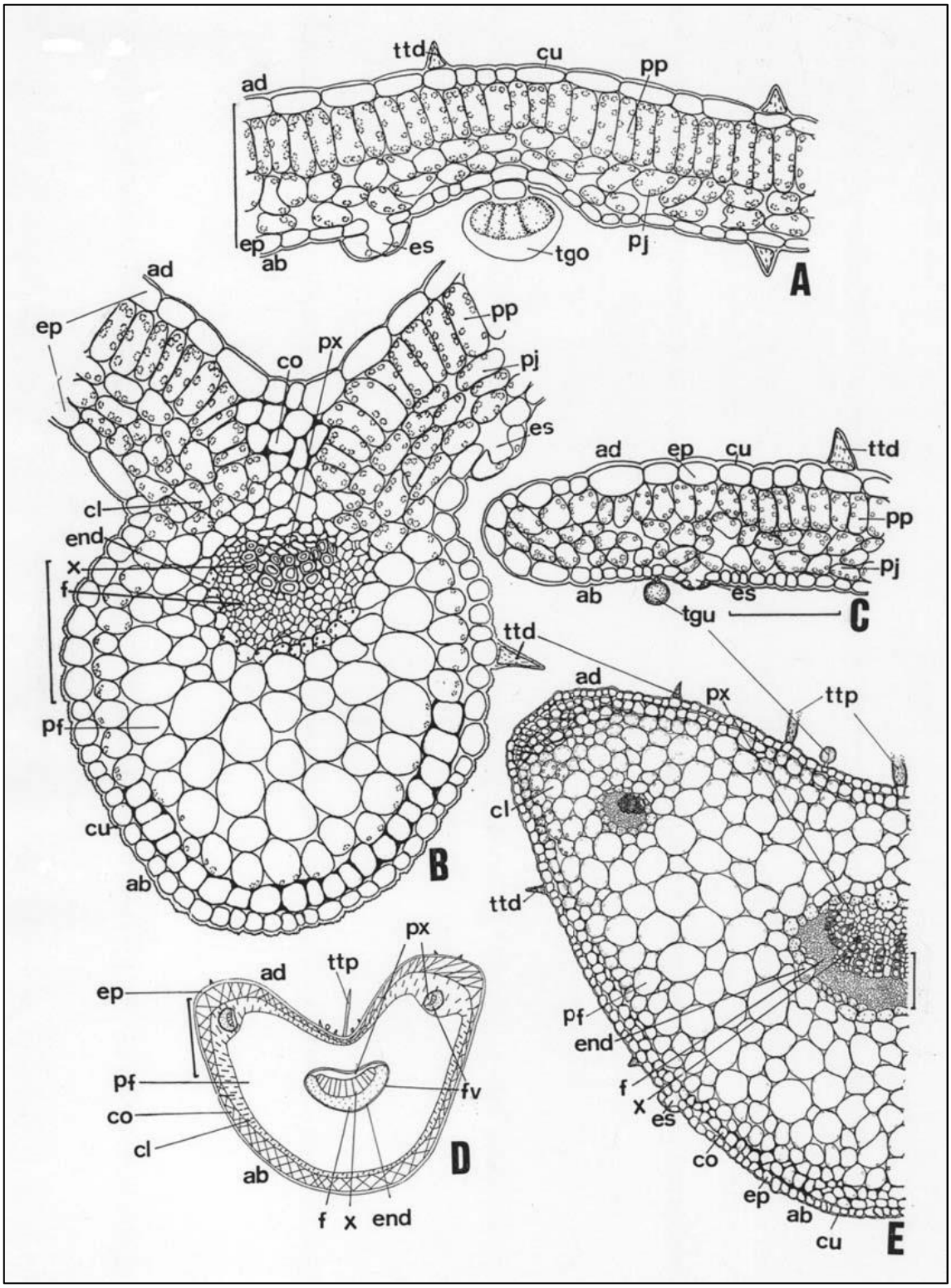



**Figura 3 – Aspectos microscópicos em *Melissa officinalis* L.**

As escalas correspondem em **A**, **B**, **C** e **E** a 100 µm; em **D** a 400 µm. **A –** detalhe de uma porção da região do mesofilo, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); cutícula (cu); epiderme (ep); estômato (es); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ttd); tricoma glandular com cabeça octocelular, tipo 6 (tgo). **B –** detalhe da região da nervura principal e de porção do mesofilo, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); clorênquima (cl); colênquima (co); cutícula (cu); endoderme (end); epiderme (ep); estômato (es); floema (f); parênquima esponjoso (pj); parênquima (p); parênquima paliçádico (pp); parênquima do xilema (px); tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ttd); xilema (x). **C –** detalhe de uma porção do bordo foliar, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); cutícula (cu); epiderme (ep); estômato (es); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); tricoma glandular com cabeça unicelular, tipo 5 (tgu); tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ttd). **D –** representação esquemática do aspecto geral do pecíolo, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); clorênquima (cl); colênquima (co); endoderme (end); epiderme (ep); floema (f); feixe vascular (fv); parênquima fundamental (pf); parênquima do xilema (px); tricoma tector pluricelular unisseriado, tipo 3 (ttp); xilema (x). **E –** detalhe de porção do pecíolo, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial(ad); clorênquima (cl); colênquima (co); cutícula (cu); endoderme (end); epiderme (ep); estômato (es); floema (f); parênquima fundamental (pf); parênquima do xilema (px); tricoma glandular com cabeça bicelular, tipo 5 (tgu); tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ttd); tricoma tector pluricelular unisseriado, tipo 3 (ttp), xilema (x).

# NOZ-DE-COLA, semente
## *Colae semen*

A droga vegetal consiste de cotilédones de *Cola nitida* (Vent.) Schott & Endl. (syn. *Cola vera* K.Schum.), contendo, no mínimo, 1,7% de polifenóis totais expressos em pirogalol ($C_6H_6O_3$; 126,11) e 2,0% de metilxantinas expressos em cafeína ($C_8H_{10}N_4O_2$, 194,19).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

A semente contém dois cotilédones, que são normalmente encontrados no comércio já separados. São duros e desiguais, sólidos, irregulares, de coloração castanho-avermelhada, de tamanho muito variável, com 2 a 5 cm de comprimento por cerca de 2 cm de largura e até 1 cm de espessura. O ápice do cotilédone é mais largo do que a sua base e ambos são arredondados. A margem é inteira. A superfície externa de cada cotilédone é convexa ou ligeiramente deprimida, rugosa, de coloração castanha a castanho-avermelhada. A superfície interna é plana ou deprimida, mais ou menos lisa, geralmente irregular, apresentando na base pequena cavidade contendo, às vezes, a radícula e a plúmula, ou vestígios dessas. A superfície de fratura é uniforme e castanho-brilhante.

**B.** Descrição microscópica

Os cotilédones estão envoltos por uma epiderme formada por células retangulares, pequenas ou ligeiramente alongadas no sentido radial e são constituídos por um parênquima homogêneo de células poligonais, às vezes de contorno irregular. As células mais internas são maiores, com paredes espessas e pontoadas, de coloração castanha, contendo compostos fenólicos, matéria graxa e abundantes grãos de amido. Esses últimos estão principalmente distribuídos nas células centrais e são desiguais, esféricos, ovalados, ovalado-arredondados, oblongos, reniformes, elipsoides ou piriformes, com hilo ramificado, centralizado ou excêntrico, quase sempre fundido, em forma de estrela ou de cruz e suas estrias concêntricas são pouco visíveis. O tamanho dos grãos varia de 5 a 35 µm, raramente 45 µm.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanho-avermelhada a moderadamente amarelado-acastanhada; fragmentos de epiderme e de parênquima com células poligonais, de paredes pardas ou castanho-avermelhadas, contendo numerosos e variados grãos de amido, como os descritos; escassos fragmentos de pequenos feixes fibrovasculares. Os grãos de amido, quando observados em luz polarizada, exibem uma cruz na região do hilo.

**D**. Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.(0,25 mm).

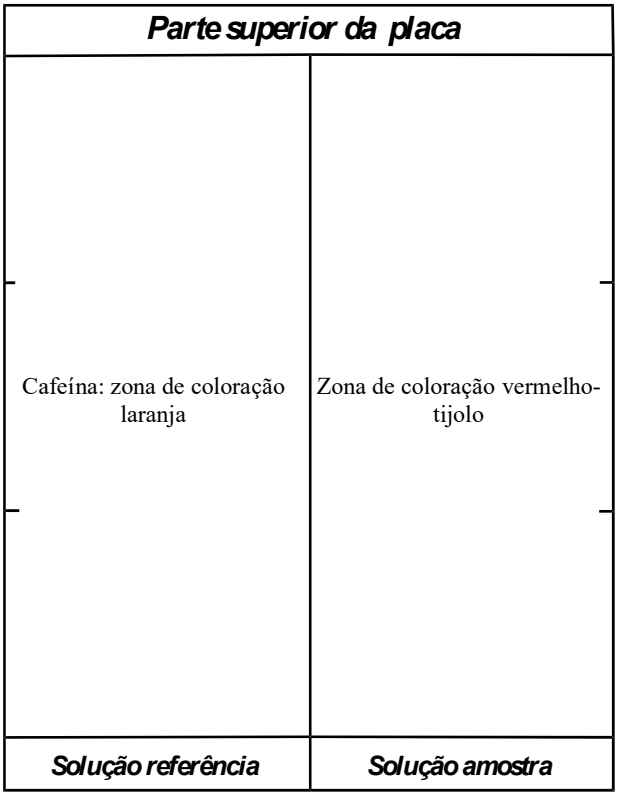
*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico e água (100:13,5:10).

*Solução amostra*: extrair a droga previamente pulverizada, sob refluxo, durante 15 minutos, em concentração igual a 2% (p/v), utilizando álcool etílico como líquido extrator. Filtrar e aplicar na cromatoplaca.

*Solução referência*: dissolver 10 mg de cafeína em 2 mL de álcool etílico absoluto.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 5 µL a 10 µL da *Solução amostra* e 2 µL a 3 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por alguns minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar com solução de iodeto de potássio e subnitrato de bismuto SR. Adicionalmente nebulizar com solução aquosa de nitrito de sódio a 5% (p/v).

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 3,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 15,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 5,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Metilxantinas**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no ultravioleta* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,25 g da amostra pulverizada. Extrair com 20 mL de solução de ácido sulfúrico a 2,5% (v/v), sob agitação magnética, durante 15 minutos, por quatro vezes. Filtrar as porções para balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com solução de ácido sulfúrico a 2,5% (v/v) e homogeneizar. Transferir 10 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com a mesma solução de ácido sulfúrico a 2,5% (v/v) e homogeneizar, obtendo-se, assim, concentração teórica em torno de 15 µg/mL.

*Solução referência*: pesar, com exatidão, cerca de 25 mg de cafeína e transferir para balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com solução de ácido sulfúrico a 2,5% (v/v) e homogeneizar, obtendo-se solução estoque de cafeína a 250 µg/mL.

*Soluções para curva analítica*: diluir alíquotas da *Solução referência* para obter as seguintes concentrações: 2,5 µg/ mL; 5,0 µg/mL; 10,0 µg/mL; 15,0 µg/mL e 20,0 µg/mL, utilizando solução de ácido sulfúrico a 2,5% (v/v) para completar o volume.

*Solução branco*: ácido sulfúrico a 2,5% (v/v).

*Procedimento*: medir a absorvância das soluções em 271 nm, empregar cubetas de 1 cm, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular o teor de cafeína (metilxantinas) na amostra a partir da equação da reta obtida com a curva analítica da cafeína.

**Polifenóis totais**

***Nota:*** *proteger as amostras da luz durante a extração e a diluição. Utilizar água isenta de dióxido de carbono em todas as operações.*

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: pesar 0,75 g da droga pulverizada, transferir para erlenmeyer e adicionar 150 mL de água. Aquecer até fervura e manter, em banho-maria, à temperatura de 80 °C a 90 °C durante 30 minutos. Resfriar em água corrente. Transferir a mistura para balão volumétrico de 250 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Deixar decantar o sedimento e filtrar em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir 5 mL do filtrado da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Misturar 5 mL dessa solução com 2 mL de ácido fosfotúngstico SR, diluir para 50 mL com carbonato de sódio SR e homogeneizar. Medir a absorvância da solução ($A_a$) a 715 nm, exatamente três minutos após a adição do último reagente, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, em água, 50 mg de pirogalol, transferir para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume e homogeneizar. Transferir 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Misturar 5 mL dessa solução com 2 mL de ácido fosfotúngstico SR, diluir para 50 mL com carbonato de sódio SR e homogeneizar. Medir a absorvância dessa solução a 715 nm ($A_r$), exatamente três minutos após a adição do último reagente e dentro de 15 minutos contados da dissolução do pirogalol, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de polifenóis totais, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{PT} = \frac{\mathrm{A_a} \times m_r \times 62{,}5}{\mathrm{A}_r \times m_a}$$

em que,

PT = teor de polifenóis totais expressos em pirogalol % (p/p);
$m_a$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado;
$A_a$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_r$ = absorvância medida para a *Solução referência*; e
$m_r$ = massa em gramas, de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

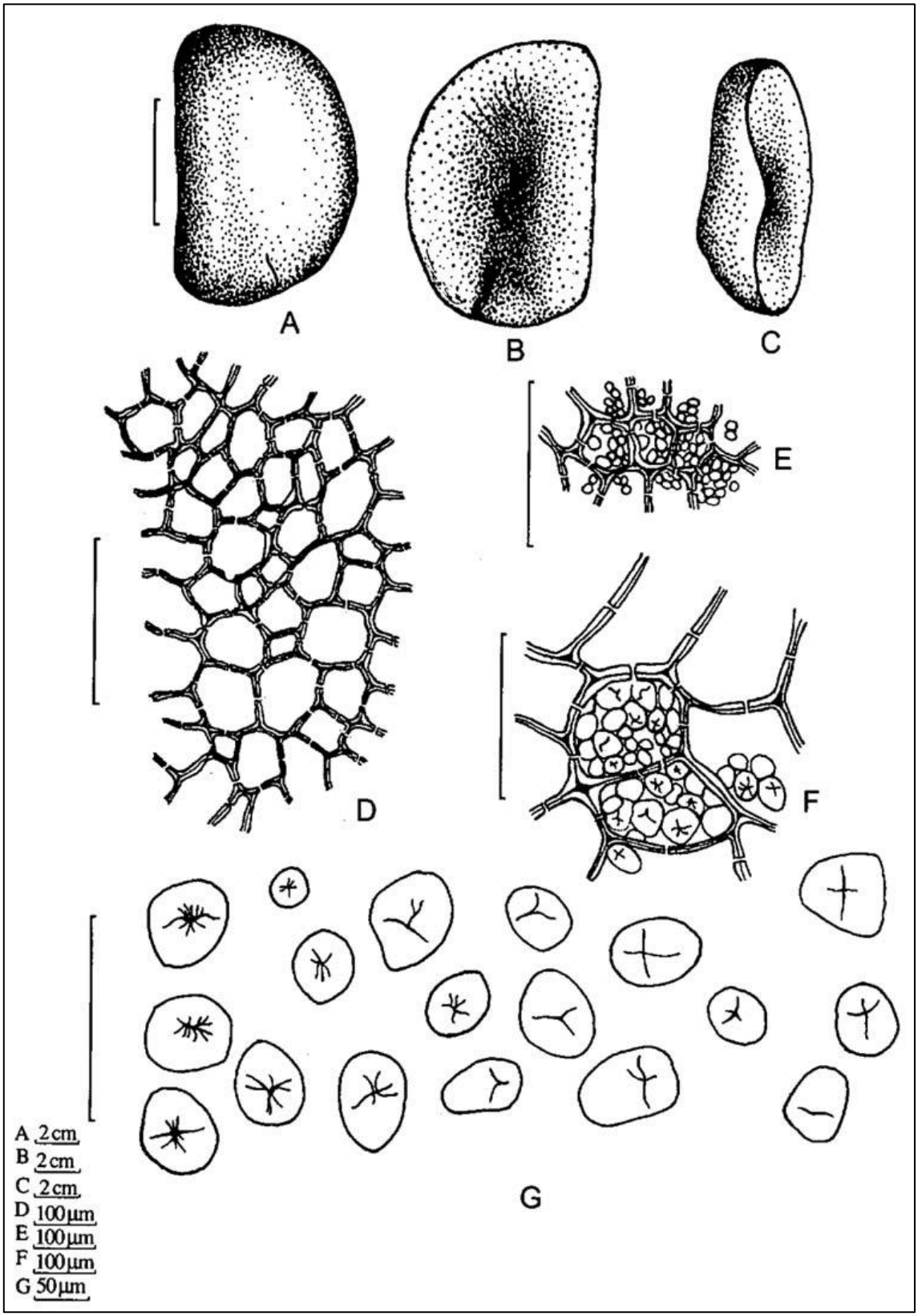



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Cola nitida* (Vent.) Schott & Endl.**

As escalas correspondem em **A**, **B** e **C** a 2 cm; em **D**, **E** e **F** a 100 µm; em **G** a 50 µm.

**A** – aspecto da face externa do cotilédone. **B –** aspecto da face interna do cotilédone. **C –** cotilédone em vista equatorial. **D**, **E**, **F e G –** detalhes do pó. **D**, **E** e **F –** fragmentos de parênquima, evidenciando tamanhos variáveis de células e paredes pontoadas. **G –** detalhe de grãos de amido, mostrando variabilidade quanto à forma, tamanho dos grãos e aspecto do hilo.

# NOZ-VÔMICA, semente
## *Strychni semen*

A droga vegetal consiste de sementes secas de *Strychnos nux-vomica* L., contendo, no mínimo, 0,5% de estriquinina ($C_{21}H_{22}N_2O_2$, 334,42).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

As sementes possuem coloração cinza-acastanhada, forma discoide, margem ligeiramente engrossada, medindo 10 a 30 mm de diâmetro e 4 a 6 mm de espessura. Na região central encontra-se o hilo protuberante, de onde parte uma linha radial até a micrópila localizada num ponto da margem. O tegumento é rígido e a superfície apresenta textura acetinada, densamente coberta por tricomas tectores lignificados, com disposição radiada do centro para a margem. Internamente ao tegumento, o endosperma é translúcido, córneo, cinza-claro, separado em duas partes por uma cavidade central em forma de disco. Adjacente à micrópila ocorre o embrião, formado por dois pequenos cotilédones cordiformes, 5 a 7 nervados e uma radícula.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal, o tegumento apresenta uma epiderme formada por células de paredes espessadas e lignificadas, com pontoações lineares e oblíquas. Cada célula tem a base dilatada, poligonal, semelhante a uma célula pétrea, que se prolonga externamente de forma inclinada, formando com as demais um tapete de tricomas tectores. Internamente à epiderme, células parenquimáticas achatadas e comprimidas formam uma faixa amarronzada de células indistintas. Na região do hilo, encontram-se pequenos vasos xilemáticos espiralados como componentes de um curto feixe vascular. O endosperma é recoberto por uma camada epidérmica de células com paredes levemente espessadas, seguida por células endospérmicas poliédricas, de paredes hemicelulósicas espessadas, conectadas por plasmodesmos, contendo gotículas lipídicas e grãos de aleurona, estes com aproximadamente 30 µm de diâmetro. O embrião consiste de células parenquimáticas com pequenas gotículas lipídicas e grãos de aleurona.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração cinza-acastanhada, tricomas lignificados isolados ou aglomerados, inteiros ou fragmentados, fragmentos do endosperma com tecido parenquimático de paredes hemicelulósicas espessadas com conteúdo amorfo e alguns grãos de aleurona visíveis.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$, com espessura de 250 µm.

*Fase móvel*: álcool butílico, água e ácido acético glacial (70:20:10).

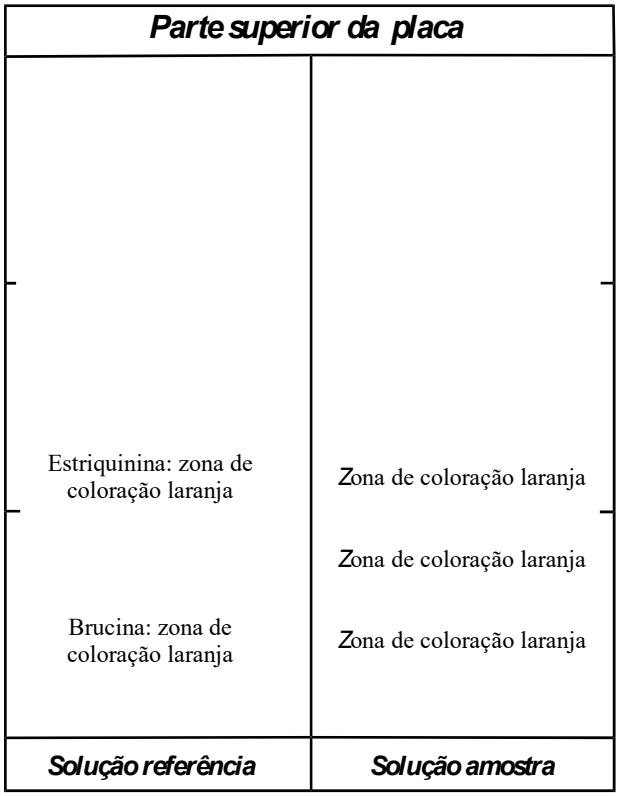
*Solução amostra*: pesar 1 g da droga vegetal pulverizada e adicionar 20 mL de álcool etílico a 70% (v/v). Levar ao banho-maria durante 15 minutos. Filtrar e evaporar em banho-maria até secura, a temperatura não superior a 60 °C. Suspender o resíduo em 5 mL de álcool metílico. Filtrar em unidade filtrante 0,45 µm e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência (1)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de estriquinina em álcool metílico, para obter a concentração de 500 µg/mL.

*Solução referência (2)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de brucina em álcool metílico, para obter a concentração de 500 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência (1)* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar com solução de ácido sulfúrico a 10% em álcool etílico absoluto (v/v), e, em seguida, com iodeto de potássio e subnitrato de bismuto SR. Deixar a placa secar ao ar durante cinco minutos. Examinar sob a luz visível.

*Resultados:* no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 12,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 3,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 0,7%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4). Cumpre o teste.**

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Estriquinina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 210 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm), mantida à temperatura de 30 °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,3 mL/minuto. Sistema isocrático.

*Fase móvel:* tampão fosfato de potássio dibásico 7 g/L, com pH 3 ajustado com ácido fosfórico, acetonitrila e dietilamina (900:100:20).

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 1,0 g da droga vegetal pulverizada e transferir para balão de fundo redondo. Adicionar 20 mL de ácido clorídrico 0,1 *M*, e aquecer, sob refluxo, durante 30 minutos. Após resfriamento, filtrar em algodão para balão de fundo redondo de 100 mL. Extrair o resíduo da droga no filtro e no algodão com 20 mL de ácido clorídrico 0,1 *M* e aquecer, sob refluxo, durante 15 minutos. Reunir a fase aquosa e adicionar hidróxido de amônio 6 *M*, até obtenção de pH 9,0. Transferir para funil de separação de 250 mL e extrair três vezes com 30 mL de éter etílico. Reunir as fases orgânicas em um béquer e adicionar 5 g de sulfato de sódio anidro. Agitar com bastão de vidro. Filtrar em papel de filtro para cápsula de porcelana. Lavar o béquer com 20 mL de éter etílico. Reunir o líquido de lavagem com as fases orgânicas. Evaporar até resíduo em banho-maria, com temperatura não superiora 50 ºC. Suspender o resíduo em 1 mL de álcool metílico. Transferir para balão volumétrico de 10 mL. Lavar a cápsula de porcelana com 5 mL da *Fase móvel*. Transferir o líquido de lavagem para o balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com a *Fase móvel* e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: pesar 8,0 mg de estriquinina, transferir para balão volumétrico de 10 mL e diluir com a *Fase móvel*. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Calcular o teor de estriquinina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TE} = \frac{\mathrm{A_a} \times \mathrm{C_r}}{\mathrm{A_r} \times m_\mathrm{a}} \times \mathrm{FD}_a \times 100$$

em que,

TE = teor de estriquinina % (p/p);
$A_r$ = área sob o pico correspondente à estriquinina na *Solução referência*;
$A_a$ = área sob o pico correspondente à estriquinina na *Solução amostra*;
$C_r$ = concentração da estriquinina na *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$m_a$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
$FD_a$ = fator de diluição da *Solução amostra* (10); e

100 = fator de conversão para teor em %, (g/ 100 g).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

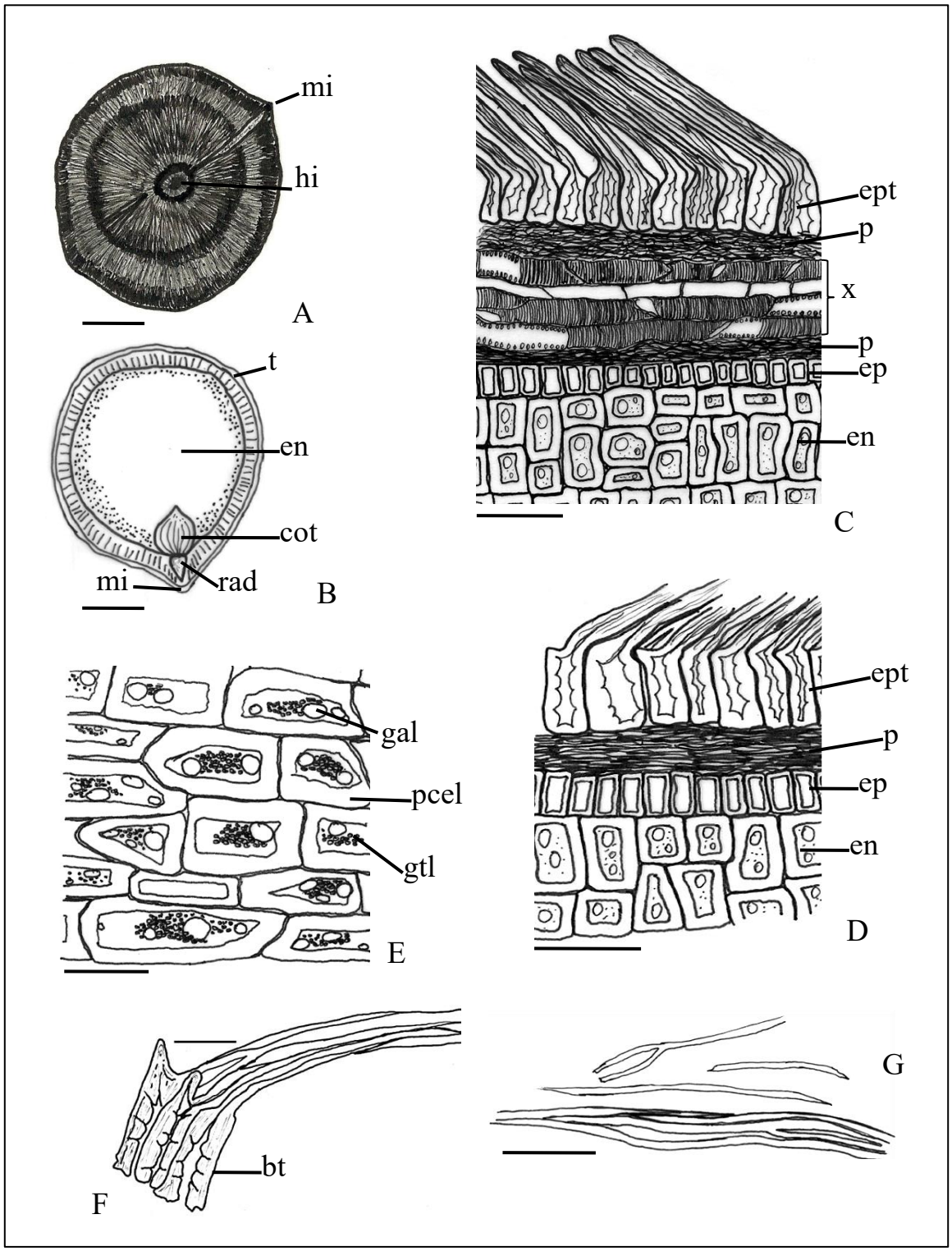



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Strychnos nux-vomica* L.**

As escalas correspondem em **A** e **B** a 1 cm; em **C** e **D** a 200 µm; em **F** e **G** a 100 µm; em **E** a 50 µm.

**A** - vista frontal da semente inteira mostrando o hilo (hi) e a micrópila (mi). **B** - vista frontal da semente aberta longitudinalmente mostrando um dos cotilédones (cot), endosperma (en), micrópila (mi), radícula do embrião (rad) e o tegumento (t). **C** - secção transversal na região da micrópila: endosperma (en), epiderme do endosperma (ep), epiderme do tegumento (ept) evidenciando os tricomas tectores lignificados, parênquima comprimido do tegumento (p) e vasos do xilema (x). **D –** secção transversal fora da região da micrópila com endosperma (en), epiderme do endosperma (ep), epiderme do tegumento (ept) e parênquima comprimido (p). **E** – fragmento do tecido endospérmico com destaque para os grãos de aleurona (gal), as gotículas lipídicas (gtl) e o espessamento celulósico da parede celular (pcl). **F** – fragmento da epiderme do tegumento, destacando a base do tricoma (bt) semelhante a uma célula pétrea com paredes espessadas e lignificadas e pontoações simples. **G** – fragmento da porção estendida do tricoma da epiderme do tegumento.

# PITANGUEIRA, folha
## *Eugeniae folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas de *Eugenia uniflora* L., contendo, no mínimo, 5,0% de taninos, 1,0% de flavonoides totais, expressos em quercetina; e, 0,8% de óleos voláteis. O óleo volátil é constituído de, no mínimo, 27,0% de curzerenos (*cis* e *trans*).

CARACTERÍSTICAS

As folhas secas apresentam odor cítrico

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas simples, ovaladas a ovalado-lanceoladas, em geral com 4,5 a 6,2 cm de comprimento e 2 a 2,7 cm de largura, glabras, membranáceas a levemente coriáceas, de coloração verde escuro na face adaxial e verde mais claro na abaxial; lâmina com ápice agudo a acuminado, por vezes levemente falcado, base aguda a obtusa, margem inteira, peninérvea, com nervura principal mais proeminente na face abaxial. Nervação camptódromo-broquidódroma, cada nervura secundária partindo em ângulo agudo em relação à principal, anastomosando-se com sua superior subsequente, de modo a formar uma série de arcos nas proximidades do bordo foliar; as nervuras secundárias e de ordem superior determinam aréolas incompletas, com terminações vasculares livres. Pecíolo com 0,3 a 0,6 cm de comprimento. As glândulas, presentes na lâmina, dificilmente são visualizadas sem auxílio de lentes.

**B.** Descrição microscópica

Lâmina foliar de simetria dorsiventral, hipoestomática com estômatos paracíticos, cujas células-guarda mostram espessamento da face interna em forma de halteres. Em vista frontal, as paredes anticlinais das células epidérmicas são sinuosas em ambas as faces. Em secção transversal, a lâmina apresenta epiderme uniestratificada, recoberta por cutícula. O parênquima paliçádico é uniestratificado e acompanhado por células coletoras. O parênquima esponjoso possui de sete a nove estratos de células com projeções braciformes relativamente longas. No mesofilo são comuns idioblastos com cristais rômbicos e com drusas de oxalato de cálcio. Cavidades secretoras, contendo óleo volátil, são comuns subjacentes à epiderme, em ambas as faces foliares, embora mais abundantes na adaxial. Na nervura principal, de contorno plano-convexo, ou raramente côncavo-convexo ou biconvexo, ocorrem, subjacentes à epiderme, uma a três camadas de colênquima anelar. O feixe vascular principal é do tipo bicolateral, em arco aberto, envolto por dois a três estratos de células parenquimáticas de paredes espessadas, e uma bainha de fibras, exceto nas extremidades do arco. O floema apresenta abundância de cristais rômbicos de pequenas dimensões. As nervuras secundárias e as de menor calibre são acompanhadas por calotas de fibras em ambos os polos. O pecíolo, de contorno côncavo-convexo, apresenta pequenas expansões laterais. A epiderme é uniestratificada, contendo substâncias de coloração castanha, também presente nas células do parênquima fundamental subjacente, colenquimatoso. Cavidades secretoras, semelhantes às da lâmina, também estão presentes subepidermicamente. Grãos de amido, drusas e cristais ocorrem em abundância por todo o parênquima. O feixe vascular configura-se em arco aberto, bicolateral, com abundância de cristais rômbicos no floema, envolto por quatro a oito camadas de tecido parenquimático de paredes espessadas, formando uma bainha perivascular. Fibras, isoladas ou em grupos de dois a três elementos, raramente estão presentes ao redor do feixe vascular.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: fragmentos de epiderme da lâmina com paredes anticlinais sinuosas, sem estômatos; fragmentos de epiderme com estômatos paracíticos, mostrando o espessamento em halteres; fragmentos da lâmina mostrando parênquima paliçádico uniestratificado e/ou parênquima esponjoso com projeções braciformes relativamente longas; fragmentos da lâmina contendo cristais rômbicos, drusas em abundância e cavidades secretoras de aspecto brilhante devido à presença de óleo volátil; drusas e cristais rômbicos isolados.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,250 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico e água (75:5:5).

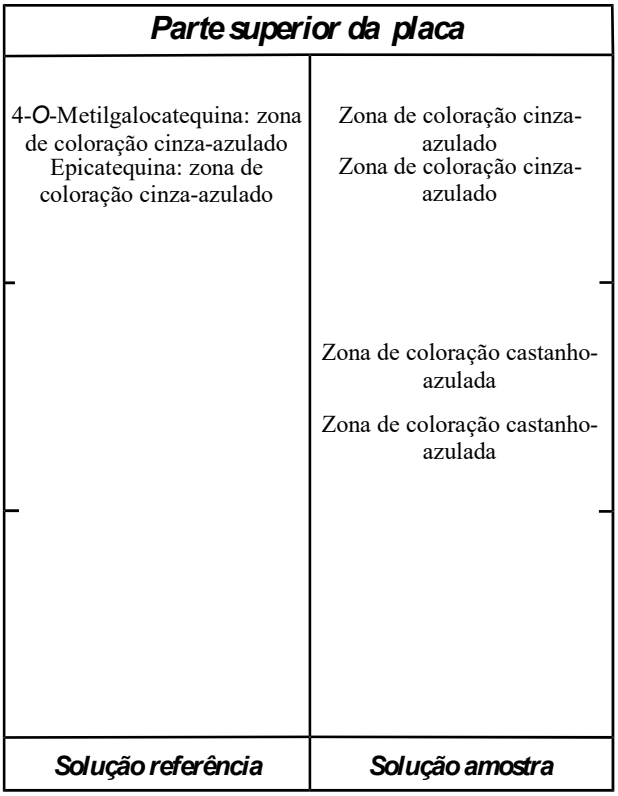
*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 10 g da droga pulverizada, acrescentar 100 mL de água e aquecer sob refluxo por 15 minutos. Após resfriamento à temperatura ambiente, filtrar a solução obtida em algodão, sob pressão reduzida. Extrair a fase aquosa resultante com três porções de 25 mL de acetato de etila em funil de separação de 125 mL. Deixar em repousou em freezer a temperatura de -18 °C durante 15 minutos, para total separação das fases. Reunir e filtrar as frações orgânicas com 5 g de sulfato de sódio anidro. Evaporar a fração orgânica em rotaevaporador sob pressão reduzida até resíduo. Suspender o resíduo com 1 mL de álcool metílico.

*Solução referência (1)*: pesar cerca de 1 mg de epicatequina e dissolver em 2 mL de álcool metílico.

*Solução referência (2)*: pesar cerca de 1 mg de 4'-*O*-metilgalocatequina e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Soluções referência (1)* e 10 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar em capela de exaustão. Nebulizar a placa com solução de cloreto férrico a 1% (p/v) em álcool metílico.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




**E.** Para a identificação de curzerenos, proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector de espectrometria de massas, utilizando mistura de nitrogênio, ar sintético e hidrogênio (1:1:10) como gases auxiliares; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, preenchida com propilenoglicol, com espessura do filme de 0,25 µm. Utilizar hélio a uma pressão de 80 kpa como gás de arraste com fluxo de 1 mL/minuto.

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 63,33 | 60 → 250 |
| Injetor | | 220 |
| Detector | | 230 |

*Solução amostra*: diluir o óleo volátil em éter etílico (2:100).

*Procedimento*: injetar volume de 1 µL da *Solução amostra* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. Os isômeros do curzereno devem apresentar tempo de retenção relativo de aproximadamente 1845. Determinar as concentrações relativas por integração manual ou eletrônica pelo método de normalização.

Calcular o Índice de Retenção Relativo (IRR), segundo a expressão:

$$IRR = 100 \times n + \frac{100 \times (tr_x - tr_z)}{(tr_{z+1} - tr_z)}$$

em que,

IRR = Índice de Retenção Relativo;
n = número de átomos de carbono do alcano de menor peso molecular;

$tr_x$ = tempo de retenção do composto "x" (intermediário a $tr_z$ e $tr_{z+1}$);
$tr_z$ = tempo de retenção do alcano com "n" carbonos; e
$tr_{z+1}$ = tempo de retenção do alcano com "n +1" carbonos.

TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Perda por dessecação (5.2.9.1*).** *Método gravimétrico.* No máximo 10,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 11,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Índice de espuma.** Transferir, quantitativamente, cerca de 1 g da droga vegetal pulverizada (180 µm), pesada, com exatidão, para erlenmeyer contendo 50 mL de água fervente. Manter sob fervura moderada durante 15 minutos. Resfriar, filtrar em algodão para balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume, através do filtro, até 100 mL e homogeneizar. Distribuir o decocto obtido em 10 tubos de ensaio com tampa (16 mm de diâmetro por 16 cm de altura), em uma série sucessiva de 1 mL, 2 mL, 3 mL, até 10 mL, e ajustar o volume do líquido em cada tubo a 10 mL com água. Tampar os tubos e agitá-los, vigorosamente, com movimentos verticais por 15 segundos, com duas agitações por segundo. Deixar em repouso por 15 minutos e medir a altura da espuma. Após, adicionar em cada tubo 1 mL de ácido clorídrico 2 *M*. Se a altura da espuma de todos os tubos for inferior a 1 cm, o índice de espuma é menor do que 100. Se, em qualquer um dos tubos, a altura da espuma medida permanecer igual ou superior a 1 cm, a diluição do material vegetal nesse tubo (A) é o índice observado. Calcular o índice de espuma (IE), segundo a expressão:

$$\mathrm{IE} = \frac{1000}{\mathrm{A}}$$

em que,

IE = índice de espuma; e
A = volume em mililitros do decocto usado para preparação da diluição no tubo em que a espuma foi observada.

O IE para o decocto deve ser de, no mínimo, 125.

DOSEAMENTO

**Taninos totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque:* pesar, com exatidão, cerca de 0,75 g da droga pulverizada (250 µm) **(5.2.11)** e transferir para um erlenmeyer de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água. Aquecer, em banho-maria, durante 30 minutos à temperatura de 60 °C. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o erlenmeyer e transferir as águas de lavagem com todo conteúdo de droga vegetal para o mesmo balão volumétrico. Completar o volume com água e homogeneizar. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir 5 mL do filtrado para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_1$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*: a 10 mL do filtrado adicionar 0,1 g de pó de pele SQR e agitar, mecanicamente, em erlenmeyer de 125 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Transferir, volumetricamente, 5 mL desse filtrado para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_2$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, em água, imediatamente antes do uso 50 mg de pirogalol, transferir para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL da solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_3$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero. Calcular o teor de taninos totais, expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{(A_1 - A_2) \times m_2 \times 62{,}5}{A_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);
$A_1$ = absorvância da *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_2$ = absorvância da *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;
$A_3$ = absorvância da *Solução referência*;
$m_1$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação; e
$m_2$ = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

**Flavonoides totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,4 g de droga pulverizada (250 µm) **(5.2.11)**, e transferir para um balão de fundo redondo de 100 mL. Adicionar 1 mL de solução de metenamina a 0,5% (p/v), 20 mL de acetona e 2 mL de ácido clorídrico. Aquecer, sobre manta de aquecimento, mantendo sob refluxo, por 30 minutos. Filtrar em pequena quantidade de algodão para um balão

volumétrico de 100 mL. Lavar o resíduo da droga e o algodão, no mesmo balão de fundo redondo, com 20 mL acetona. Manter sob refluxo, por 10 minutos, e filtrar em algodão para o mesmo balão volumétrico de 10 mL. Repetir essa operação mais uma vez. Resfriar à temperatura ambiente, completar o volume com acetona e homogeneizar. Transferir 20 mL dessa solução acetônica, para funil de separação (125 mL), 20 mL de água e extrair com uma porção de 15 mL de acetato de etila. Repetir a extração por três vezes, com porções de 10 mL de acetato de etila. Reunir as fases acetato de etila e lavar em funil de separação com duas porções de 50 mL de água. Transferir a fase de acetato de etila para balão volumétrico de 50 mL, completar o volume com acetato de etila e homogeneizar.

*Solução amostra*: transferir, volumetricamente, 10 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, adicionar 1 mL da solução de cloreto de alumínio a 2% (p/v) em álcool metílico, completar o volume com solução de ácido acético a 5% (v/v) em álcool metílico e homogeneizar.

*Solução branco*: transferir 10 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de ácido acético a 5% (v/v) em álcool metílico e homogeneizar.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* a 425 nm, em cubeta com 1 cm de espessura, 30 minutos após seu preparo, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular o teor de flavonoides totais, expressos em quercetina, na amostra, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TQ} = \frac{\mathrm{A} \times 625}{m \times 500}$$

em que,

TQ = teor de flavonoides totais expressos em quercetina % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*;
625 = fator de diluição;
500 = coeficiente de absorção específica da quercetina; e
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de 1000 mL contendo 500 mL de água destilada como líquido de destilação e 0,5 mL de xileno, no tubo graduado. Utilizar planta seca rasurada e não contundida. Proceder à determinação de óleo volátil, a partir de 100 g da droga rasurada. Destilar durante quatro horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

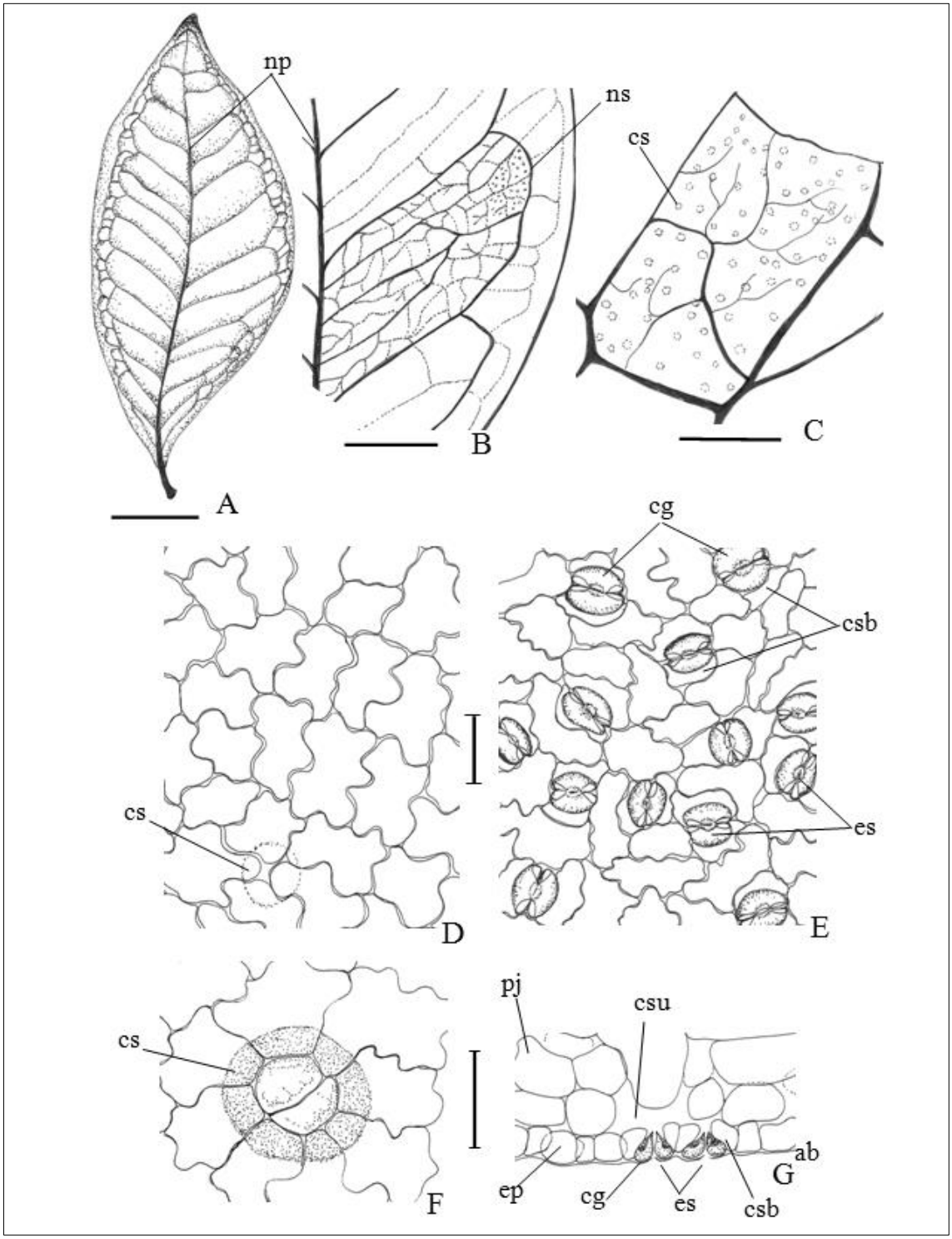



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Eugenia uniflora* L.**

As escalas correspondem em **A** a 1 cm; em **B** a 5 mm; em **C** a 1 mm; em **D**, **E**, **F** e **G** a 50 µm.
**A** – representação esquemática da folha, em vista frontal: nervura principal (np). **B** – detalhe esquemático de porção da lâmina mostrando a nervação foliar: nervura principal (np); nervura secundária (ns). **C** – detalhe esquemático de aréolas e terminações vasculares: cavidade secretora (cs). **D** e **E** – detalhes parciais da face adaxial e abaxial da lâmina foliar, respectivamente, em vista frontal: cavidade secretora (cs); célula-guarda (cg); célula subsidiária (csb); estômato (es). **F** – detalhe parcial da face adaxial da lâmina foliar, em vista frontal, mostrando uma cavidade secretora visualizada por transparência: estômato (es). **G** – detalhe parcial da lâmina, em secção transversal, mostrando complexos estomáticos geminados: parênquima esponjoso (pj); câmara subestomática (csu); face abaxial (ab); célula subsidiária (csb); estômato (es); célula-guarda (cg); epiderme (ep).

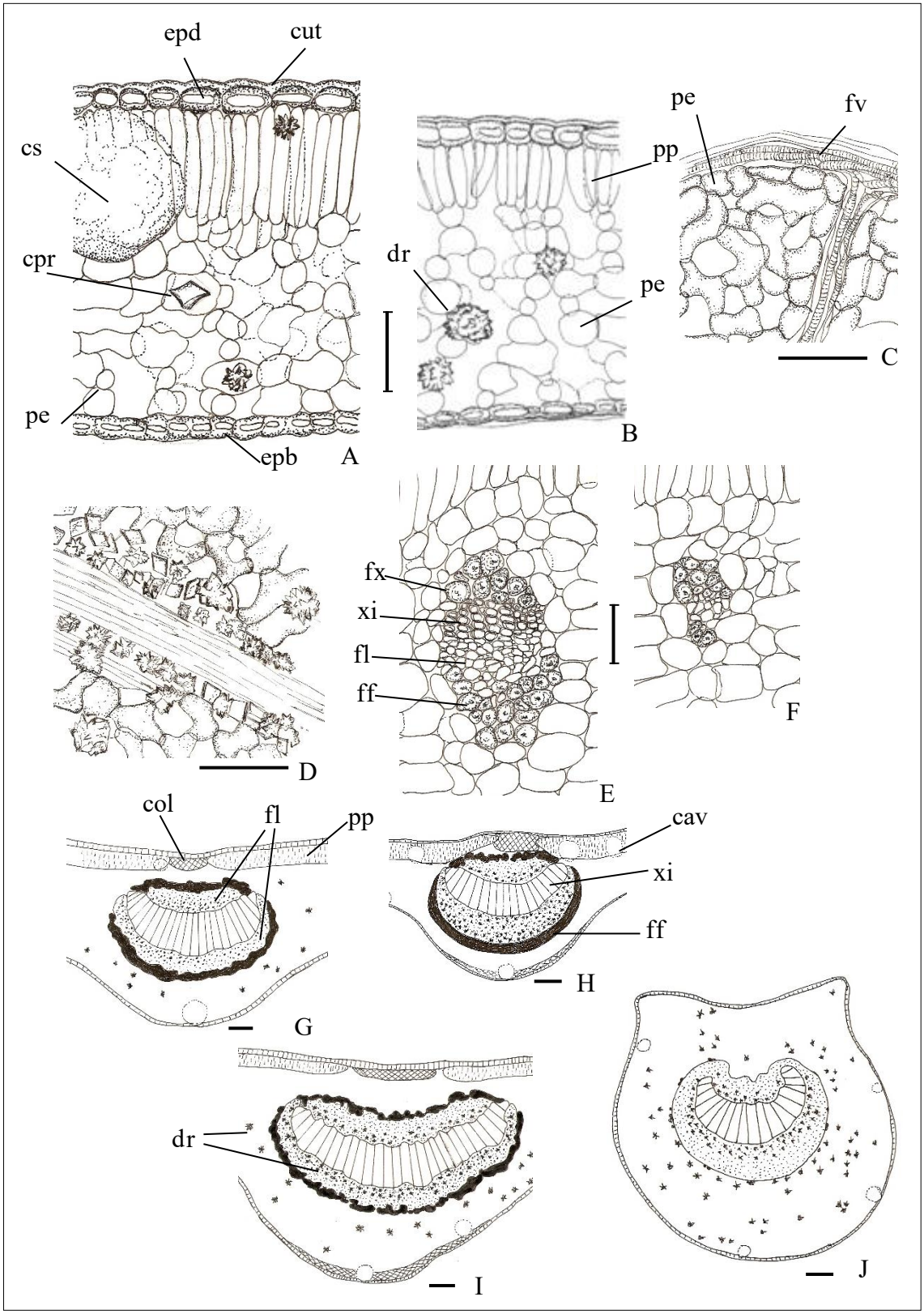



**Figura 2 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Eugenia uniflora* L.**

As escalas correspondem em **A** e **B** a 100 µm; em **C**, **D**, **E** e **F** a 50 µm; em **G**, **H** e **I** a 100 µm; em **J** a 200 µm.
**A** e **B** – detalhes parciais do mesofilo de diferentes amostras, em secções transversais: face abaxial (ab); face adaxial (ad); epiderme (ep); cutícula (cu); cavidade secretora (cs); idioblasto cristalífero (ic); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); espaço intercelular (ei). **C** e **D** – fragmentos do pó mostrando detalhes do parênquima esponjoso: parênquima esponjoso (pj); espaço intercelular (ei); feixe vascular (fv); idioblasto cristalífero (ic). **E** e **F** – detalhes parciais, em secções transversais, de uma nervura secundária e uma terciária, respectivamente: parênquima paliçádico (pp); fibras do xilema (fx); xilema (x); floema (f); fibras do floema (ff); parênquima esponjoso (pj). **G, H** e **I** – diagramas

da nervura principal, em secções transversais, nas regiões mediana (**G**) e basal de diferentes amostras (**H** e **I**): face abaxial (ab); face adaxial (ad); epiderme (ep); xilema (x); colênquima (co); floema (f); parênquima paliçádico (pp); fibras do floema (ff); idioblasto cristalífero (ic); cavidade secretora (cs). **J** – diagrama, em secção transversal, do pecíolo: face abaxial (ab); face adaxial (ad); cavidade secretora (cs); epiderme (ep); floema (f); idioblasto cristalífero (ic); xilema (x).

# PLANTAGO, folha
## *Plantago major L., folium*

A droga é constituída por folhas secas, íntegras ou rasuradas, de *Plantago major* L., Plantaginaceae, contendo, no mínimo, 2,00% de verbascosídeo ($C_{29}H_{36}O_{15}$, 624,59).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas ovadas a elípticas, em geral com 9,5 a 16 cm de comprimento e 4,5 a 13 cm de largura, ápice agudo a obtuso, base obtusa, margem irregularmente denteada, com consistência membranácea a papirácea, de coloração verde-escura com bordas eventualmente mais claras; tricomas glandulares estão presentes na lâmina foliar. A nervação é anastomosada, acródroma basal com nervura principal que se divide em nervuras secundárias, terciárias e quaternárias. O pecíolo é sulcado, de consistência firme, medindo de 4,5 a 6,0 cm de comprimento e de 0,4 a 0,6 cm de largura.

**B.** Descrição microscópica

A lâmina foliar apresenta mesofilo homogêneo e é anfiestomática, com estômatos anisocíticos e tetracíticos na face adaxial e anisocíticos e anomocíticos na face abaxial. Em vista frontal, as paredes anticlinais das células epidérmicas são de retas a ondeadas, em ambas as faces. Tricomas não glandulares unisseriados e glandulares plurisseriados capitados estão presentes na epiderme. O mesofilo é constituído totalmente por células isodiamétricas, apresentando parênquima esponjoso com cerca de 8-9 camadas. Células com conteúdo mucilaginoso ocorrem no mesofilo e na nervura central. Em secção transversal, a nervura central exibe contorno côncavo-convexo com epiderme unisseriada coberta por cutícula espessa. Subjacente à epiderme, 1 camada de colênquima angular é observada. O feixe vascular é único, colateral e em arco aberto. Em secção transversal, o pecíolo exibe formato côncavo-convexo com 2 alas voltadas para a face adaxial, apresentando epiderme unisseriada coberta por cutícula espessa. Subjacente à epiderme, encontram-se de 1-2 camadas de colênquima angular e nas alas ocorrem de 3-5 camadas. Tricomas não glandulares como previamente descritos para a lâmina foliar estão presentes no pecíolo. O sistema vascular é representado por três feixes vasculares colaterais de maior porte, em arco aberto, sendo que entre eles aparecem vários feixes menores.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as características estabelecidas para espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: fragmentos de parênquima esponjoso; fragmentos de elementos de vasos; tricomas não glandulares e estômatos.

**D.** Falsificações e adulterantes

Difere macroscopicamente de *Plantago australis* Lam. por esta não apresentar pecíolo evidente, mas possui folha de base longamente atenuada, assemelhando-se a um pecíolo. Microscopicamente difere de *P. australis* por esta apresentar mesofilo dorsiventral com 1-2 camadas de parênquima paliçádico, 5-6 camadas de parênquima esponjoso e apresentar estômatos diacíticos, anisocíticos e tetracíticos em ambas as faces. Difere macroscopicamente de *Plantago lanceolata* L. por esta apresentar folha lanceolada. Microscopicamente difere de *P. lanceolata* por essa não apresentar tricomas não glandulares na lâmina foliar, apresentar estômatos diacíticos, anisocíticos e tetracíticos na face adaxial e diacíticos e anisocíticos na face abaxial, além de apresentar esclerênquima adjacente ao feixe vascular do pecíolo e ausência de tricomas no pecíolo.

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1).**

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico, ácido acético e água (110:11:11:20).

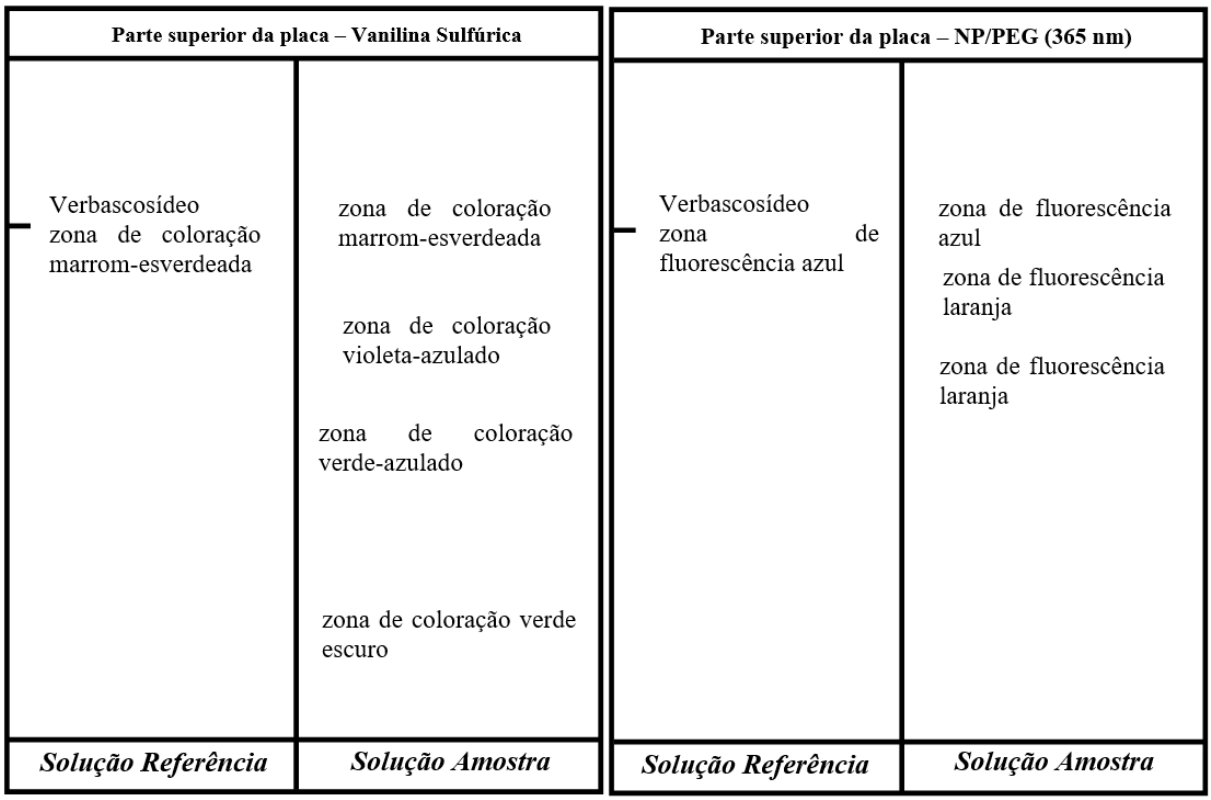
*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,10 g da droga em pó (< 180 µm) em tubo de ensaio com tampa. Adicionar 6,0 mL de álcool metílico a 89%. Em seguida, levar o extrato a banho de ultrassom por 60 minutos em temperatura ambiente. Filtrar em algodão e prensar o mesmo até esgotar o filtrado contido no algodão. Aplicar o filtrado na cromatoplaca.

*Solução referência:* solução de verbascosídeo a 200 µg/mL em metanol.

*Revelador*: dissolver 5 g de macrogol 4000 em metanol e completar o volume para 100 mL com o mesmo solvente.

*Procedimento*: aplicar em duas cromatoplacas, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência*. Em cuba previamente saturada por 20 minutos, desenvolver o cromatograma por 8 cm. As cromatoplacas devem ser removidas da cuba e secas, ao ar, por 30 minutos e durante 5 minutos em estufa a 100 a 105 ºC. Após a secagem, nebulizar a cromatoplaca 1 com a vanilina sulfúrica SR e secar em estufa a 100 a 105 ºC por 3 minutos. Observar na luz visível. Nebulizar a cromatoplaca 2 com a mistura de difenilborato de aminoetanol SR e do *Revelador* (1:1), secar em estufa a 100 a 105 ºC por 5 minutos e observar a 365 nm.

*Resultados*: o esquema abaixo apresenta as zonas obtidas com as *Soluções de referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes. A presença de duas bandas azul fluorescentes, em Rfs aproximados de 0,5 e 0,64 indicam presença de compostos das espécies de *P. australis* e *P. lanceolata*.



TESTES

**Água (5.4.1.4).** *Método gravimétrico*. No máximo, 14,0%.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo, 2,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo, 16,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Verbascosídeo**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 332 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm), mantida à temperatura de 25 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,7 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido trifluoracético (100:0,01).

*Eluente (B)*: álcool metílico.

*Gradiente de fase móvel*: adotar sistema de gradiente linear, conforme tabela a seguir.

| ***Tempo (Minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 1 | 80 | 20 | isocrática |
| 1 - 4 | 60 → 50 | 40 → 50 | gradiente linear |
| 4 - 6 | 50 → 40 | 50 → 60 | gradiente linear |
| 6 - 20 | 40 → 10 | 60 → 90 | gradiente linear |
| 20 - 22 | 10 → 5 | 90 → 95 | gradiente linear |
| 22 - 24 | 5 → 0 | 95 → 100 | gradiente linear |
| 24 - 26 | 0 | 100 | isocrática |
| 26 - 27 | 0 → 80 | 100 → 20 | gradiente linear |
| 27 - 32 | 80 | 20 | isocrática |

*Solução amostra:* pesar, com exatidão, cerca de 0,15 g da droga em pó (< 180 µm) em balão de fundo redondo de 50 mL. Adicionar 9,0 mL de álcool metílico a 89%. Em seguida, levar a extração sob refluxo, em banho maria a 70 a 80 ºC, por 60 minutos. Após, resfriar e filtrar o extrato por algodão para balão volumétrico de 10 mL. Lavar o balão de fundo redondo com 1 mL de álcool metílico a 89%e prensar o algodão até esgotar o filtrado contido nele. Completar o volume com álcool metílico

a 89%. Transferir uma alíquota de 1,25 mL do extrato para balão volumétrico de 5 mL e completar o volume com álcool metílico a 89%. Filtrar a solução resultante em filtro de politetrafluoretileno (PTFE) de 0,45 µm e transferir para vial de vidro de 2 mL.

*Solução referência:* preparar solução padrão de verbascosídeo a 120 µg/mL, em álcool metílico.

*Procedimento:* injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e da *Solução amostra* em triplicata, registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção para o verbascosídeo é de cerca de 8,9 minutos. Calcular o teor de verbascosídeo na amostra a partir da concentração da *Solução referência*. O resultado é expresso pela média das determinações em porcentagem (g/100 g) de droga vegetal, considerando a determinação de água, segundo a expressão:

$$\%\, VB = \frac{Cp\ x\ Aa}{Ap\ x\ ma}\ x\ FD\ x\ 100$$

em que,

Cp = concentração de verbascosídeo na *Solução referência* em g/mL, considerando pureza do padrão;
Aa = área sob o pico correspondente ao verbascosídeo no cromatograma obtido com a *Solução amostra*;
Ap = área sob o pico correspondente ao verbascosídeo no cromatograma obtido com a *Solução referência*;
m = massa da amostra, em gramas, utilizada na preparação da *Solução amostra*, considerando a perda por dessecação; e
FD = Fator de diluição da amostra (40).

***Nota:*** picos no cromatograma, com tempos de retenção aproximado de 8,3 minutos (anteriores ao do verbascosídeo) ou ausência de um pico em aproximadamente 12,5 minutos, podem indicar adulteração por *Plantago australis* ou *Plantago lanceolata*.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

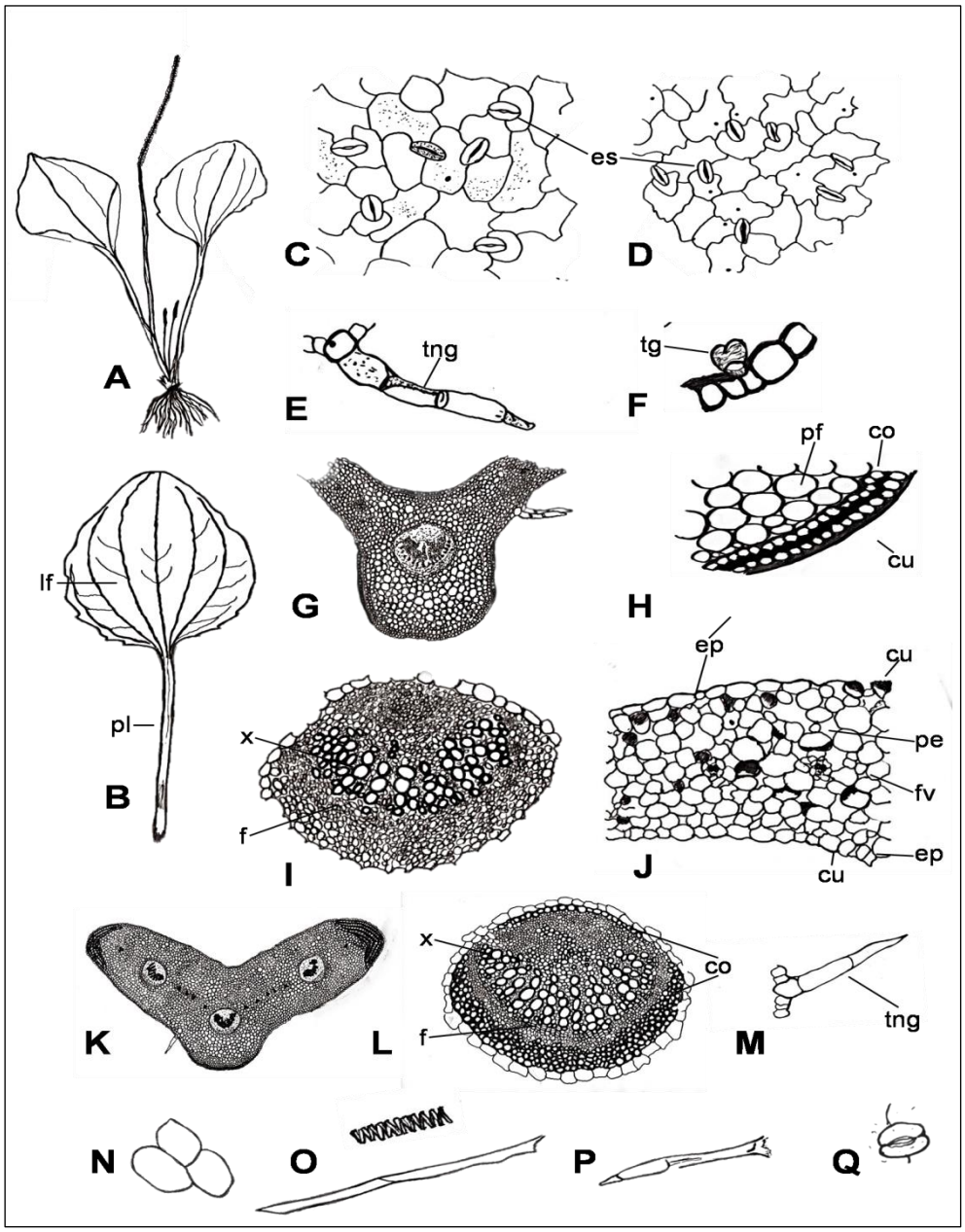



**Figura 1** –**Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Plantago major* L.**

As escalas correspondem em **A** e **B** a 2 cm; em **C**, **D**, **F, H, M e N** a 50 µm; em **E**, **I** e **J** a 100 µm; em **L, P** e **Q** a 200 µm; em **G**, **K** e **O** a 500 µm.

**A** – Aspecto geral da planta com as inflorescências. **B** – Aspecto geral da folha; lâmina foliar (lf); pecíolo (pl). **C** – vista frontal da epiderme adaxial; estômato (es). **D** – vista frontal da epiderme abaxial; estômato (es). **E** – tricoma não glandular (tng). **F** – tricoma glandular (tg). **G** – aspecto geral da nervura central. **H** – cutícula (cu); epiderme (ep); colênquima angular (co); parênquima fundamental (pf). **I** – aspecto geral do feixe vascular; xilema (x); floema (f). **J** – detalhe da porção do mesofilo em secção transversal; cutícula (cu); epiderme (ep); parênquima esponjoso (pe); feixe vascular (fv). **K** – aspecto geral do pecíolo.**L** – aspecto geral do feixe vascular; xilema (x); floema (f); colênquima (co). **M** – tricoma não glandular. **N** – fragmento de parênquima esponjoso. **O** – fragmento de elemento de vaso. **P** – tricoma não glandular. **Q** – estômato.

# PLANTAGO, testa

***Plantaginis ovatae seminis tegumentum***

A droga vegetal consiste da testa das sementes de *Plantago ovata* Forssk. (syn. *Plantago ispaghula* Roxb. ex Fleming), que intumesce e toma consistência coloidal quando misturada com água.

CARACTERÍSTICAS

A testa das sementes é inodora.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Fragmentos da testa das sementes, achatados, ovalados ou naviculares, com até 2 mm de comprimento e 1 mm de largura, de coloração bege-rosada, alguns deles mostrando uma mancha castanho-clara e oval, correspondente ao ponto onde estava o embrião, antes desse ter sido removido.

**B.** Descrição microscópica

Em vista frontal, as células da epiderme da testa apresentam forma poligonal-prismática de tamanho variado. Ao adicionar água, as camadas externas de mucilagem intumescem rapidamente, rompendo as paredes das células epidérmicas. Em secção transversal, as paredes externas das células da epiderme mostram espessas camadas de mucilagem, mais evidentes na região marginal da testa. Internamente à epiderme mucilaginosa, há uma camada delgada de células descoradas e obliteradas, pouco resistentes e que permitem que a epiderme se separe facilmente do restante da semente. A camada mais interna da testa da semente, quando presente, consiste de uma camada de células frequentemente obliteradas, de cor castanho-amarelada. Especialmente nas células da epiderme da região das margens da semente ocorrem alguns grãos de amido, evidenciados com solução de Lugol, compostos por dois a quatro elementos.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanha-clara a amarelo-pálida; fragmentos com células epidérmicas poligonais contendo mucilagem; fragmentos das camadas internas da testa com paredes acastanhado-claras, às vezes associadas a restos das camadas externas do endosperma; grãos de amido como os descritos, no interior de células ou isolados.

**D.** Descrição microscópica das impurezas

Ocasionalmente ocorrem fragmentos de células do endosperma com paredes espessadas, contendo gotas lipídicas e grãos de aleurona e fragmentos com células do embrião de paredes delgadas.

**E.** Falsificações ou adulterantes

São consideradas falsificações a presença de sementes de outras espécies de *Plantago*, que apresentam significativamente uma menor capacidade de intumescer, e sementes de *Salvia aegyptica* L. Uma droga substituta perigosa é a semente de *Lallemantia royleana* (Benth.) Benth., cuja mucilagem exsudada das células mistura-se com o conteúdo intestinal formando uma massa muito dura, o que pode levar à obstrução intestinal.

TESTES

**Água (5.2.20.2)**. *Método azeotrópico*. No máximo 12,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 4,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha leve.** Realizar o ensaio em capela ventilada. Transferir 30 g da droga, pesados em balança semi-analítica, com precisão de 0,1 g, para um béquer de 500 mL e adicionar 250 mL de cloreto de metileno. Agitar a suspensão com uma bagueta, esperar o material decantar. Retirar o material flutuante com auxílio de uma cápsula de porcelana pequena, passando-o por um tamis (300 μm), retornando o líquido para o mesmo béquer. Repetir o processo até não haver mais material flutuante. Colocar a peneira em uma estufa ventilada a 50 ºC até a eliminação total do solvente. Transferir o pó seco da peneira para um papel previamente tarado e determinar a massa. Calcular a porcentagem em relação à massa inicial. O valor encontrado deve ser, no máximo, 5%.

**Índice de intumescência.** Transferir 200 mg da droga pulverizada (250 μm) **(5.2.11)** para uma proveta de 25 mL, com subdivisões de 0,2 mL, provida de boca esmerilhada e tampa. Adicionar 12,5 mL de *fluido intestinal simulado com pancreatina pH 6,8*. Diluir com o fluido simulado até 25 mL, agitar mecanicamente a proveta durante um minuto e repetir o processo de agitação a cada 30 minutos durante oito horas. Aguardar o gel decantar durante 16 horas, totalizando um experimento de 24 horas. Determinar o volume de gel formado. O gel formado deve ser ≥ 8 mL para a droga pulverizada e ≥ 7 mL para a droga não pulverizada.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

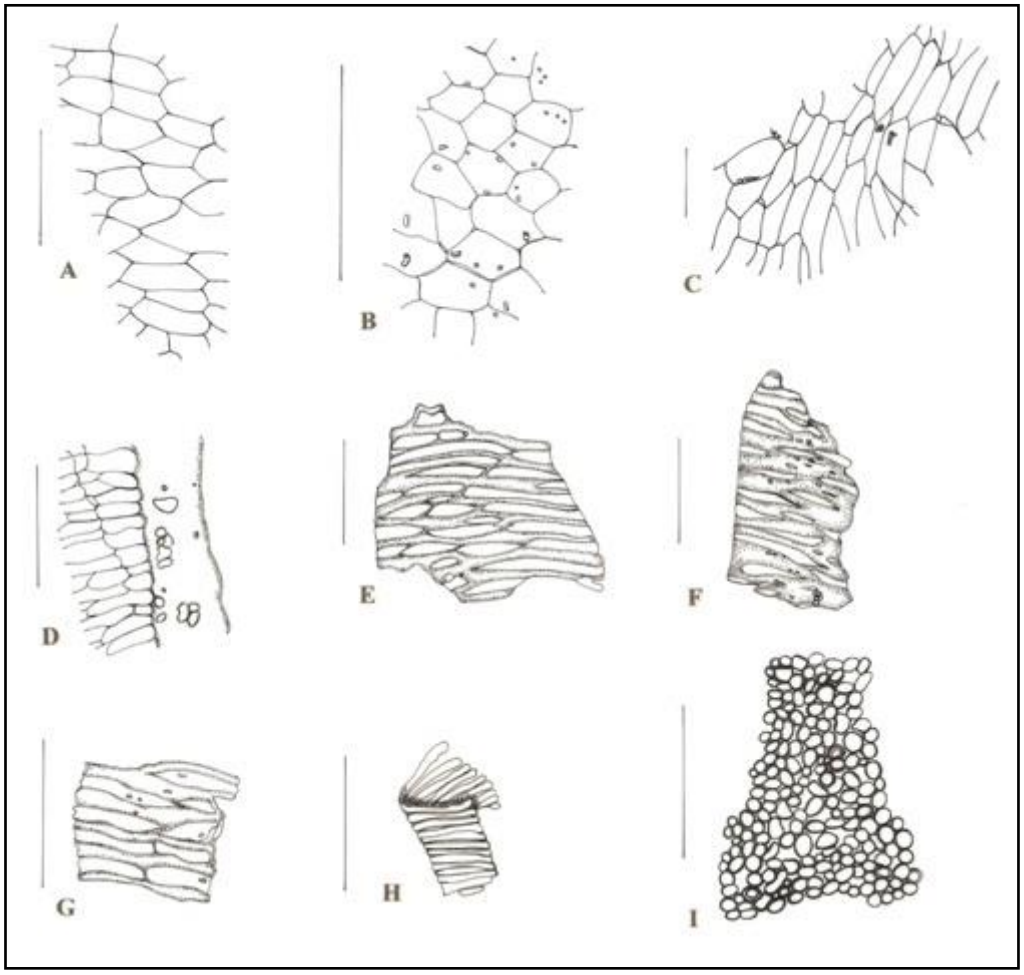



**Figura 1 – Aspectos microscópicos do pó do tegumento da semente de *Plantago ovata* Forssk.**

As escalas correspondem: em A e C a 50 µm, em B e de D-H a 100 µm e I a 200 µm.
**A-D –** fragmentos de epiderme da semente com células prismáticas, às vezes apresentando grãos de amido no seu interior;
**E-H –** fragmentos de células com paredes espessadas; **I –** fragmento de células do embrião.

# POLÍGALA, raiz
## *Senegae radix*

A droga vegetal consiste de raízes e curto rizoma nodoso de *Polygala senega* L. e de seus cultivares, contendo, no mínimo, 6,0% de saponinas expressos em derivados do ácido oleanólico ($C_{30}H_{48}O_3$, 456,70).

CARACTERÍSTICAS

A raiz tem odor característico semelhante ao salicilato de metila; o pó é esternutatório; quando agitado com água produz espuma abundante.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

A raiz é axial e fusiforme, um pouco tortuosa, às vezes ramificada ou bifurcada, apresentando na região apical um curto rizoma nodoso, subgloboso, fortemente alargado, com até 4 cm de largura, verrucoso, de coloração castanho-avermelhada, exibindo numerosos vestígios de caules aéreos, cuja presença não pode exceder 2% do peso total, cobertos ao nível de sua inserção por folhas rudimentares, escamosas, ovaladas, obtusas, com 2 a 3 mm de comprimento, frequentemente rosadas a arroxeadas, com bordos ciliados. Lateralmente, a raiz apresenta um apêndice em forma de quilha, disposto em toda a sua extensão, distribuído, geralmente, de maneira helicoidal. A raiz, abaixo do rizoma apical nodoso, tem em regra, de 5 a 20 cm de comprimento e de 0,5 a 1,2 cm de largura, podendo apresentar um pequeno número de raízes laterais. Sua superfície, de coloração castanho-amarelada e pardacenta na região superior e amarelada na inferior, é estriada, tanto longitudinal quanto transversalmente. Em secção transversal, observa-se o córtex amarelo-acastanhado, de espessura variada, circundando uma área central lenhosa, de coloração amarelo-clara, opaca, de forma mais ou menos circular, até irregular. Essa secção mostra uma estrutura predominantemente excêntrica, geralmente de forma oval ou piriforme, em virtude da presença da quilha. A forma da secção transversal é variável, inclusive em diferentes alturas no mesmo indivíduo. A fratura é lisa e nítida.

**B.** Descrição microscópica

Pelo exame microscópico da secção transversal da raiz, utilizando solução de hipoclorito de sódio a 3% (p/v), evidencia-se um súber de duas a seis camadas de células pardo-amareladas claras, alongadas tangencialmente, com paredes finas. A região cortical é formada por cerca de dez ou mais camadas de células, sendo as mais externas colenquimáticas e as demais parenquimáticas, as quais apresentam uma substância amorfa, incolor ou amarelo-clara, que se separa sob a forma de grandes gotas de óleo pela adição de uma gota de soluto de hidróxido de potássio. O câmbio forma um anel contínuo, produzindo tecidos de crescimento secundário anômalo, na maioria das vezes de disposição excêntrica. O floema apresenta células parenquimáticas que se distribuem de maneira radial e em seus elementos condutores também se verifica a presença da substância amorfa. O xilema forma um maciço de lenho secundário, geralmente disposto em forma de leque, constituído de traqueídes com diâmetro de até 65 μm e elementos de vaso de paredes com espessamento reticulado e placas de perfuração laterais, associados a poucas células parenquimáticas lignificadas. Mais internamente, verifica-se a presença do xilema primário, que permite a classificação do órgão como diarco. A região da quilha, cuja forma é variável, de proeminente a quase circular, é originada por uma atividade irregular do câmbio, que pode promover um desenvolvimento anômalo do xilema e/ou do floema, resultando na formação de um ou dois, raramente três, grandes raios parenquimáticos cuneiformes, na região desses tecidos. As anomalias observadas em secção transversal correspondem a

modificações profundas na estrutura anatômica da casca e do lenho, tornando-se muito evidentes quando tratadas com floroglucinol e ácido clorídrico.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanho-clara; fragmentos de súber; fragmentos de parênquima cortical de cor amarelada, com gotas de óleo; células do colênquima com gotas de óleo; fragmentos de traqueídes curtos; células dos raios parenquimáticos lignificadas e com grandes poros simples.

**D.** Descrição macroscópica e microscópica das impurezas

Restos de caules, em secção transversal, apresentam epiderme com células subretangulares e alongadas, córtex parenquimatoso, bainha de fibras pericíclicas não lignificadas, floema com elementos de pequeno diâmetro, xilema formado por traqueídes e elementos de vaso com paredes de espessamento reticulado, helicoidal ou pontoado e medula parenquimática. Folhas escamosas, quando presentes, exibem epiderme com paredes anticlinais sinuosas, tricomas unicelulares arredondados no ápice e estômatos anomocíticos.

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel G (0,250 mm).

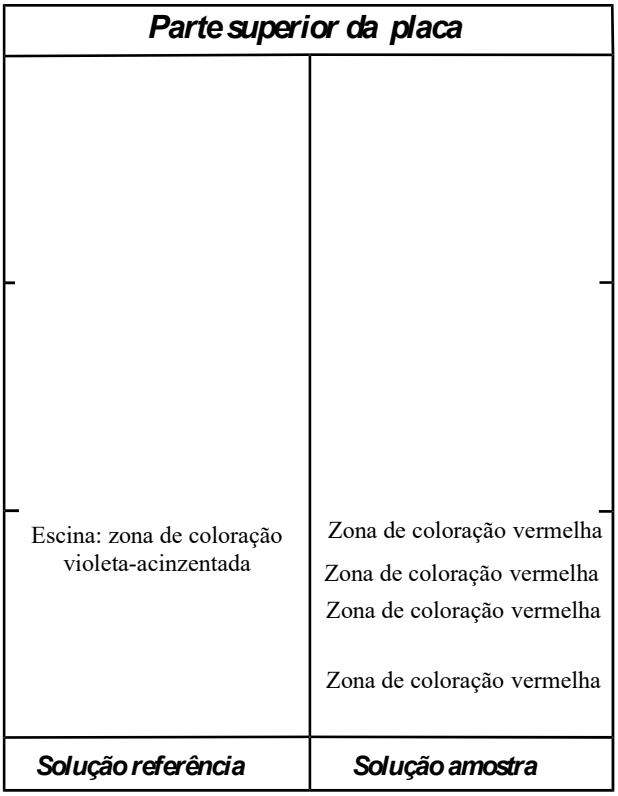
*Fase móvel*: utilizar a fase superior da mistura de álcool butílico, água e ácido acético glacial (50:40:10).

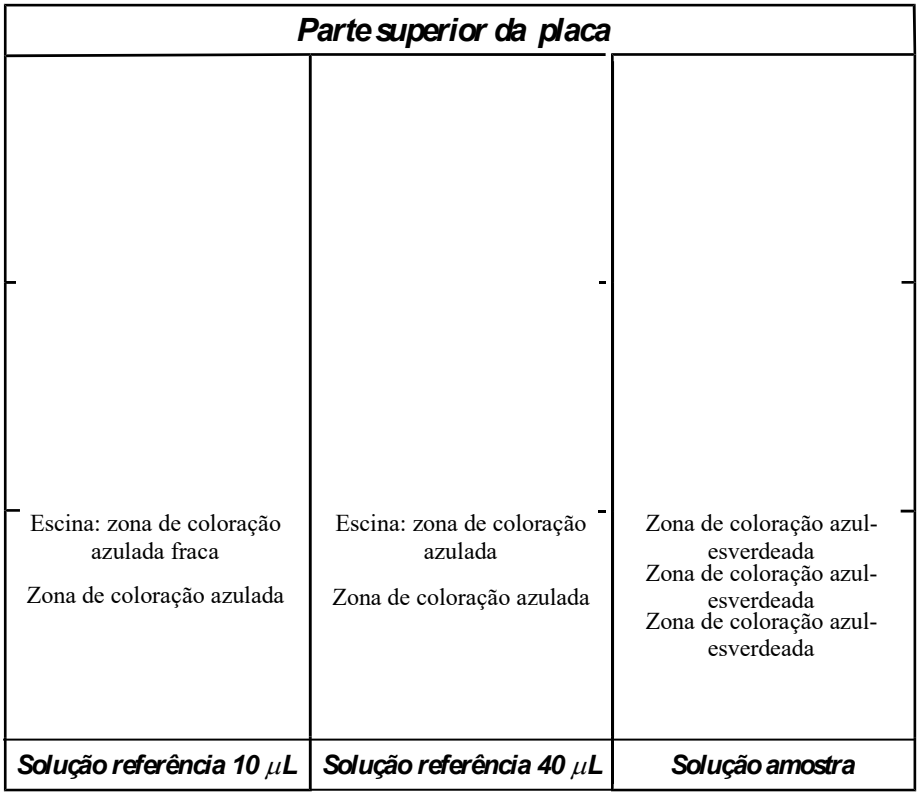
*Solução amostra*: pesar 1 g da droga em pó, adicionar 10 mL de álcool etílico a 70% (v/v) e deixar em ebulição por 15 minutos, sob refluxo. Filtrar e resfriar.

*Solução referência*: preparar uma solução de escina a 1 mg/mL em álcool etílico a 70% (v/v).

*Procedimento*: aplicar em duas cromatoplacas, em forma de banda, separadamente, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL e 40 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a primeira placa com anisaldeído SR1 e aquecer em estufa a temperatura entre 100 ºC e 105 ºC, até o aparecimento de manchas vermelhas correspondentes aos saponosídeos. Nebulizar a segunda placa com ácido fosfomolíbdico a 20% (p/v) em álcool etílico e aquecer em estufa a temperatura entre 100 °C e 105 °C, até que as manchas correspondentes aos saponosídeos tornem-se azuis. A intensidade e o tamanho das manchas obtidas no cromatograma da *Solução amostra* estão entre as duas manchas correspondentes à escina, obtidas pela aplicação de 10 µL e 40 µL da *Solução referência*.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%. Referentes aos vestígios de caules aéreos.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 10,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 6,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Saponinas**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Reagente de coloração*: Dissolver 75 mg de cloreto férrico em 50 mL de ácido acético anidro. Adicionar, sob agitação e resfriamento, 50 mL de ácido sulfúrico. Utilizar imediatamente após o preparo.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 1 g da planta pulverizada e transferir para balão de fundo redondo de 250 mL. Adicionar 70 g de álcool etílico a 50% (v/v), 0,1 mL de silicone antiespumante e algumas pérolas de vidro. Pesar, com exatidão, o conjunto e aquecê-lo, sob refluxo, em banho-maria, por 60 minutos. Esfriar e completar até peso inicial com álcool etílico a 50% (v/v). Centrifugar, separar o resíduo e a solução decantada, que é pesada e reduzida a resíduo em rotavapor, a uma temperatura máxima de 60 °C. Suspender o resíduo em 10 mL de ácido clorídrico 0,1 *M*, transferir para funil de separação de 250 mL e lavar o balão com duas porções de 5 mL de ácido clorídrico 0,1 *M*. Reunir as fases ácidas e extrair com três porções de 70 mL da fase superior de mistura de álcool butílico, ácido clorídrico 0,1 *M* e clorofórmio (180:90:30). Após agitação, as duas fases devem permanecer em repouso por 15 minutos, no mínimo, antes da sua separação. As fases orgânicas são reunidas e lavadas com duas porções da fase inferior da mistura de álcool butílico, ácido clorídrico 0,1 *M* e clorofórmio (180:90:30). A fase inferior é desprezada. Evaporar a fase orgânica a resíduo em rotaevaporador, em temperatura máxima de 60 °C. Suspender o resíduo com ácido acético glacial a 98% (v/v) e transferir para balão volumétrico de 50 mL. Completar o volume com ácido acético glacial e homogeneizar. Filtrar a solução, desprezando os primeiros 20 mL do filtrado.

*Solução amostra*: transferir 0,5 mL da *Solução estoque* para tubo de ensaio, acrescentar 4 mL do *Reagente de coloração*. Homogeneizar e aquecer o tubo de ensaio em banho-maria a (60 ± 1) °C durante 25 minutos. Resfriar em banho de gelo por 30 segundos e realizar a leitura imediatamente.

*Solução branco*: transferir 0,5 mL de ácido acético glacial para tubo de ensaio e adicionar 4 mL do *Reagente de coloração*. Homogeneizar e aquecer o tubo de ensaio em banho-maria a (60 ± 1) °C durante 25 minutos. Resfriar em banho de gelo por 30 segundos e realizar a leitura imediatamente.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* em 520 nm, utilizando a *Solução branco* para o ajuste do zero. Calcular o teor de saponinas, como derivados do ácido oleanólico, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TAO} = \frac{\mathrm{A} \times\ 463{,}2}{m_1 \times m_2}$$

em que,

TAO = teor de saponinas expressos em derivados do ácido oleanólico % (p/p);
A = absorvância medida na *Solução amostra*;
$m_1$ = massa em gramas da solução após centrifugação; e
$m_2$ = massa em gramas da amostra, considerando o teor de água determinado.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

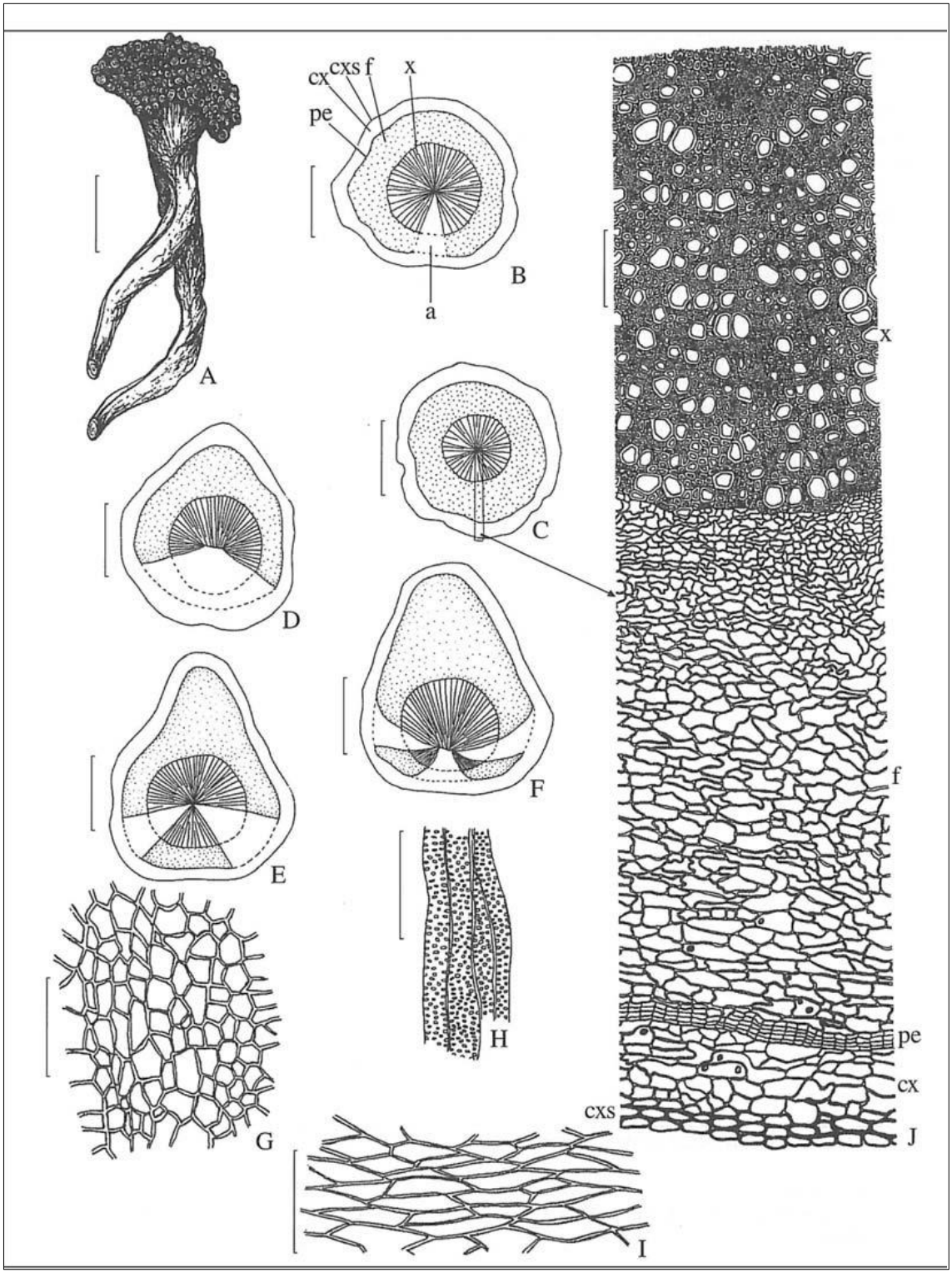



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó da raiz em *Polygala senega* L.**

_____

As escalas correspondem em **A** a 7 mm; em **B**, **C**, **D**, **E** e **F** a 1 mm; em **G**, **H**, **I** e **J** a 100 μm.
**A** – aspecto geral da raiz com rizoma apical nodoso. **B**, **D**, **E** e **F** – aspectos gerais de secções transversais da raiz: anomalia dos raios parenquimáticos (a); córtex (cx); córtex suberizado (cxs); floema (f); periderme (pe); xilema (x). **C** – aspecto geral da secção transversal da raiz com estrutura normal. **G** – células do parênquima cortical da região mais interna. **H** – detalhe de elementos de vasos. **I** – células do parênquima cortical da região mais externa. **J** – detalhe de uma porção da raiz em secção transversal, conforme indicado em **C**: córtex (cx); córtex suberizado (cxs); floema (f); periderme (pe); xilema (x).

# QUEBRA-PEDRA, parte aérea

***Phyllanthus niruriae herbae***

A droga vegetal consiste de partes aéreas secas de *Phyllanthus niruri* L. [*syn*. *Phyllanthus niruri* ssp. *niruri* L. e *Phyllanthus niruri* ssp. *lathyroides* (Kunth) G.L.Webster] contendo, no mínimo, 5,5% de polifenóis totais e 0,15% de ácido gálico ($C_7H_6O_5$, 170,12).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Caules herbáceos glabros, com até 80 cm de comprimento, simples ou ramificados, com ramos laterais filiformes, esses portando folhas. Folhas simples, alternas, membranáceas, glabras, oblongo-elípticas, de ápice atenuado, às vezes mucronado e base assimétrica, margem lisa. Lâminas com 0,5 a 1,4 cm de comprimento e 0,3 a 0,6 cm de largura, venação broquidódroma. Pecíolo de até 0,1 cm de comprimento. Estípula de 0,1 cm a 0,2 cm de comprimento, triangular-lanceolada, com ápice longo e estreitamente agudo a acicular e base inteira. Flores femininas com até 0,4 cm de diâmetro, com cinco tépalas elípticas e disco inteiro; ovário tricarpelar, trilocular, cada lóculo bispérmico; três estiletes bífidos na poção apical, estigmas globosos; pedicelo com 0,1 a 0,4 cm de comprimento. Flores masculinas com cinco tépalas largo-ovaladas, disco pentalobado e três estames com filetes conatos na base; pedicelos com cerca de 0,2 cm de comprimento. Frutos esquizocárpicos, do tipo tricoca, com 0,10 a 0,25 cm de diâmetro, depresso-globosos, expostos para a região abaxial dos ramos, separando-se em carpídios (cocas); duas sementes por lóculo, triangulares, com ápice agudo a arredondado; pedicelos com cerca de 0,4 a 0,5 cm de comprimento na maturação; tépalas persistentes, membranáceas, atingindo dois terços da altura do fruto. As características macroscópicas em *Phyllanthus niruri e Phyllanthus tenellus* são determinantes para distingui-las, uma vez que ambas são muito similares quanto às características anatômicas. Em *Phyllanthus niruri*, as principais características macroscópicas são folhas de base assimétrica, estigmas globosos, e a presença de três estames com filetes conatos na base.

**B.** Descrição microscópica

O caule, em secção transversal, exibe epiderme uniestratificada. Subepidermicamente encontram-se uma ou mais camadas de colênquima com espessamento angular, seguido de clorênquima formado por células isodiamétricas, contendo grãos de amido. Mais internamente, ocorrem uma ou mais camadas de parênquima cortical. O floema é constituído externamente por agrupamentos de fibras de paredes muito espessas e lume reduzido. Os elementos de vaso do xilema alternam-se com fileiras de fibras e células esclerificadas. O parênquima medular pode apresentar grãos de amido. Drusas de oxalato de cálcio ocorrem nos parênquimas. Em caules de maior diâmetro, pode ocorrer periderme, seguida de clorênquima com grãos de amido e cristais. Lâmina foliar de simetria dorsiventral, em regra hipoestomática, com estômatos paracíticos, raramente anomocíticos. Em vista frontal, as células da epiderme da face adaxial mostram contornos irregulares e paredes onduladas. A cutícula é fina, a epiderme é uniestratificada em ambas as faces e possui células achatadas e algumas papilosas. O parênquima paliçádico é uniestratificado, ocupando cerca de dois terços da espessura do mesofilo, apresentando idioblastos com drusas de oxalato de cálcio. Cristais pequenos e de diferentes formas são comuns e raramente ocorrem cristais romboédricos. O parênquima esponjoso é constituído por duas a três camadas. Cristais pequenos agregados e/ou isolados são comuns. O sistema vascular é do tipo colateral.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: presença de frutos depresso-globosos, carpídios (cocas) isolados e sementes como descritos; flores ou parte delas como descritas; cristais de oxalato de cálcio do tipo drusas; fragmentos de fibras; fragmentos de tecido epidérmico como descritos; fragmentos de tecidos foliares e caulinares como descritos; fragmentos de tecido vascular com elementos de vaso apresentando espessamento anelado, espiralado ou pontoado, e fibras.

**D.** Descrição microscópica das impurezas

Se presente como impureza, a raiz em crescimento secundário apresenta periderme formada por três a quatro camadas de células suberificadas, felogênio e feloderme. Abaixo desse tecido encontra-se o parênquima cortical, formado por três a seis estratos celulares. O floema apresenta fibras dispostas perifericamente. O xilema apresenta duas a quatro fileiras de fibras dispostas radialmente. Os raios parenquimáticos são ricos em grãos de amido. Cristais como os descritos são comuns em todos os tecidos, sendo mais abundantes na região cortical e no parênquima medular.

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

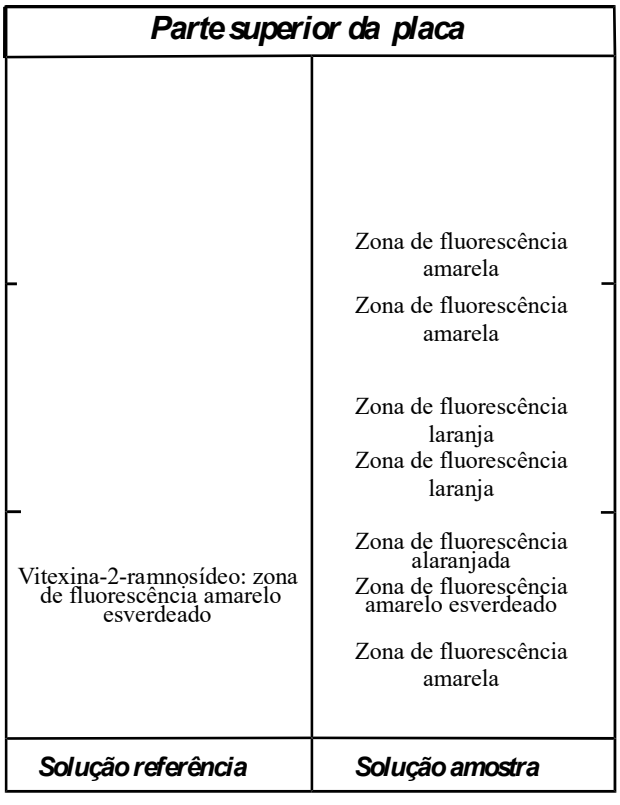
*Fase móvel*: acetato de etila, água, ácido fórmico e ácido acético (100:26:11:11).

*Solução amostra*: transferir cerca de 1 g da droga pulverizada para balão de fundo redondo, adicionar 10 mL de álcool metílico e aquecer, sob refluxo, durante 30 minutos em banho-maria. Resfriar à temperatura ambiente e filtrar sob pressão reduzida. Extrair novamente com mais 10 mL de álcool metílico durante 30 minutos, resfriar e filtrar, lavando o resíduo com 5 mL de álcool metílico. Reunir os filtrados, completar o volume para 25 mL com álcool metílico, homogeneizar e filtrar em membrana de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver 10 mg de vitexina-2-ramnosídeo em 2 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 25 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca, deixar a placa secar em estufa a temperatura entre 100 °C e 105 °C e, ainda morna, nebulizar com uma solução de difenilborato de aminoetanol a 1% (p/v) em álcool metílico, seguido de uma solução de macrogol 400 a 5% (p/v) em álcool metílico. Deixar a placa secar ao ar livre durante 30 minutos. Examinar sob luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




**F.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$(0,25 mm).

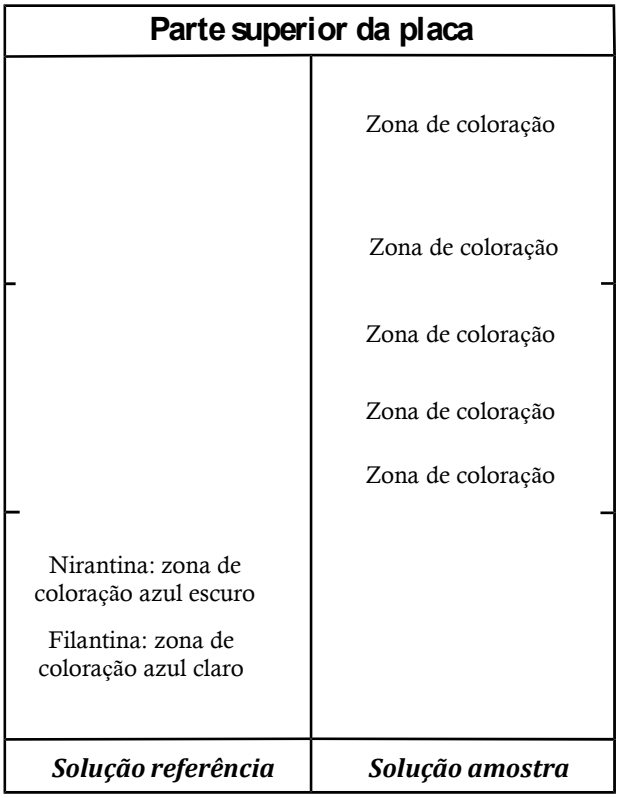
*Fase móvel*: hexano e acetato de etila (70:30).

*Solução amostra*: transferir cerca de 1 g da droga pulverizada para balão de fundo redondo, adicionar 10 mL de álcool metílico e aquecer, sob refluxo, durante 30 minutos em banho-maria. Resfriar à temperatura ambiente e filtrar sob pressão reduzida. Extrair novamente com mais 10 mL de álcool metílico durante 30 minutos, resfriar e filtrar, lavando o resíduo com 5 mL de álcool metílico. Reunir os filtrados, completar o volume para 25 mL com álcool metílico, homogeneizar e filtrar em membrana de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver separadamente 10 mg de filantina e de nirantina em 2 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 25 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído, ácido sulfúrico e ácido acético (1:2:97) e, a seguir aquecer em estufa. O cromatograma obtido com a *Solução amostra* não deve apresentar as manchas respectivas à filantina e nirantina obtidas com a *Solução referência*.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo, 2,0%, correspondente às raízes.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 10,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 6,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Polifenóis totais**

***Nota:*** *proteger as amostras da luz durante a extração e a diluição. Utilizar água isenta de dióxido de carbono em todas as operações.*

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque:* pesar, com exatidão, cerca de 0,75 g da droga pulverizada (800 μm) **(5.2.11)**, transferir para balão de fundo redondo e adicionar 150 mL de água. Aquecer em banho-maria, sob refluxo, durante 30 minutos, em temperatura entre 80 °C e 90 °C. Resfriar em água corrente, transferir a mistura para balão volumétrico de 250 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Deixar decantar o sedimento e filtrar, desprezando os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir 5 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. A 5 mL dessa solução, adicionar 2 mL de reagente de Folin-Denis, diluir para 50 mL com carbonato de sódio SR e homogeneizar. Medir a absorvância da solução ($A_a$) em 715 nm, exatamente três minutos após a adição do último reagente, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver 50 mg de pirogalol em água e diluir para 100 mL com o mesmo solvente. Diluir 5 mL dessa solução para 100 mL com água. A 5 mL dessa solução, adicionar 2 mL de reagente de Folin-Denis, diluir para 50 mL com carbonato de sódio SR e homogeneizar. Medir a absorvância da solução ($A_r$) em 715 nm, exatamente 3 minutos após a adição do último reagente e dentro de 15 minutos contados da dissolução do pirogalol, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de polifenóis totais expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{PT} = \frac{\mathrm{A_a} \times m_r \times 62{,}5}{\mathrm{A}_r \times m_a}$$

em que,

PT = teor de polifenóis totais expressos em pirogalol % (p/p);
$m_a$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado;
$A_a$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_r$ = absorvância medida para a *Solução referência*; e
$m_r$ = massa em gramas, de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

**Ácido gálico**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector de ultravioleta a 275 nm; pré-coluna contendo fase reversa C-18 e coluna de 100 mm de comprimento e 2,1 mm de diâmetro interno, empacotada com C-18 (3 μm); fluxo da *Fase móvel* de 0,25 mL/minuto.

*Eluente (A)*: ácido trifluoracético a 0,05%.

*Eluente (B)*: ácido trifluoracético a 0,05% em álcool metílico.

| ***Tempo*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|

| ***(minutos)*** | | | |
|---|---|---|---|
| 0 - 7 | 95 | 5 | isocrática |
| 10 - 14 | 95 → 0 | 5 → 100 | gradiente linear |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,75 g da droga seca e pulverizada (800 µm) **(5.2.11)** e transferir para balão de fundo redondo. Adicionar 10 mL de água e aquecer, em manta, sob refluxo à ebulição durante 15 minutos. Esfriar sob água corrente e filtrar o extrato sob pressão reduzida. Lavar o resíduo com água. Transferir o filtrado para balão volumétrico de 250 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Filtrar unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade pesada, com exatidão, de ácido gálico SQR no *Eluente (A)* para obter solução a 1 mg/mL.

*Soluções para curva analítica*: transferir 1 mL da *Solução referência* para balão volumétrico de 50 mL, completar o volume com o *Eluente (A)* e homogeneizar. Diluir alíquotas de 1 mL, 2 mL, 3 mL, 5 mL e 7 mL dessa solução a 10 mL utilizando o *Eluente (A)* obtendo assim, soluções com concentrações de 2,0 µg/ mL, 4,0 µg/mL, 6,0 µg/mL, 10,0 µg/mL e 14,0 µg/mL. Filtrar as soluções em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 5 µL de cada uma das *Soluções para curva analítica* e 5 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob o pico correspondentes ao ácido gálico. O tempo de retenção relativo é cerca de 4,6 minutos para o ácido gálico. Calcular o teor de ácido gálico na amostra a partir da equação da reta obtida com a curva analítica do ácido gálico. O resultado é expresso pela média das determinações em gramas de ácido gálico em porcentagem, considerando o teor de água determinado.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

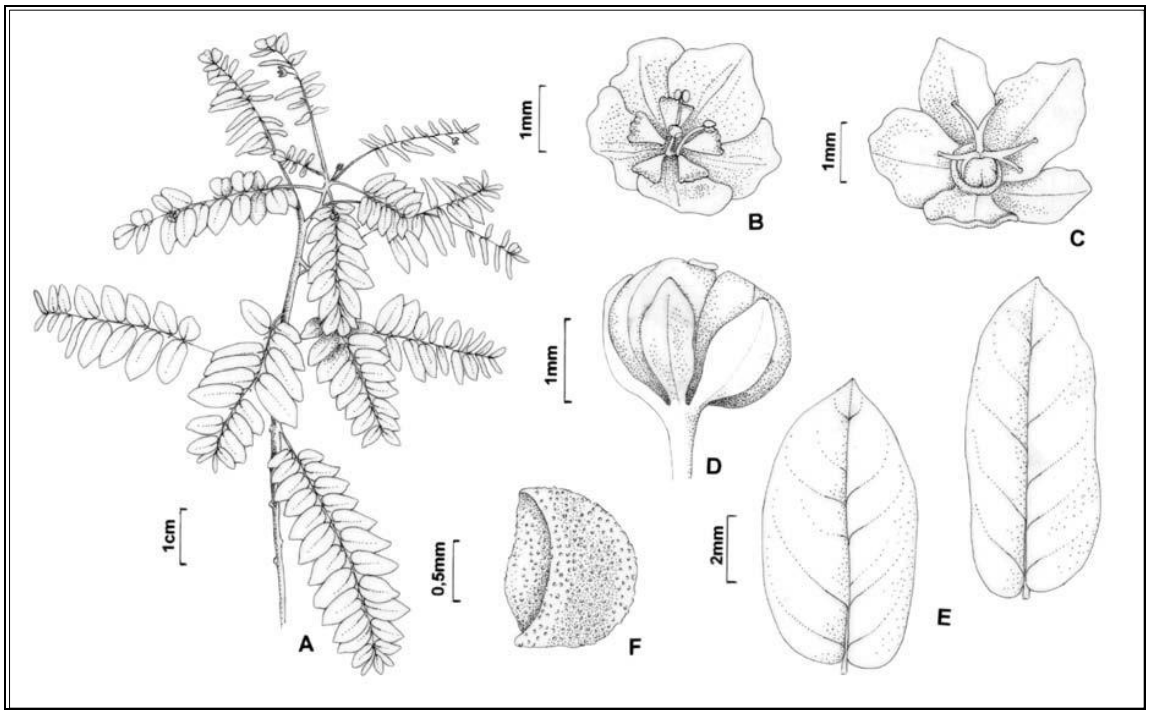



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos em *Phyllanthus niruri* L.**

**A –** hábito. **B –** flor masculina com cinco nectários e três estames. **C –** flor feminina com ovário e disco nectarífero. **D –** fruto, tépalas persistentes. **E –** folhas de base assimétrica. **F –** aspecto geral da semente.

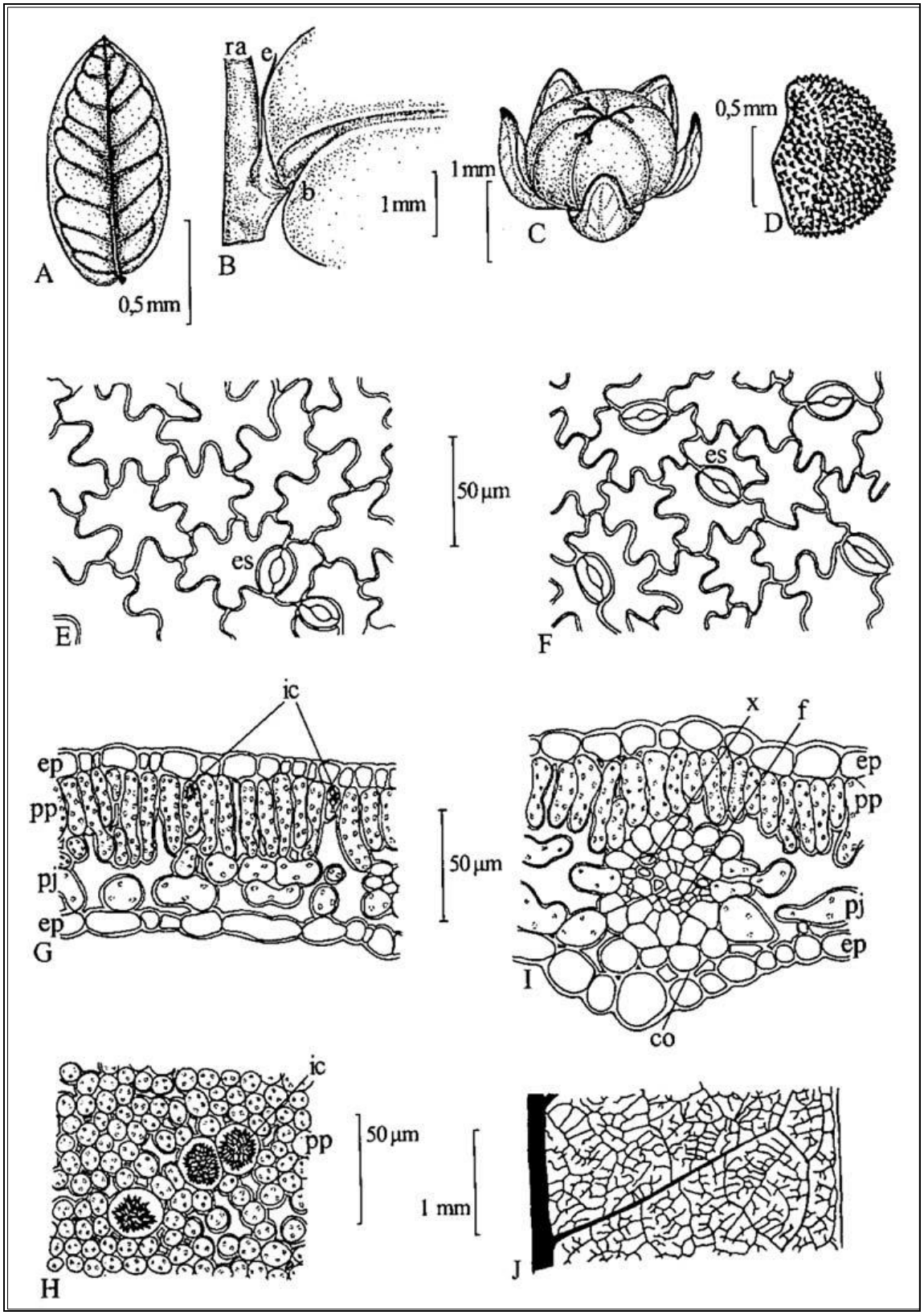



**Figura 2 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Phyllanthus niruri* L.**

As escalas correspondem em **A** e **D** a 0,05 cm; em **B**, **C** e **J** a 0,1 cm; em **E**, **F**, **G**, **H** e **I** a 50 µm

**A –** aspecto geral da folha. **B –** aspecto geral da estípula na região do nó: ramo (ra); estípula (e); base da folha (b). **C –** aspecto geral do fruto. **D –** aspecto geral da semente. **E –** vista frontal da epiderme da face adaxial: estômato (es). **F –** vista frontal da epiderme da face abaxial: estômato (es). **G –** lâmina foliar na região do mesofilo, em secção transversal: epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); parênquima esponjoso (pj); idioblasto cristalífero (ic). **H –** região do mesofilo

ao nível do parênquima paliçádico, em secção paradérmica, evidenciando idioblastos com drusas: idioblasto cristalífero (ic); estômato (es). **I –** lâmina foliar na região da nervura principal em secção transversal: epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); parênquima esponjoso (pj); xilema (x); floema (f); colênquima (co). **J –** detalhe da nervação broquidódroma de um segmento da lâmina foliar em vista frontal.

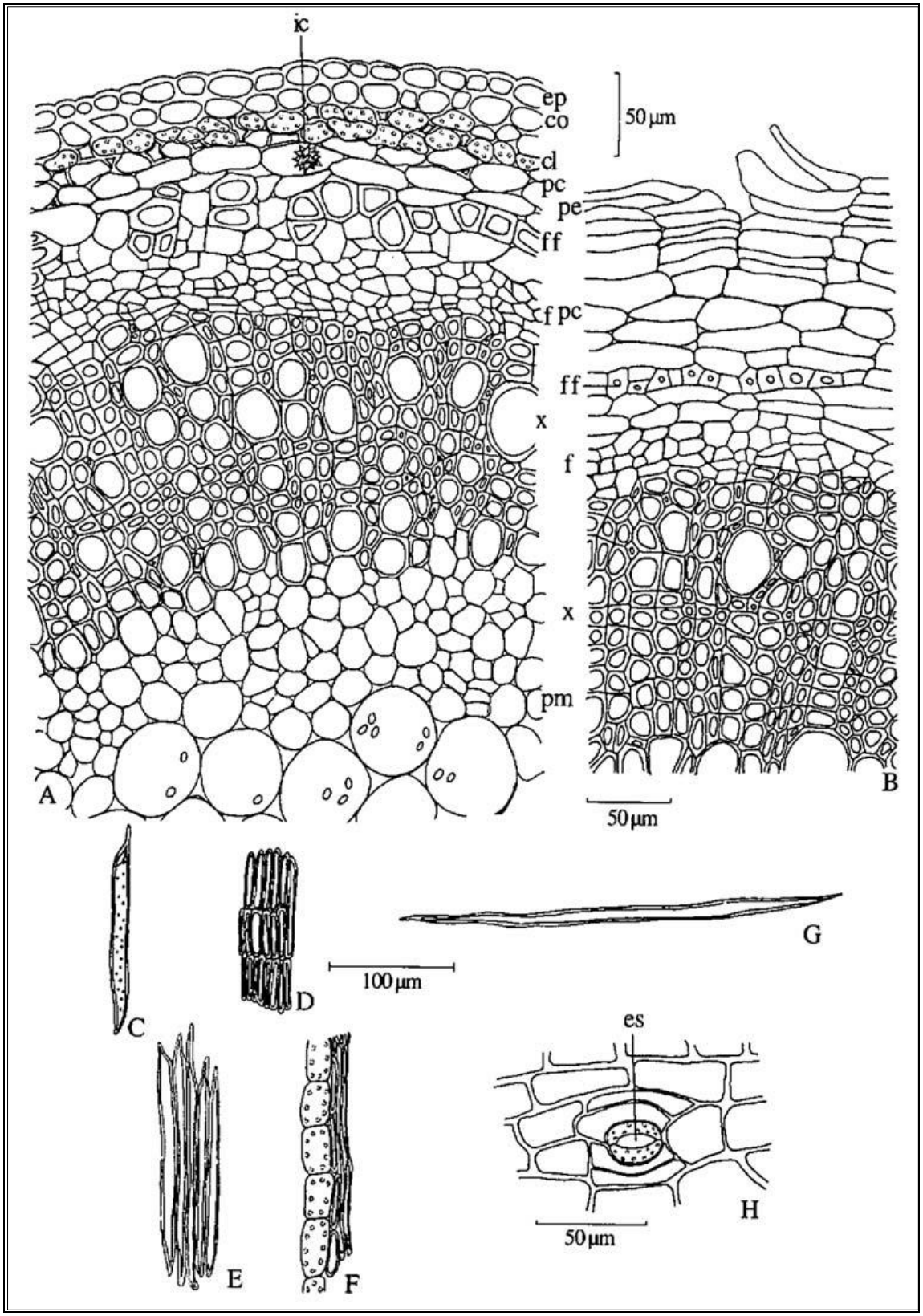



**Figura 3 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Phyllanthus niruri* L.**

As escalas correspondem em **A**, **B** e **H** a 50 µm; em **C**, **D**, **E**, **F** e **G** a 100 µm.

**A –** detalhe do caule em secção transversal: epiderme (ep); colênquima (co); clorênquima (cl); parênquima cortical (pc); fibras do floema (ff); floema (f); xilema (x); parênquima medular (pm); idioblasto cristalífero (ic). **B –** detalhe da raiz em secção transversal: periderme (pe); parênquima cortical (pc); fibras do floema (ff); floema (f); xilema (x). **C –** elemento de vaso com espessamento pontoado em vista longitudinal. **D –** células parenquimáticas esclerificadas. **E –** fibras do floema em vista longitudinal. **F –** células clorenquimáticas junto às fibras do floema. **G –** fibra em vista longitudinal. **H –** detalhe de um fragmento da epiderme caulinar em vista frontal, mostrando estômato (es).

# QUEBRA-PEDRA, parte aérea

***Phyllanthus tenellae herbae***

A droga vegetal consiste de partes aéreas secas de *Phyllanthus tenellus* Roxb., contendo, no mínimo, 9,0% de polifenóis totais e 0,12% de ácido gálico ($C_7H_6O_5$, 170,12).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Caules herbáceos glabros, com até 60 cm de comprimento, simples ou ramificados, com ramos laterais filiformes, estes portando folhas. Folhas simples, alternas, membranáceas, glabras, elípticas a elíptico-obovaladas, de ápice obtuso e base obtusa a aguda e simétrica, margem lisa. Lâminas com 0,8 a 2,5 cm de comprimento e 0,5 a 1,2 cm de largura, venação broquidódroma. Pecíolo de até 0,1 cm de comprimento. Estípula de até 0,15 cm de comprimento, estreito-triangular, com ápice agudo e base inteira. Flores femininas com até 0,3 cm de diâmetro, com cinco tépalas obovaladas e disco inteiro; ovário tricarpelar, trilocular, cada lóculo bispérmico; três estiletes bífidos na porção apical, estigmas não globosos; pedicelo com 0,1 a 0,8 cm de comprimento. Flores masculinas com cinco tépalas suborbiculares, disco pentalobado e cinco estames com filetes livres entre si; pedicelos com até 0,15 cm de comprimento. Frutos esquizocárpicos, do tipo tricoca, com 0,1 a 0,2 cm de diâmetro, depresso-globosos, expostos para a região adaxial dos ramos, separando-se em carpídios (cocas); duas sementes por lóculo, triangulares, com ápice arredondado; pedicelos com até 0,9 cm de comprimento na maturação; tépalas persistentes, membranáceas, atingindo metade da altura do fruto. As características macroscópicas em *Phyllanthus tenellus* e *Phyllanthus niruri* são determinantes para distingui-las, uma vez que ambas são muito similares quanto às características anatômicas. Em *Phyllanthus tenellus*, as principais características macroscópicas são folhas de base simétrica, estigmas não globosos, e a presença de cinco estames com filetes livres.

**B.** Descrição microscópica

O caule, em secção transversal, exibe epiderme uniestratificada. Subepidermicamente encontram-se uma ou duas camadas de colênquima com espessamento angular, seguido de clorênquima formado por células isodiamétricas, contendo grãos de amido. Mais internamente, ocorrem uma ou mais camadas de parênquima cortical. O floema é constituído externamente por grupamentos de fibras de paredes muito espessas e lume reduzido. Os elementos de vaso do xilema alternam-se com fileiras de fibras e células esclerificadas. O parênquima medular pode apresentar grãos de amido. Cristais romboédricos de oxalato de cálcio ocorrem nos parênquimas. Em caules de maior diâmetro, pode ocorrer periderme, seguida de clorênquima com grãos de amido e cristais. Lâmina foliar de simetria dorsiventral, hipoestomática, com estômatos paracíticos, raramente anomocíticos. Em vista frontal, as células da epiderme da face adaxial mostram contornos irregulares e paredes onduladas. A cutícula é fina, a epiderme é uniestratificada em ambas as faces e possui células achatadas e algumas papilosas. O parênquima paliçádico é uniestratificado, ocupando cerca da metade da espessura do mesofilo, apresentando idioblastos com cristais romboédricos de oxalato de cálcio. O parênquima esponjoso é constituído por duas a três camadas de células. O sistema vascular é do tipo colateral.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: presença de frutos depresso-globosos, carpídios (cocas) isolados e sementes como descritos; flores ou parte delas como descritas; cristais romboédricos de oxalato de cálcio; fragmentos de fibras; fragmentos de tecido epidérmico como descritos; fragmentos de tecidos foliares e caulinares como descritos; fragmentos de tecido vascular com elementos de vaso apresentando espessamentos anelado, espiralado e mais frequentemente pontoado, e fibras.

**D.** Descrição microscópica das impurezas

Se presente como impureza, a raiz em crescimento secundário apresenta periderme formada por duas a três camadas suberificadas, felogênio e feloderme. Abaixo deste tecido encontra-se o parênquima cortical, formado por três a quatro estratos celulares. O floema apresenta fibras dispostas perifericamente. O xilema apresenta

fibras entre os elementos de vaso ou duas a quatro fileiras de fibras dispostas radialmente, além de raios parenquimáticos formados por uma ou duas fileiras de células de paredes espessadas, contendo grãos de amido. Cristais como os descritos são comuns nos tecidos parenquimáticos, inclusive dos sistemas vasculares.

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

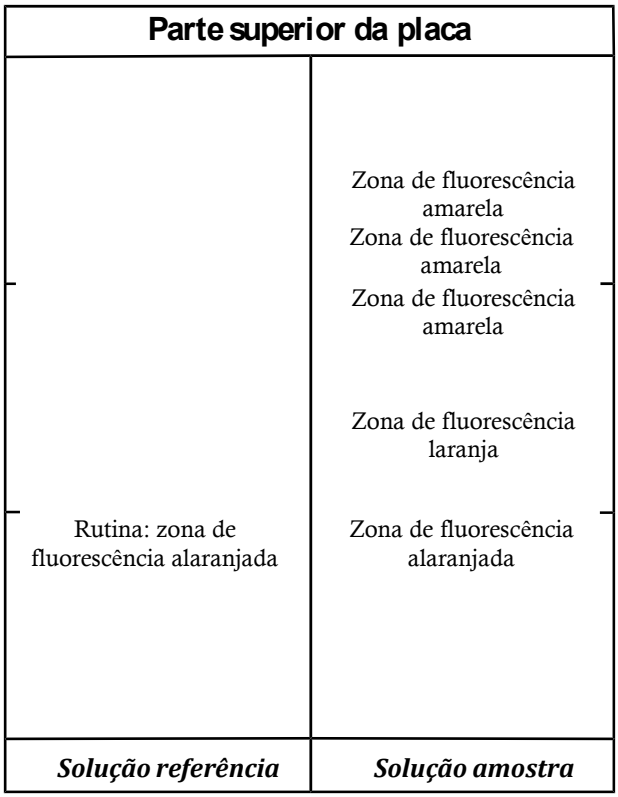
*Fase móvel*: acetato de etila, água, ácido fórmico e ácido acético (100:26:11:11).

*Solução amostra:* transferir cerca de 1 g da droga pulverizada para balão de fundo redondo, adicionar 10 mL de álcool metílico e aquecer, sob refluxo, durante 30 minutos em banho-maria. Resfriar à temperatura ambiente e filtrar sob pressão reduzida. Extrair novamente com mais 10 mL de álcool metílico durante 30 minutos, resfriar e filtrar, lavando o resíduo com 5 mL de álcool metílico. Reunir os filtrados. Completar o volume para 25 mL com álcool metílico, homogeneizar, e filtrar em membrana de 0,45 µm.

*Solução referência:* dissolver 10 mg de rutina em 2 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 25 µL da *Solução amostra* e 5 µL da S*olução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca, deixar a placa secar em estufa a temperatura entre 100 °C e 105 °C e, ainda morna, nebulizar com difenilborato de aminoetanol SR, seguido de uma solução de macrogol 400 a 5% (p/v) em álcool metílico. Deixar a placa secar ao ar livre durante 30 minutos. Examinar sob luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




**F.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

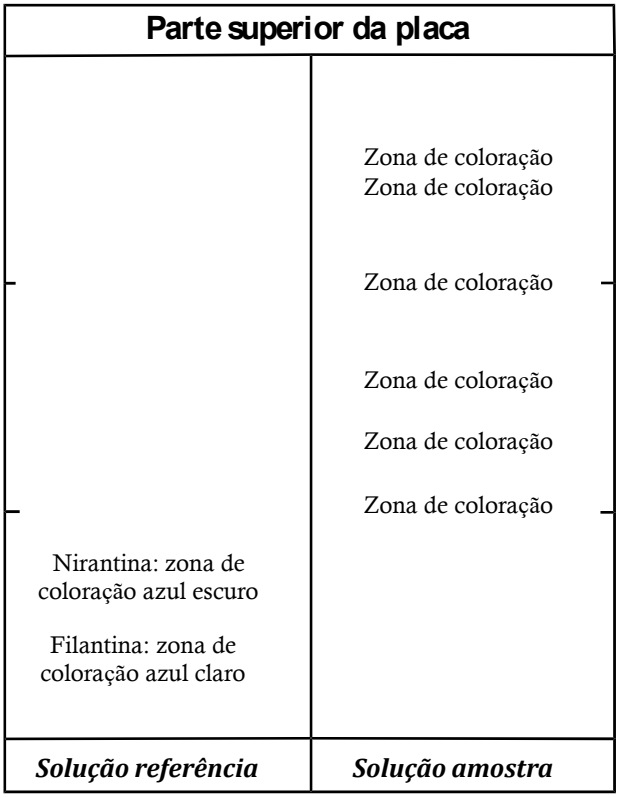
*Fase móvel*: hexano e acetato de etila (70:30).

*Solução amostra*: transferir cerca de 1 g da droga pulverizada para balão de fundo redondo, adicionar 10 mL de álcool metílico e aquecer, sob refluxo, durante 30 minutos em banho-maria. Resfriar à temperatura ambiente e filtrar sob pressão reduzida. Extrair novamente com mais 10 mL de álcool metílico durante 30 minutos. Filtrar o extrato, lavando o resíduo com 5 mL de álcool metílico agrupando-o ao primeiro. Completar o volume para 25 mL com álcool metílico, homogeneizar e filtrar em membrana de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver separadamente 10 mg de filantina SQR e nirantina SQR em 2 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 25 µL da *Solução amostra* e 5 µL da S*olução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com mistura de solução de anisaldeído, ácido sulfúrico e ácido acético (1:2:97), e a seguir, aquecer em estufa. O cromatograma obtido com a *Solução amostra* não deve apresentar as manchas respectivas à filantina e nirantina obtidas com a *Solução referência*.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo, 2,0%, correspondente às raízes.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 9,5%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 8,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Polifenóis totais**

***Nota:*** *proteger as amostras da luz durante a extração e a diluição. Utilizar água isenta de dióxido de carbono em todas as operações.*

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque:* pesar, com exatidão, cerca de 0,75 g da droga pulverizada (800 µm) **(5.2.11)**, transferir para balão de fundo redondo e adicionar 150 mL de água. Aquecer em banho-maria, sob refluxo, durante 30 minutos, em temperatura entre 80 ºC e 90 ºC. Resfriar em água corrente, transferir a mistura para balão volumétrico de 250 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Deixar decantar o sedimento e filtrar, desprezando os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir 5 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. A 5 mL dessa solução, adicionar 2 mL de reagente de Folin-Denis, diluir para 50 mL com carbonato de sódio SR e homogeneizar. Medir a absorvância da solução ($A_a$) em 715 nm, exatamente três minutos após a adição do último reagente, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver 50 mg de pirogalol em água e diluir para 100 mL com o mesmo solvente. Diluir 5 mL dessa solução para 100 mL com água e homogeneizar. A 5 mL dessa solução, adicionar 2 mL de reagente de Folin-Denis, diluir para 50 mL com carbonato de sódio SR e homogeneizar. Medir a absorvância da solução ($A_r$) em 715 nm, exatamente três minutos após a adição do último reagente e dentro de 15 minutos contados da dissolução do pirogalol, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de polifenóis totais, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{PT} = \frac{\mathrm{A_a} \times m_r \times 62{,}5}{\mathrm{A}_r \times m_a}$$

em que,

PT = teor de polifenóis totais expressos em pirogalol % (p/p);
$m_a$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado;
$A_a$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_r$ = absorvância medida para a *Solução referência*; e
$m_r$ = massa em gramas, de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

**Ácido gálico**

Proceder conforme descrito em Cromatografia a líquido de alta eficiência **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector de ultravioleta a 275 nm; pré-coluna contendo fase reversa C-18 e coluna de 10 cm de comprimento e 2,1 mm de diâmetro interno, empacotada com C-18 (3 µm); fluxo da *Fase móvel* de 0,25 mL/minutos.

*Eluente (A)*: ácido trifluoracético a 0,05% (v/v).

*Eluente (B)*: ácido trifluoracético a 0,05% em álcool metílico (v/v).

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 8 | 100 | 0 | isocrática |

| | | | |
|---|---|---|---|
| 8 - 15 | 100 → 50 | 0 → 50 | gradiente linear |
| 15 - 20 | 50 | 50 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,75 g da droga seca e pulverizada (800 µm) **(5.2.11)** e transferir para balão de fundo redondo. Adicionar 30 mL de água e aquecer, em manta, sob refluxo à ebulição durante 15 minutos sob agitação magnética. Esfriar sob água corrente e filtrar o extrato sob pressão reduzida. Lavar o resíduo com água. Transferir o filtrado para balão volumétrico de 250 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade pesada, com exatidão, de ácido gálico no *Eluente (A)* para obter solução a 400 µg/mL.

*Soluções para curva analítica*: transferir 2 mL da *Solução referência* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com o *Eluente (A)* e homogeneizar. Diluir alíquotas de 2 mL e 5 mL dessa solução a 25 mL utilizando o *Eluente (A)* obtendo assim, soluções com concentrações de 2,6 µg/mL e 6,4 µg/mL. Adicionalmente, diluir alíquotas de 3 mL, 5 mL e 7 mL a 10 mL utilizando o *Eluente (A)*, obtendo soluções com concentrações de 9,6 µg/mL, 16,0 µg/mL e 22,4 µg/mL. Utilizar as cinco soluções preparadas (2,6 µg/mL; 6,4 µg/ mL; 9,6 µg/mL; 16,0 µg/mL e 22,4 µg/mL) na construção da curva analítica, após filtração em membrana de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 5 µL de cada uma das *Soluções para curva analítica* e 5 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob o pico correspondentes ao ácido gálico. O tempo de retenção relativo é cerca de 5,3 minutos para o ácido gálico. Calcular o teor de ácido gálico na amostra a partir da equação da reta obtida com a curva analítica do ácido gálico. O resultado é expresso pela média das determinações em gramas de ácido gálico, em porcentagem, considerando o teor de água determinado.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

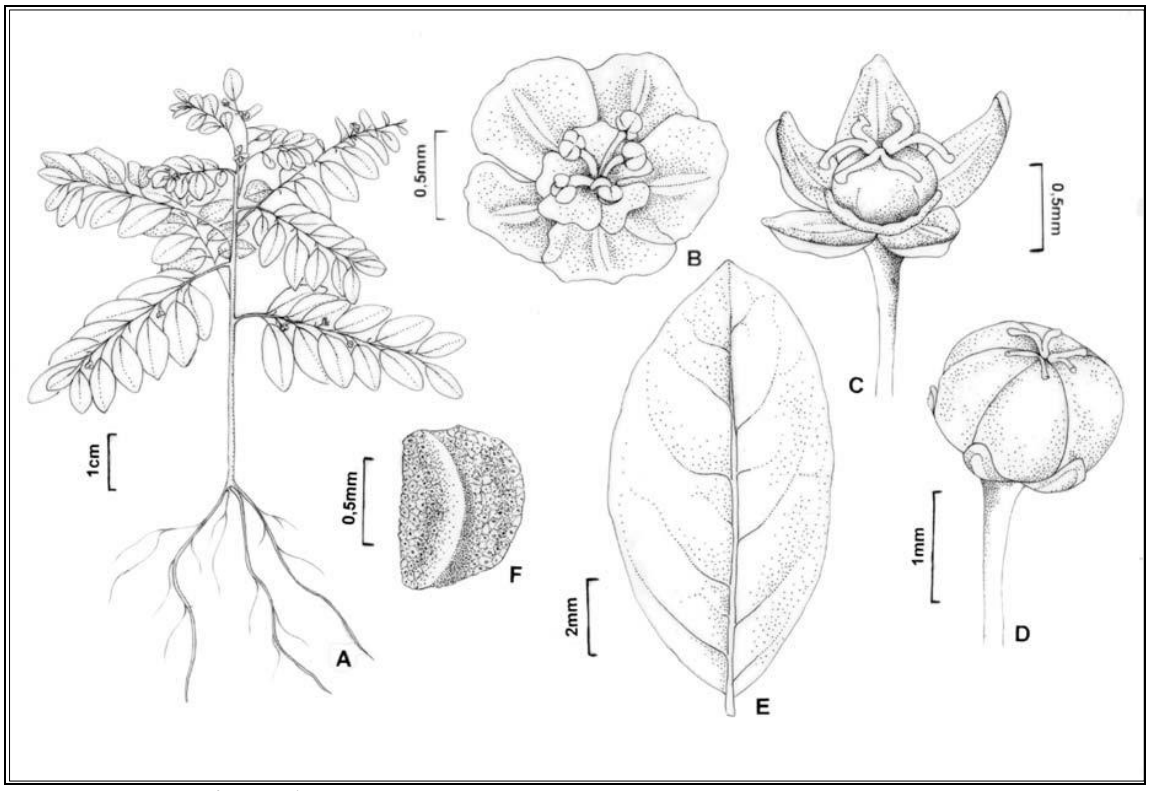



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos em *Phyllanthus tenellus* Roxb.**

**A –** hábito. **B –** flor masculina com cinco nectários e cinco estames. **C –** flor feminina com ovário e disco nectarífero. **D –** fruto, tépalas persistentes. **E –** folha de base simétrica. **F –** aspecto geral da semente.

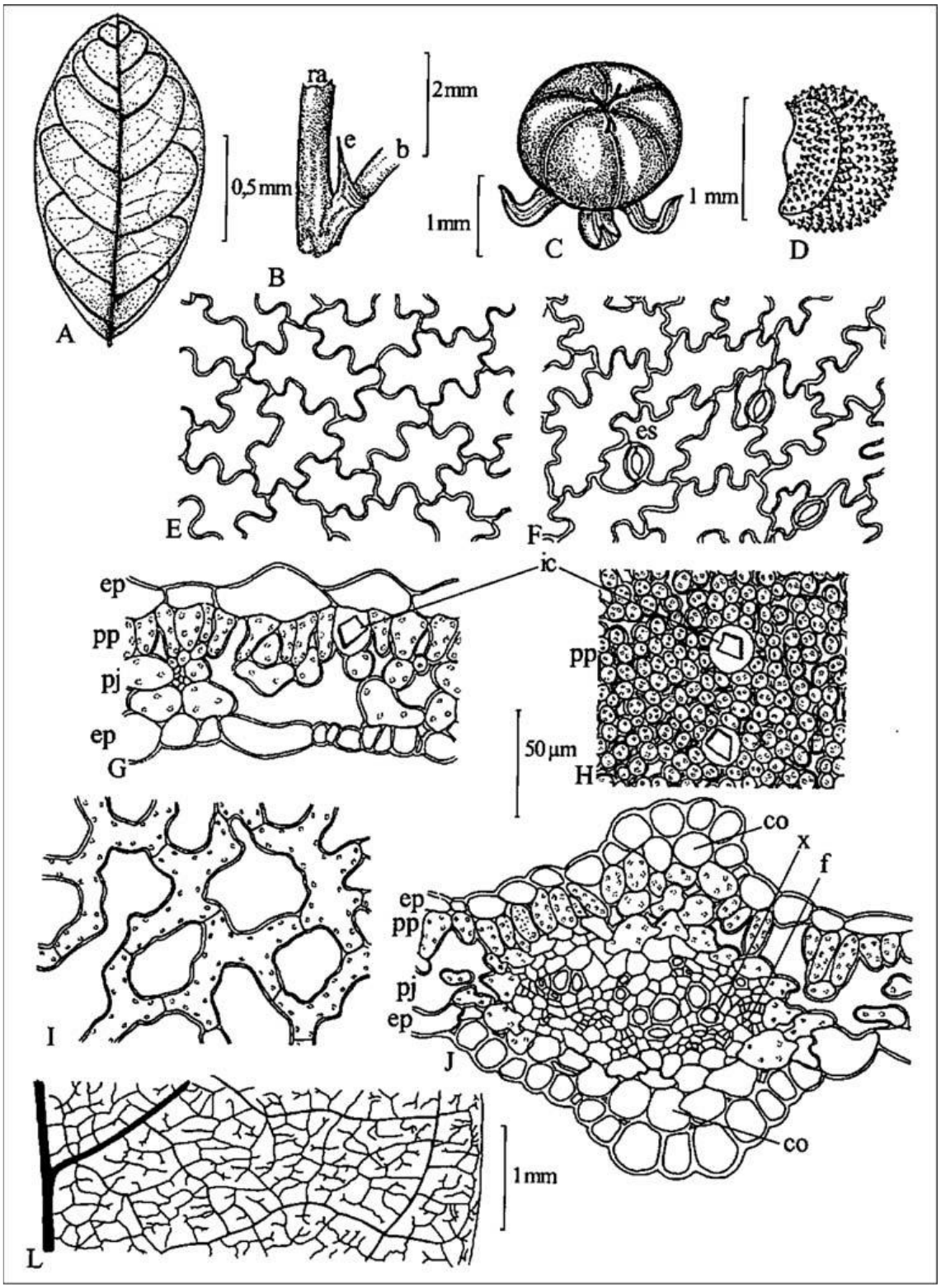



**Figura 2 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Phyllanthus tenellus* Roxb.**

As escalas correspondem em **A** a 0,5 mm; em **B** a 2 mm; em **C**, **D** e **L** a 1 mm; em **E**, **F**, **G**, **H**, **I** e **J** a 50 µm.
**A –** aspecto geral da folha. **B –** detalhe da estípula na região do nó: ramo (ra); estípula (e); base da folha (b). **C –** aspecto geral do fruto. **D –** aspecto geral da semente. **E –** vista frontal da epiderme da face adaxial. **F –** vista frontal da epiderme da face abaxial: estômato (es). **G –** lâmina foliar na região do mesofilo em secção transversal: epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); parênquima esponjoso (pj); idioblasto cristalífero (ic). **H –** região do mesofilo ao nível do parênquima paliçádico, em secção paradérmica, evidenciando os idioblastos cristalíferos: idioblasto cristalífero (ic); parênquima paliçádico (pp). **I –** região do mesofilo ao nível do parênquima esponjoso, em secção paradérmica, evidenciando as células

braciformes. **J –** lâmina foliar na região da nervura principal em secção transversal: epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); parênquima esponjoso (pj); colênquima (co); xilema (x); floema (f). **L –** detalhe da nervação broquidódroma de um segmento da lâmina foliar em vista frontal.

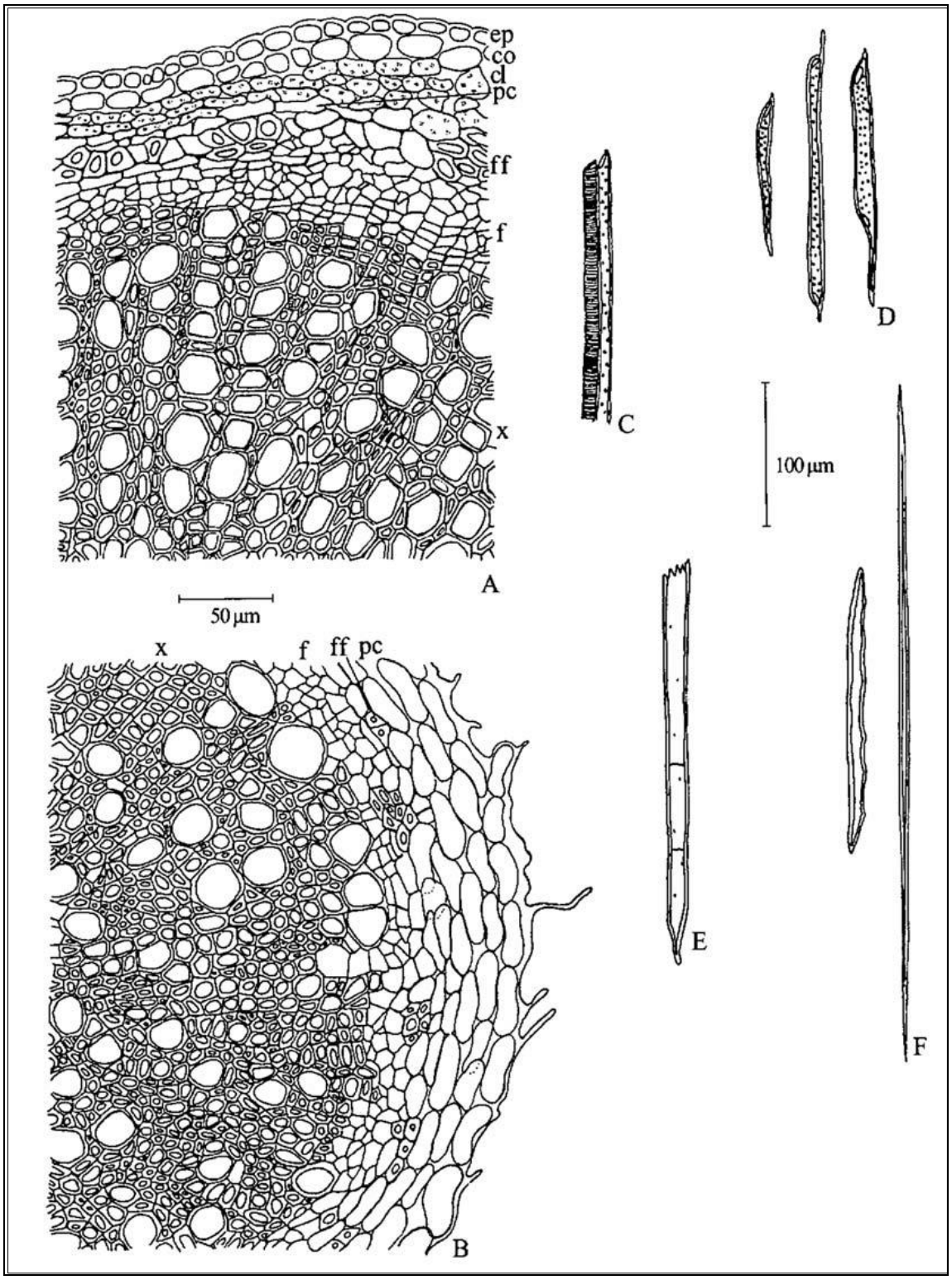



**Figura 3 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Phyllanthus tenellus* Roxb.**

As escalas correspondem em **A** e **B** a 50 µm; em **C**, **D**, **E** e **F** a 100 µm.

**A –** detalhe do caule em secção transversal: epiderme (ep); colênquima angular (co); clorênquima (cl); parênquima cortical (pc); fibras do floema (ff); floema (f); xilema (x). **B –** detalhe da raiz em secção transversal: xilema (x); floema (f); fibras do floema (ff); parênquima cortical (pc). **C –** elementos de vaso com espessamento helicoidal e pontoado em

vista longitudinal. **D –** elementos de vaso com espessamento pontoado, em vista longitudinal. **E –** vista parcial de uma fibra septada. **F –** fibras em vista longitudinal.

# QUILAIA, casca
## *Quillaiae cortex*

A droga vegetal consiste de cascas secas e fragmentadas de ramos de *Quillaja saponaria* Molina, destituídas de periderme.

CARACTERÍSTICAS

A droga é esternutatória.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

A droga é comercializada em peças planas ou pouco recurvadas, formando placas de aproximadamente 1 cm de comprimento, 10 cm de largura e 1 a 5 mm de espessura. A superfície externa apresenta coloração esbranquiçada, com pequenas manchas de coloração parda, geralmente lisa ou finamente estriada longitudinalmente. Aderida a essa casca frequentemente são encontradas partes do ritidoma de coloração amarronzada a pardo-escura. A superfície interna é branco-amarelada e lisa. A fratura é lisa a ligeiramente fibrosa. Em secção transversal, a fratura apresenta uma estrutura regularmente quadriculada por faixas tangenciais escuras e linhas radiais claras.

**B.** Descrição microscópica

O líber, que constitui sozinho a espessura das cascas comerciais, exibe de forma característica um aspecto quadriculado, o que se deve pelo cruzamento sucessivo dos raios parenquimáticos com zonas de parênquima, que se alternam com feixes de fibras. Em toda essa região, as células encontram-se justapostas, formando meatos. Os raios parenquimáticos constam de duas a seis camadas de células de 60 a 100 µm de comprimento por, aproximadamente, 20 µm de largura. As fibras liberianas são tortuosas e, frequentemente, encontram-se acompanhadas por pequenos grupos de esclereídes. O parênquima contém células de 20 a 40 µm de comprimento por 60 a 200 µm, geralmente, 90 µm de largura. Possui numerosas células de mucilagem, células amilíferas com grãos de amido de 5 a 20 µm de diâmetro e inúmeras células contendo monocristais de oxalato de cálcio, que podem atingir 50 a 170 µm de comprimento e até 30 µm de largura.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: pó muito fino e de coloração amarelo-palha, com fragmentos das estruturas descritas anteriormente; fibras esclerenquimáticas; grande quantidade de cristais prismáticos de oxalato de cálcio em fragmentos do parênquima ou livres; porções de parênquima com grãos de amido; algumas células pétreas alongadas com poros oblíquos; fragmentos de tubos crivados; ocasionalmente, fragmentos suberosos.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

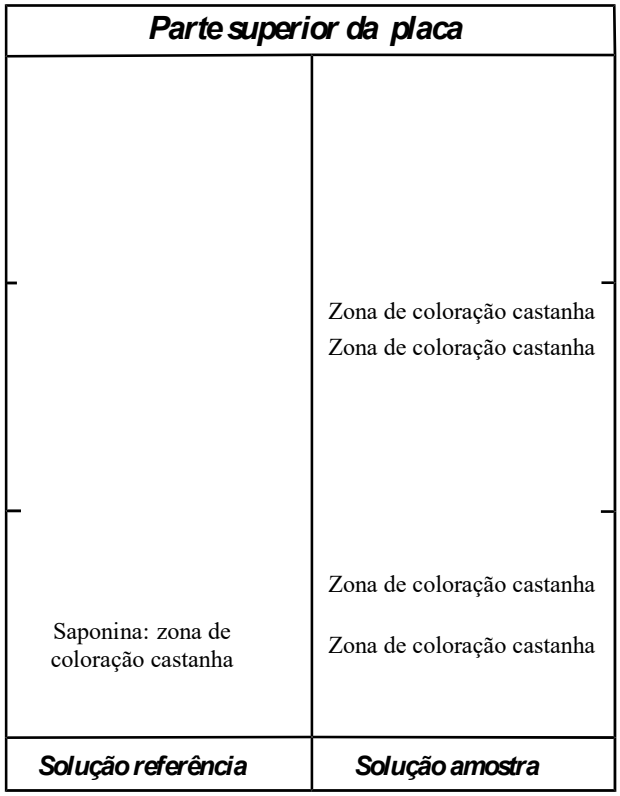
*Fase móvel*: álcool etílico, clorofórmio e água (40:30:5).

*Solução amostra*: a 1 g da droga pulverizada, adicionar 20 mL de álcool etílico a 50% (v/v) e agitar durante 20 minutos. Filtrar e concentrar o filtrado à secura em banho-maria à temperatura não superior a 50 °C. Dissolver o resíduo em 5 mL de álcool metílico.

*Solução referência*: pesar 0,1 g de saponina purificada e dissolver em 5 mL de álcool metílico, de modo a obter solução a 2,0% (p/v). Filtrar.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 15 µL a 20 µL da *Solução amostra* e 5 µL a 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a placa e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com anisaldeído SR e aquecer em estufa a temperatura entre 100 °C e 105 °C, durante cinco minutos. Examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Água (5.4.1.4).** No máximo 8,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 6,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 1,0%.

**Índice de espuma (5.4.1.8).** Pesar 0,1 g de quilaia em pó e adicionar 100 mL de água. Ferver por cinco minutos. Filtrar e completar o volume para 100 mL com água. No mínimo 1000.

**Substâncias extraíveis por álcool (5.4.1.9).** Macerar 5 g da droga pulverizada em 100 mL de álcool etílico a 45% (v/v) em um recipiente hermeticamente fechado por 24 horas, mantendo sob agitação constante durante as primeiras seis horas, e deixar em repouso por 18 horas. Filtrar e completar o

volume para 100 mL com álcool etílico a 45% (v/v). Evaporar 20 mL do filtrado à secura, em pesa-filtro previamente tarado à 105 °C, até peso constante. Calcular a porcentagem do extrativo solúvel em álcool etílico com referência a droga seca. No mínimo 22,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e calor.

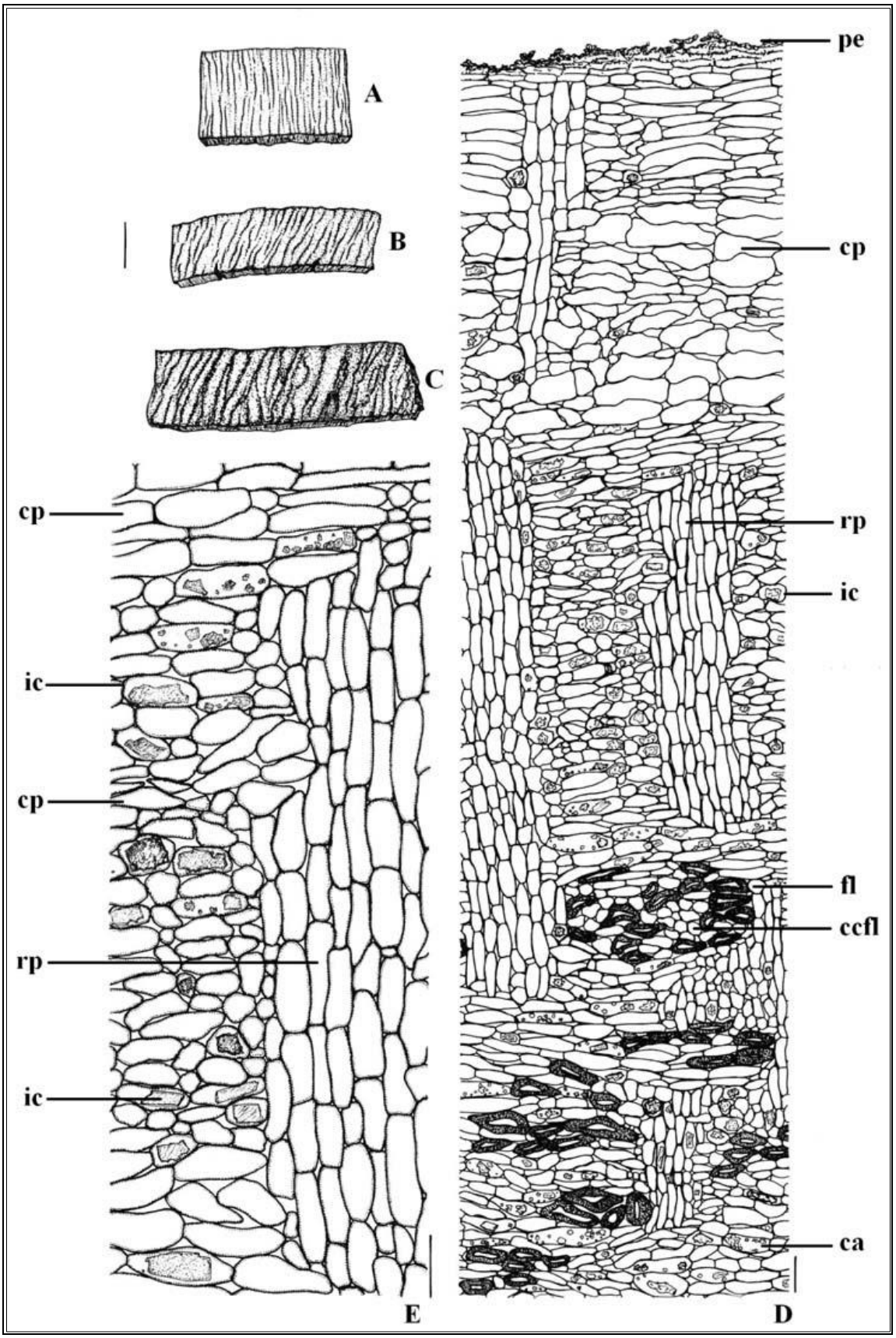



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Quillaja saponaria* Molina**

As escalas correspondem em **A** a 1 cm; em **B** e **C** a 50 µm; em **D** a 150 µm; em **E** a 50 µm.
**A** – aspecto geral em vista frontal da casca do caule evidenciando a face interna. **B** e **C** – aspecto geral em vista frontal da casca do caule evidenciando a face externa. **D** – detalhe de uma porção da casca do caule em secção transversal: célula amilífera (**ca**); células condutoras do floema (**ccfl**); célula parenquimática (**cp**); fibra liberiana (**fl**); idioblasto cristalífero

(**ic**); periderme (**pe**); raio parenquimático (**rp**). **E** – detalhe parcial da região floemática com células de parênquima e raio parenquimático evidenciando o entrecruzamento entre estas células e a presença de idioblastos cristalíferos: célula parenquimática (**cp**); idioblasto cristalífero (**ic**); raio parenquimático (**rp**).

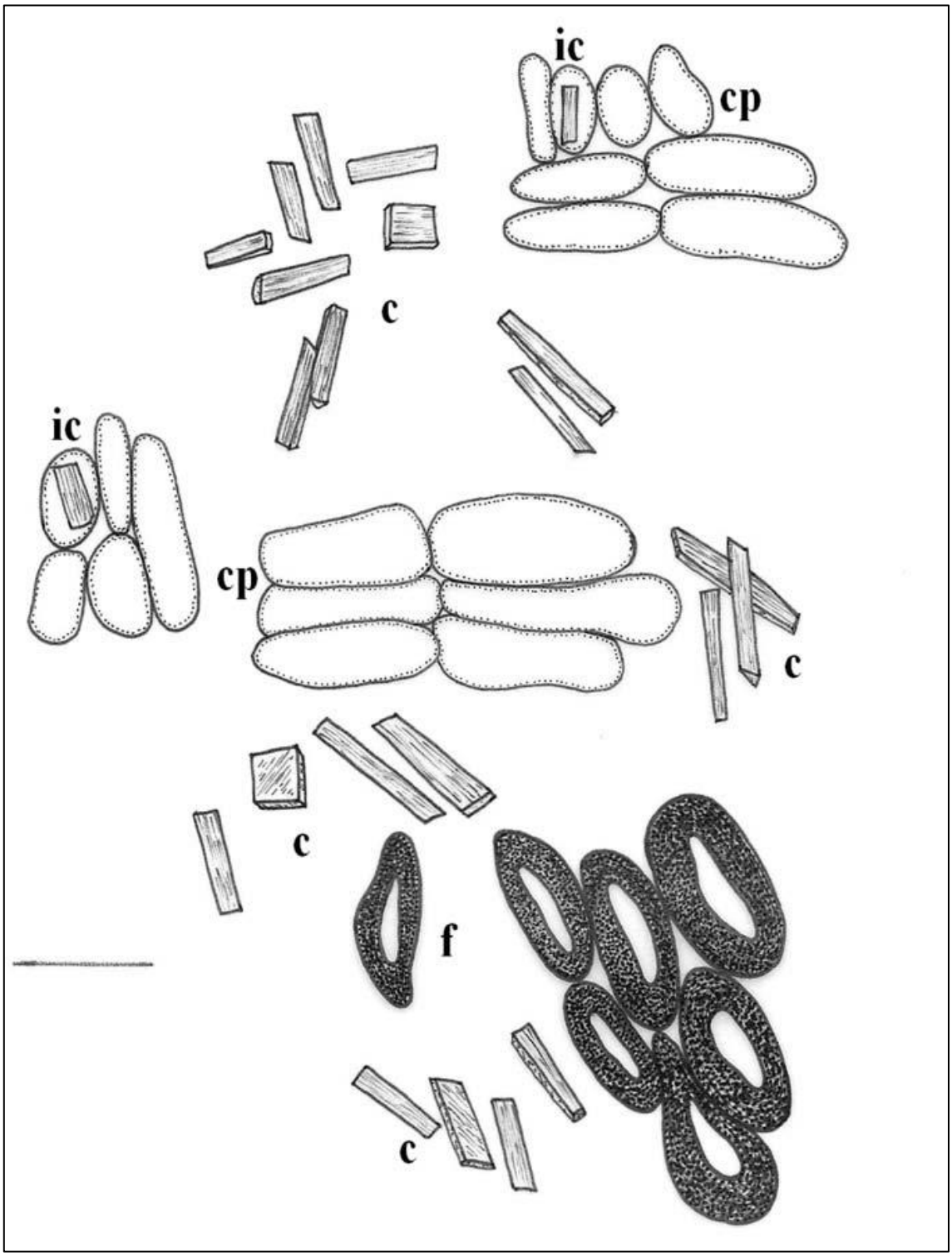



**Figura 2 – Aspectos microscópicos do pó em *Quillaja saponaria* Molina**

A escala corresponde a 50 μm.
**c** – cristais prismáticos. **cp**– célula parenquimática. **ic**– idioblasto cristalífero. **f** – fibras.

# QUINA-AMARELA, casca
## *Cinchonae cortex*

A droga vegetal consiste de cascas secas de *Cinchona calisaya* Wedd. e de suas variedades, contendo, no mínimo, 6,0% de alcaloides totais, dos quais 30 a 60% são do grupo quinina ($C_{20}H_{24}N_2O_2$, 324,42).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

A casca apresenta-se em tubos ou pedaços curvos, de comprimento e largura variáveis e com 3 a 7 mm de espessura. A superfície externa é cinzento-acastanhada, frequentemente acompanhada de líquens, e apresenta numerosas fissuras transversais e longitudinais e por vezes destacam-se gretas transversais de poucos milímetros. A face interna é castanho-amarelada e finamente estriada, apresentando depressões ovoides marcadas de forma mais ou menos intensa. Em secção transversal destacam-se três regiões distintas: a região mais externa é fina e apresenta coloração castanho-acinzentada, a região mediana exibe máculas arredondadas e coloração amarelada e a região interna é sulcada radialmente por numerosas linhas amarelas.

**B.** Descrição microscópica

O súber, em secção transversal, é constituído por aproximadamente 15 camadas de células com conteúdo de coloração acastanhada que se dispõe de forma regular em fileiras radiais. A feloderme apresenta inúmeras camadas de células regulares, com paredes celulares escuras. O parênquima cortical é formado por células com paredes tênues, destacando-se idioblastos que contém areia cristalina distribuídos de forma esparsa. Mais internamente ocorrem células de forma oval, que atingem um grande diâmetro em relação às demais células. O floema é muito desenvolvido, destacando-se elementos de tubo crivado estreitos e raios parenquimáticos. A largura dos raios parenquimáticos corresponde, geralmente, a fileiras de três células. As demais células do parênquima floemático encerram grãos de amido esféricos ou plano-convexos dispostos isoladamente ou em tríade. No floema destacam-se fibras que se assemelham a células pétreas e apresentam parede muito espessada e claramente estriada, atravessada por pontoações. As fibras floemáticas encontram-se dispostas radialmente de forma isolada, reunidas em pequenos grupos ou formando fileiras curtas e irregulares, por toda a região do floema.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: fraturas maiores de coloração acastanhada e fraturas menores de coloração castanho-avermelhada; fragmentos de súber de coloração amarelada a pardo-avermelhada; fragmentos de parênquima cortical contendo grãos de amido esféricos e idioblastos com cristais de oxalato de cálcio na forma de areia cristalina; fragmentos de fibras floemáticas, de paredes espessadas, lignificadas, com pontoações; fragmentos de parênquima floemático e de raios parenquimáticos, associados às fibras, contendo grãos de amido esféricos; células grandes e ovais; grãos de amido esféricos ou plano-convexos simples ou associações de dois ou três grãos.

**D.** Reação de Grahe. Adicionar 0,5 g a 1 g de casca de quina-amarela em um tubo de ensaio e aquecer diretamente na chama. Observar o desprendimento de vapores de coloração púrpura e sua condensação nas paredes do tubo. Esse destilado é solúvel em álcool etílico.

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

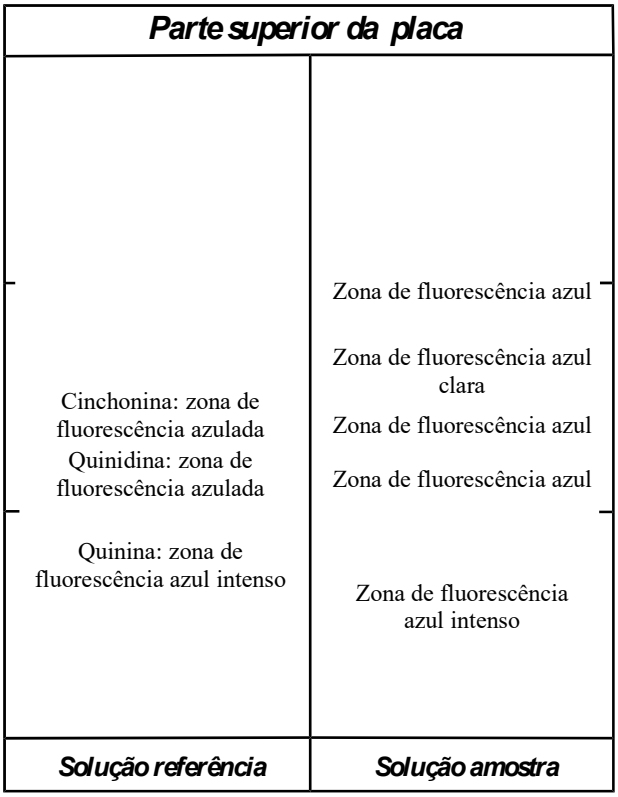
*Fase móvel*: clorofórmio e dietilamina (90:10).

*Solução amostra*: adicionar 0,1 mL de hidróxido de amônio a 25% (p/v) e 5 mL de cloreto de metileno a 0,1 g da droga pulverizada. Deixar em repouso durante 30 minutos, agitando ocasionalmente. Filtrar e evaporar o filtrado até secura em banho-maria. Dissolver o resíduo em 1 mL de álcool etílico absoluto.

*Solução referência*: dissolver, separadamente, 17,5 mg de quinina, 0,5 mg de quinidina e 10 mg de cinchonina em 5 mL de álcool etílico absoluto.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 15 µL a 20 µL da *Solução amostra* e 3 µL a 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a placa e deixar secar em estufa a temperatura entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente 10 minutos. Deixar a placa esfriar e nebulizar a placa com solução de ácido sulfúrico a 50% (p/v) em álcool etílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 8,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 10,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Alcaloides**

Proceder conforme *Espectrofotometria de absorção no ultravioleta* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 1 g da droga pulverizada (180 µm) **(5.2.11)**, transferir para erlenmeyer de 250 mL, adicionar 10 mL de água e 7 mL de ácido clorídrico 2 *M*. Aquecer em banho-maria durante 30 minutos. Deixar esfriar e adicionar 25 mL de cloreto de metileno, 50 mL de éter etílico e 5 mL de hidróxido de sódio a 20% (p/v). Agitar a mistura durante 30 minutos. Adicionar 3 g de goma adraganta em pó e agitar até a preparação se tornar clara. Filtrar em papel de filtro e lavar o erlenmeyer e o papel de filtro com cinco porções de 20 mL da mistura de cloreto de metileno e éter etílico (1:2). Reunir os filtrados das lavagens, evaporar até a secura e dissolver o resíduo em 10 mL de álcool etílico absoluto. Evaporar 5,0 mL da solução até a secura. Dissolver o resíduo em ácido clorídrico 0,1 *M*, transferir para balão volumétrico, completar o volume para 1000 mL com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Solução referência (1)*: preparar solução dissolvendo 30 mg de quinina em ácido clorídrico 0,1 *M*, completar o volume para 1000 mL e homogeneizar.

*Solução referência (2)*: preparar solução dissolvendo 30 mg de cinchonina em ácido clorídrico 0,1 *M*, completar o volume para 1000 mL e homogeneizar.

*Solução branco*: ácido clorídrico 0,1 *M*.

*Procedimento*: medir as absorvâncias da *Solução amostra*, *Solução referência (1)* e *Solução referência (2)* em 316 nm e 348 nm, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular a porcentagem de alcaloides do grupo quinina (*x*) e de alcaloides do grupo cinchonina (*y*), em porcentagem, segundo as expressões:

$$y = \frac{[A_{316} \times Ac_{348}] - [Ac_{316} \times A_{348}]}{[Aq_{316} \times Ac_{348}] - [Ac_{316} \times Aq_{348}]} \times \frac{100}{m} \times \frac{2}{1000}$$

$$x = \frac{[A_{316} \times Aq_{348}] - [Aq_{316} \times A_{348}]}{[Ac_{316} \times Aq_{348}] - [Aq_{316} \times Ac_{348}]} \times \frac{100}{m} \times \frac{2}{1000}$$

em que,

*y* = alcaloides do grupo cinchonina %;
*x* = alcaloides do grupo quinina %;
*m* = massa em gramas da amostra;
$A_{316}$ = absorvância medida para a *Solução amostra* em 316 nm;
$A_{348}$ = absorvância medida para a *Solução amostra* em 348 nm;

$Aq_{316}$ = absorvância medida para a *Solução referência (1)* em 316 nm, corrigida para concentração de 1 mg em 1000 mL;
$Aq_{348}$ = absorvância medida para a *Solução referência (1)* em 348 nm, corrigida para concentração de 1 mg em 1000 mL;
$Ac_{316}$ = absorvância medida para a *Solução referência (2)* em 316 nm, corrigida para concentração de 1 mg em 1000 mL; e
$Ac_{348}$ = absorvância medida para a *Solução referência (2)* em 348 nm, corrigida para concentração de 1 mg em 1000 mL.

Calcular o conteúdo de alcaloides totais, $(x + y)$ e determinar o conteúdo relativo de alcaloides do grupo quinina, a partir da seguinte equação: $\frac{100x}{(x+y)}$.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

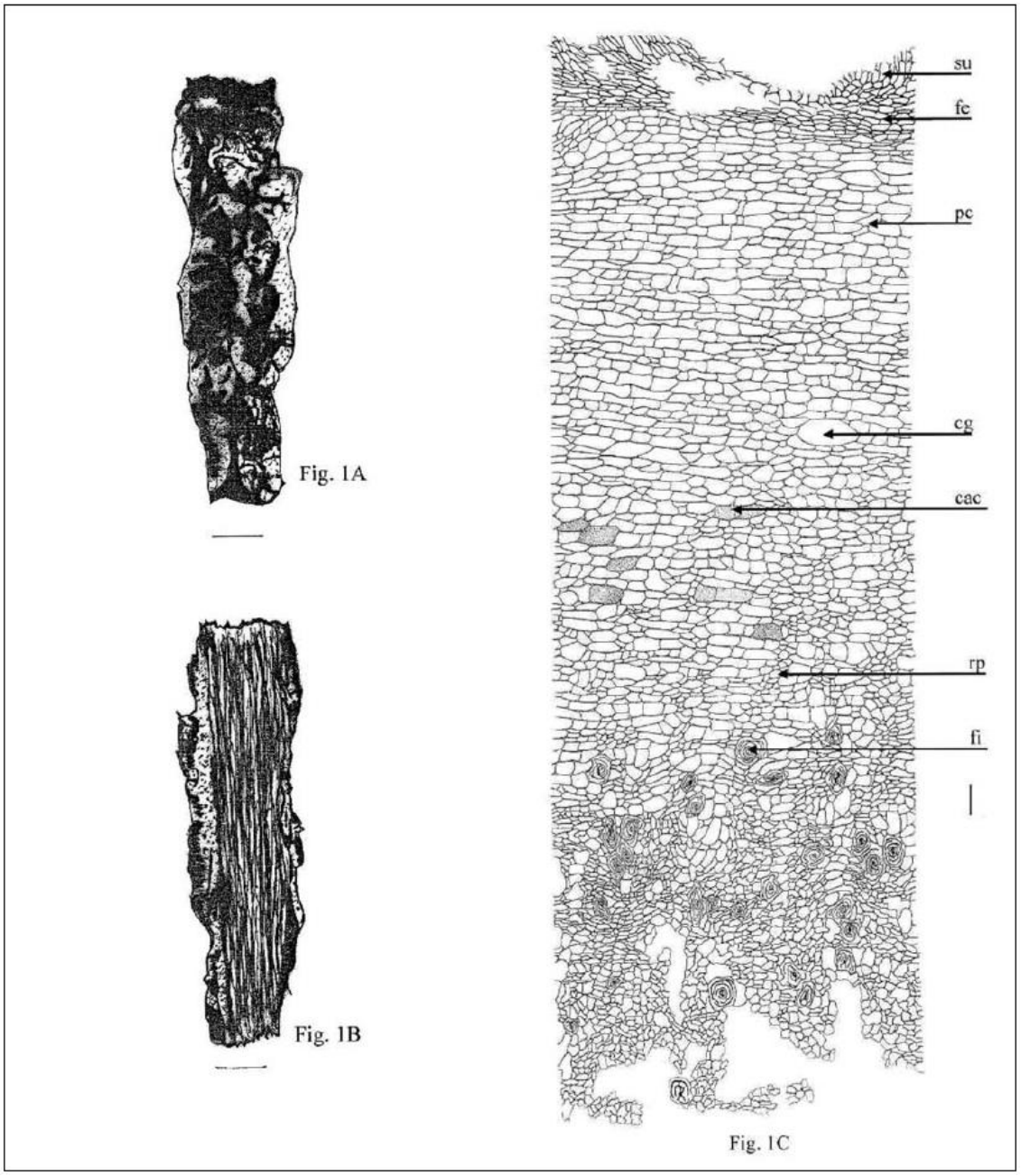



**Figura 1 - Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Cinchona calisaya* Wedd.**

As escalas correspondem: em **A** e **B** a 1 cm; em **C** a 500 µm.

**A.** aspecto geral em vista frontal da casca do caule evidenciando a face externa. **B.** aspecto geral em vista frontal da casca do caule evidenciando a face interna. **C.** secção transversal evidenciando o aspecto geral das cascas dos ramos; células com areia cristalina (cac); células gigantes (cg); feloderme (fe); fibra (fi); célula do parênquima cortical (pc); raio parenquimático na região floemática (rp); súber (su).

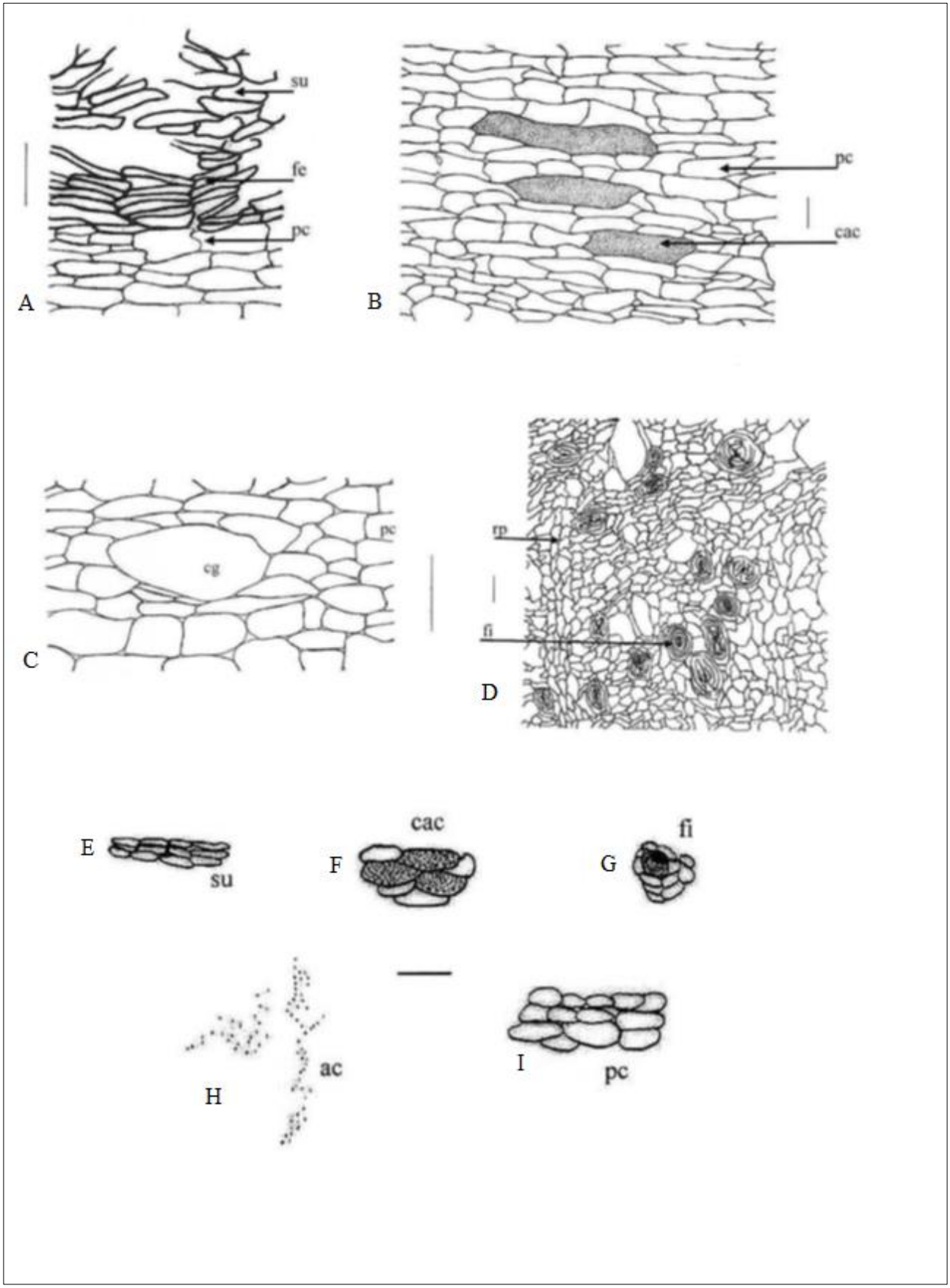



**Figura 2 - Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Cinchona calisaya* Wedd.**

As escalas correspondem em **A** e **C** a 500 µm; em **B** a 200 µm, em **D** a 350 µm e em E a I a 500 µm.
**A.** secção transversal evidenciando um detalhe da região externa da casca próximo a lenticelas; feloderme (fe); parênquima cortical (pc); súber (su). **B.** secção transversal de detalhe do parênquima cortical com células com areia

cristalina; célula com areia cristalina (cac); parênquima cortical (pc). **C.** secção transversal em detalhe do parênquima cortical com células gigantes; parênquima cortical (pc); célula gigante (cg). **D.** secção transversal em detalhe da região floemática; fibra (fi); raio parenquimático na região floemática (rp). **E - I**. detalhes do pó. **E**. súber. **F**. células com areia cristalina. **G**. fibra rodeada por parênquima. **H**. areia cristalina. **I**. fragmento de parênquima cortical.

# RATÂNIA, raiz
## *Ratanhiae radix*

A droga vegetal consiste de raízes secas de *Krameria lappacea* (Dombey) Burdet & B.B.Simpson (syn. *Krameria triandra* Ruiz & Pav.) contendo, no mínimo, 5,0% de taninos totais, expressos em pirogalol ($C_6H_6O_3$, 126,11).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

As raízes são recobertas por súber marrom-avermelhado, sulcado irregularmente, o que permite a formação de pequenas placas denominadas ritidoma, de formato irregular e que se desprendem com certa facilidade. Subjacentes, estão o córtex amiláceo e o floema, compondo uma camada de coloração castanho clara. A casca, formada pelos estratos acima, facilmente se desprende do cilindro central, lenhoso e também de coloração castanho clara externamente e marrom-avermelhada na porção mais central. Amostras fragmentadas apresentam formas curvadas de comprimentos diversos, torcidas, às vezes fibrosas.

**B.** Descrição microscópica

Nas raízes com crescimento secundário estabelecido, o súber é formado por diversos estratos de células com paredes pouco espessadas, tabulares, enfileiradas, e que reagem positivamente para polifenóis na presença do cloreto férrico 10%. Mais internamente forma-se nova periderme, cujas células encontram-se deformadas ou rompidas. Na região cortical, as células apresentam dimensões variadas e paredes espessadas, sempre alongadas longitudinalmente nas porções mais próximas ao floema e são repletas de grãos de amido de grandes dimensões e de formato esférico, simples ou compostos por duas a três porções. O floema apresenta raios parenquimáticos unisseriados formados por células volumosas, abundantes em idioblastos com cristais prismáticos de formas e tamanhos variados e com grãos de amido, como os do córtex. Tanto no córtex amiláceo quanto no floema ocorrem fibras isoladas ou agrupamentos de 5-15 elementos, cujas paredes são relativamente delgadas, sofrendo deformações por compressão mecânica, em suas porções mais externas, configurando um arranjo ramificado em relação às células adjacentes. O xilema é formado por grande quantidade de fibras relativamente largas, lignificadas e com pontoações areoladas em abundância. Esse tipo de pontoação também está presente nos elementos de vaso, os quais são em geral isolados, raramente em duplas, sempre associados com o parênquima axial, paratraqueal. A placa de perfuração é do tipo simples. Os raios xilemáticos são unisseriados.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: fragmentos do súber com coloração marrom-avermelhada, com típicas células tabulares de formato uniforme; fragmentos do tecido cortical com grãos de amido esféricos, simples ou compostos, de grandes dimensões, associados com fibras arranjadas de modo ramificado; fragmentos do lenho com células dotadas de pontoações areoladas.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,250 mm).

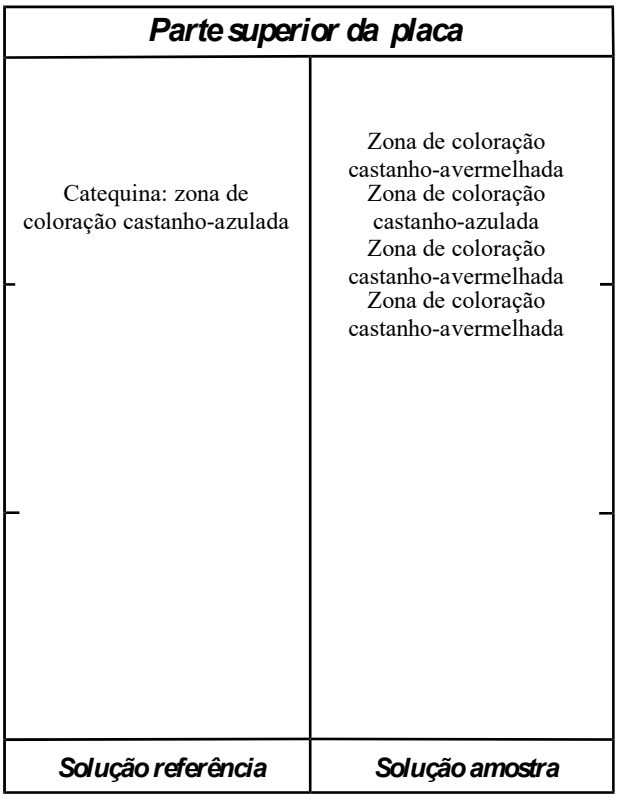
*Fase móvel*: acetato de etila, tolueno, ácido fórmico e água (100:10:10:1).

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 10 g da droga pulverizada, acrescentar 100 mL de álcool etílico a 70% (v/v) e aquecer, sob refluxo, por 10 minutos. Após resfriamento à temperatura ambiente, filtrar e eliminar o álcool etílico em rotaevaporador sob pressão reduzida. Extrair a fase aquosa resultante com três porções de 25 mL de acetato de etila em funil de separação (125 mL). Deixar em repouso em freezer (-18 °C) por 15 minutos, para total separação das fases. Reunir as frações orgânicas e filtrar em papel de filtro com 2 g de sulfato de sódio anidro. Evaporar a fração obtida em rotaevaporador sob pressão reduzida até resíduo. Retomar o resíduo com 5 mL de álcool metílico.

*Solução referência*: pesar cerca de 1 mg de catequina e dissolver em 2 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar em capela de exaustão. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. A seguir, nebulizar a placa com cloreto férrico a 1% (p/v) em álcool metílico.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 12,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 5,5%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 2,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Taninos totais**

***Nota:*** *proteger as amostras da luz durante a extração e a diluição. Utilizar água isenta de dióxido de carbono em todas as operações.*

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque:* pesar, com exatidão, cerca de 0,75 g de droga pulverizada (180 μm) **(5.2.11)** e transferir para erlenmeyer de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água destilada. Aquecer, em banho-maria, durante 30 minutos à temperatura de 60 °C. Resfriar, em água corrente, e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o erlenmeyer e transferir as águas de lavagem com todo conteúdo de droga vegetal para o mesmo balão volumétrico. Completar o volume com água e homogeneizar. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir 5 mL do filtrado da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_1$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*: a 10 mL do filtrado da *Solução estoque* adicionar 0,1 g de pó de pele e agitar, mecanicamente, em erlenmeyer de 125 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Transferir 5 mL desse filtrado para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_2$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, em água, imediatamente antes do uso, 50,0 mg de pirogalol, transferir para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL da solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_3$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de taninos totais expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{(A_1 - A_2) \times m_2 \times 62{,}5}{A_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;
$A_3$ = absorvância medida para a *Solução referência*;
$m_1$ = massa em gramas da amostra utilizada no ensaio, considerando o teor de água determinado; e
$m_2$ = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

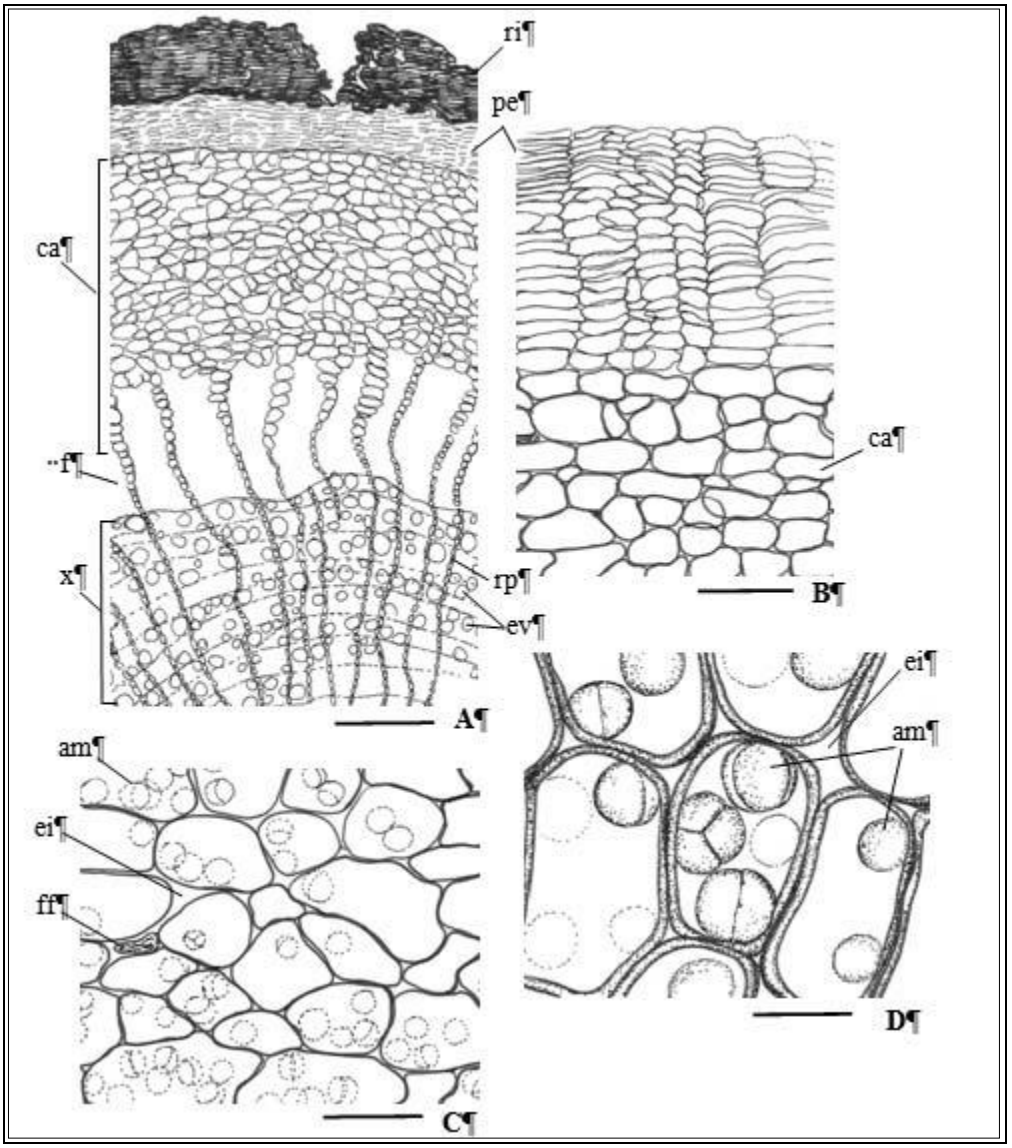



**Figura 1 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Krameria lappacea* (Dombey) Burdet & B.B.Simpson**

As escalas correspondem em **A** a 250 µm; em **B** a 100 µm; em **C** a 50 µm; em **D** a 25 µm.
**A** - aspecto geral da distribuição dos tecidos da raiz, em secção transversal: córtex amiláceo (ca); elemento de vaso (ev); floema (f); periderme (pe); ritidoma (ri); raio parenquimático; xilema (x). **B** - detalhe parcial da casca com periderme (pe)

recém formada e córtex amiláceo (am), em secção transversal; **C** e **D** - detalhe parcial do córtex amiláceo em secção transversal e longitudinal radial, respectivamente: grãos de amido (am), espaço intercelular (ei); fibra do floema (ff).

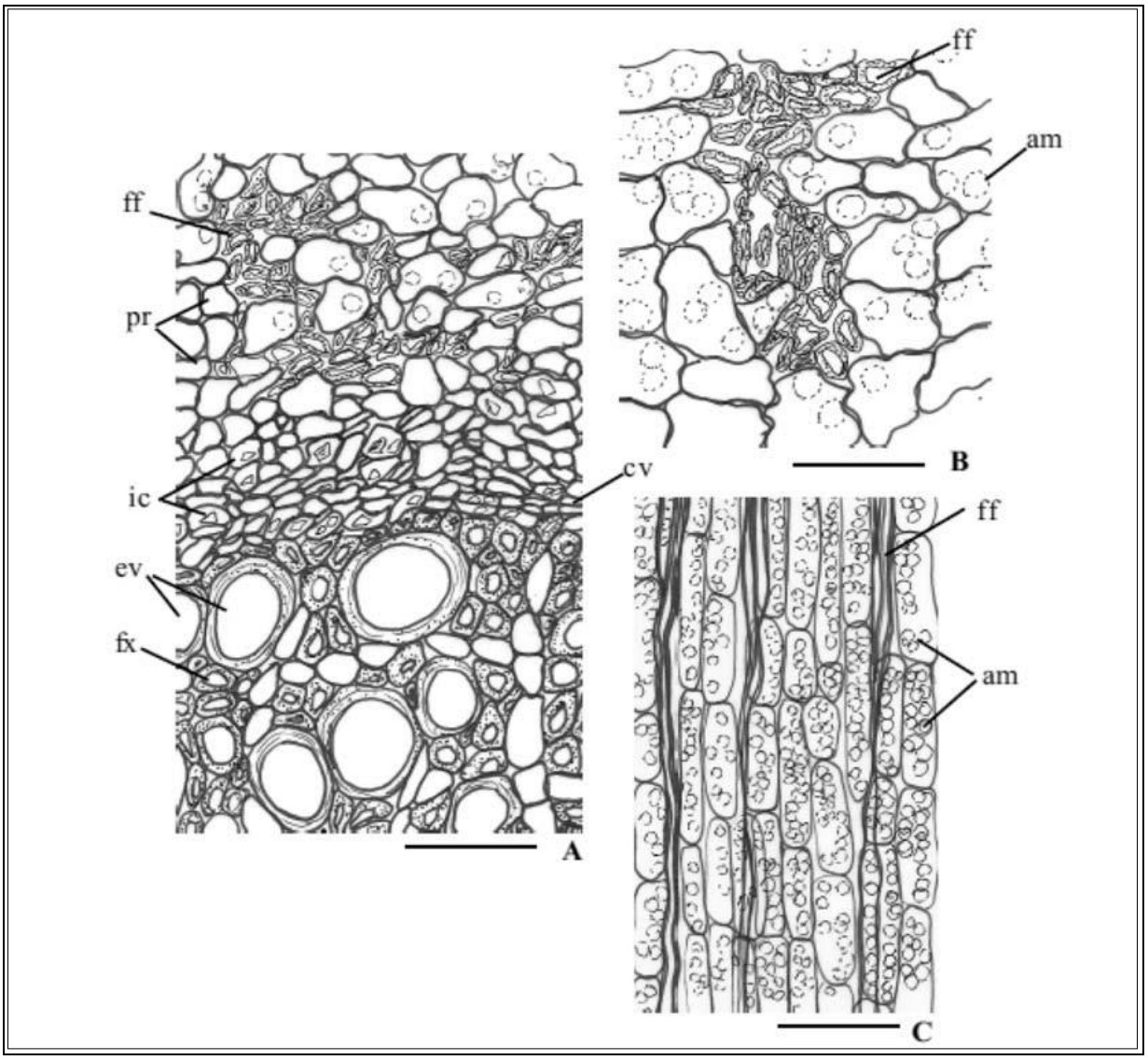



**Figura 2 – Aspectos microscópicos *Krameria lappacea* (Dombey) Burdet & B.B.Simpson**

_____

As escalas correspondem em **A** e **B** a: 50 μm; em **C** a 100 μm.

**A** - detalhe parcial da região cambial e dos tecidos condutores, em secção transversal: câmbio vascular (cv); elemento de vaso (ev); idioblasto cristalífero (ic)**;** fibras do floema (ff); fibra do xilema (fx); parênquima de reserva. **B** - detalhe parcial do floema, em secção transversal, mostrando parênquima de reserva e fibras do floema: grãos de amido (am); fibras do floema (ff). **C -** detalhe parcial do floema, em secção longitudinal radial: grãos de amido (am); fibras do floema (ff).

# RAUVOLFIA, raiz
## *Rauvolfiae radix*

A droga vegetal consiste de raízes secas de *Rauvolfia serpentina* (L.) Benth. ex Kurz, contendo, no mínimo, 0,15% de alcaloides do grupo reserpina ($C_{33}H_{40}N_2O_9$, 608,68) – rescinamina ($C_{35}H_{42}N_2O_9$, 634,72).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Raiz cilíndrica, frequentemente adelgaçada na extremidade distal, tortuosa; raiz inteira ou suas porções de 1 a 10 cm de comprimento e de 3 a 22 mm de diâmetro; superfície externa longitudinalmente enrugada a sulcada irregularmente, de coloração cinzento-castanha clara; podem ocorrer restos das raízes secundárias ou principalmente cicatrizes arredondadas oriundas da queda das mesmas, com 0,5 a 1 mm de diâmetro; a casca pode faltar parcialmente e observam-se, nessas falhas, camadas internas, de cor castanho-amarelada. Lenticelas são frequentemente observadas. O córtex tem coloração castanho-amarelada e o cilindro central é amarelo-claro, com dois a oito anéis concêntricos, exibindo uma fina estriação radial. Raramente estão presentes restos do rizoma.

**B.** Descrição microscópica

A periderme tem até 20 camadas de células achatadas tangencialmente, com arranjo radial. O súber é homogêneo e constituído por cerca de 15 camadas de células suberosas de paredes delgadas. A feloderme possui até quatro camadas de células com paredes delgadas. O parênquima cortical é amilífero, com várias camadas de células de paredes não lignificadas; os grãos de amido, evidenciados pelo reagente de Lugol, podem ser pequenos e numerosos ou volumosos, de formato arredondado ou ovalado. Laticíferos ramificados, de crescimento intrusivo, permeiam o parênquima cortical. O floema é constituído apenas por elementos de tubo crivado e células parenquimáticas; fibras e esclereídes estão ausentes. Os raios parenquimáticos são multisseriados, podendo ser estreitos ou largos; suas células apresentam grãos de amido e/ou cristais de formatos variados. O xilema secundário também possui arranjo radial. Os elementos traqueais e as fibras estão dispostos em séries radiais uni ou bisseriadas e alternam-se aos raios parenquimáticos multisseriados. Os elementos traqueais são estreitos (cerca de 40 µm de diâmetro), com placa de perfuração simples ou escalariforme; as fibras são libriformes e têm paredes espessadas. Os raios parenquimáticos são multisseriados, suas células possuem paredes lignificadas e os grãos de amido são mais volumosos do que aqueles encontrados no floema e no parênquima cortical. O xilema primário, com seis a oito polos de protoxilema, ocupa posição central; os elementos traqueais também são estreitos e de calibre semelhante ao das células parenquimáticas adjacentes.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração acinzentada-clara ou castanho-amarelada clara; fragmentos do súber, de coloração amarelada, com paredes delgadas suberificadas; fragmentos de elementos de vaso de paredes espessadas, com pontoações areoladas; fragmentos de células parenquimáticas do xilema com paredes espessadas e pontoações simples; fragmentos de células parenquimáticas do córtex com paredes delgadas; numerosos grãos de amido arredondados, às vezes agregados, com a região central na forma de *y* ou de estrela.

**D.** Falsificações ou adulterantes

Falsificações e confusões são possíveis, especialmente com raízes de outras espécies de *Rauvolfia* originadas da Índia, como, por exemplo, *Rauvolfia heterophylla* Wild. ex Roem. & Schult. Ao contrário dessas, na raiz de *Rauvolfia serpentina* não ocorrem fibras e células pétreas na parte externa ao câmbio. Diferentemente de outras espécies, a raiz de *R. serpentina* mostra uma distribuição de amido quase homogênea por toda a secção transversal, exceto no súber e no xilema primário. Falsificações também ocorrem com raízes de *Withania somnifera* (L.) Dunal (Solanaceae). Enquanto o lenho de *Rauvolfia* é amarelo-claro, mostrando estrias finas radiais, sendo que microscopicamente verifica-se a presença de raios parenquimáticos e elementos de vaso com disposição radial, em *Withania* observa-se lenho branco, formado por um anel fechado, sendo que microscopicamente são observados elementos de vaso dispersos no parênquima.

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

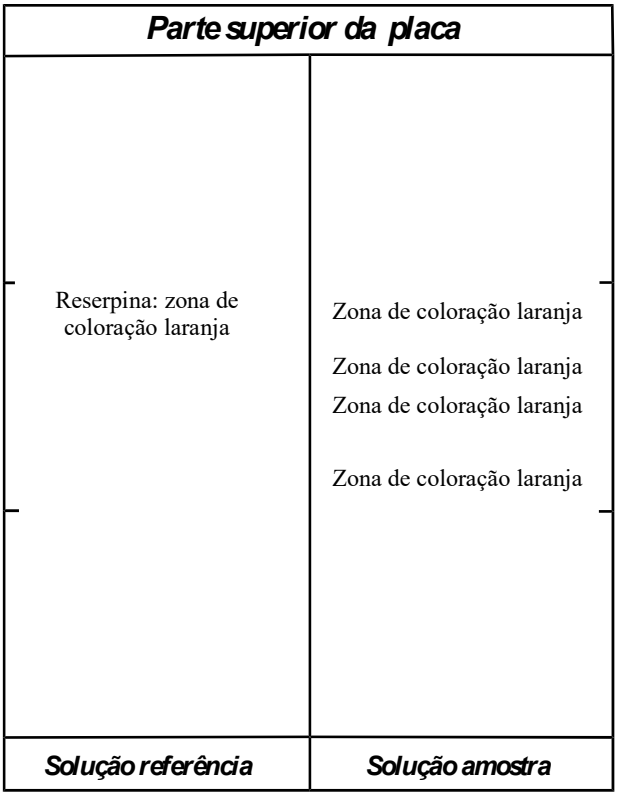
*Fase móvel*: álcool butílico, ácido acético e água (40:10:10).

*Solução amostra*: ferver sob refluxo 1 g da droga seca e pulverizada com 5 mL de álcool metílico e 1 mL de uma solução de carbonato de sódio a 10% (p/v), durante 10 minutos, resfriar e filtrar.

*Solução referência*: preparar uma solução de reserpina a 10 mg/mL em álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda 10 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução de referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar a placa secar em estufa em temperatura entre 100 °C e 105 °C. Nebulizar a placa com solução de iodeto de potássio e subnitrato de bismuto SR. Deixar secar a placa ao ar livre durante 10 minutos. Examinar sob a luz visível e, a seguir sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 5,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 12,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 10,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxina (5.4.4).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no ultravioleta* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução amostra estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 2,5 g da planta seca e pulverizada e realizar extração com 100 mL de álcool etílico, sob refluxo durante quatro horas, protegendo sempre da luz. Após a extração, completar o volume com álcool etílico, em balão volumétrico de 100 mL. Transferir uma alíquota volumétrica de 20 mL para funil de separação. Adicionar, com proveta, 200 mL de ácido sulfúrico 0,25 *M* e extrair quatro vezes com 60 mL de clorofórmio, descartando a fase contendo ácido sulfúrico, e reservando a fase contendo o clorofórmio. Extrair quatro vezes a fase contendo

clorofórmio com 60 mL de bicarbonato de sódio a 2% (p/v), e filtrar a fase orgânica para balão volumétrico de 250 mL. Após a filtração, completar o volume com álcool etílico e homogeneizar.

*Solução amostra (1)*: transferir, volumetricamente, 25 mL da *Solução amostra estoque* para balão de fundo redondo e levar a secura em rotaevaporador com banho-maria em temperatura a cerca de 40 °C. Adicionar, volumetricamente, 5 mL de álcool etílico e 2 mL de ácido sulfúrico 0,25 *M*.

*Solução amostra (2)*: transferir, volumetricamente, 25 mL da *Solução amostra estoque* para balão de fundo redondo e levar a secura em rotaevaporador com banho-maria em temperatura a cerca de 40 °C. Adicionar, volumetricamente, 5 mL de álcool etílico, 1 mL de ácido sulfúrico 0,25 *M*, 1 mL de nitrito de sódio a 0,3% (p/v) e homogeneizar.

*Solução referência estoque*: pesar, analiticamente, e transferir 20 mg de reserpina SQR para um balão volumétrico de 50 mL. Adicionar 25 mL de álcool etílico e levar ao ultrassom. Aquecer se necessário. Aguardar o resfriamento da solução, completar o volume com álcool etílico e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com álcool etílico e homogeneizar, resultando na concentração de 20 µg/mL.

*Solução referência (1):* reunir, volumetricamente, 5 mL de *Solução referência estoque* e 2 mL de ácido sulfúrico 0,25 *M* e homogeneizar.

*Solução referência (2)*: reunir, volumetricamente, 5 mL de *Solução referência estoque*, 1 mL de ácido sulfúrico 0,25 *M*, 1 mL de nitrito de sódio a 0,3% (p/v) e homogeneizar.

*Solução branco*: utilizar álcool etílico e água (2:1).

***Nota:*** *não empregar Solução referência (1) e Solução referência (2) de dias anteriores.*

*Procedimento*: aquecer a *Solução amostra (1)*, a *Solução amostra (2)*, a *Solução referência (1)* e a *Solução referência (2)*, concomitantemente em banho-maria em temperatura entre 50 °C e 60 °C, durante exatos 20 minutos. Resfriar as soluções até temperatura ambiente e adicionar, volumetricamente, 0,5 mL de ácido sulfâmico a 5% (p/v) em cada uma delas e aguardar 20 minutos exatos. Após o tempo de espera, medir a absorvância da *Solução amostra (1)* ($A_1$), da *Solução amostra (2)* ($A_2$), da *Solução referência (1)* ($S_1$) e da *Solução referência (2)* ($S_2$) em 390 nm, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular a massa de alcaloides do grupo reserpina-rescinamina, como reserpina, em mg, segundo a expressão:

$$\mathrm{MAL} = 5 \times \frac{(A_1 - A_2)}{(S_1 - S_2)}$$

em que,

MAL = massa em miligramas de alcaloides;
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra (1)*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução amostra (2)*;
$S_1$ = absorvância medida para a *Solução referência (1)*; e
$S_2$ = absorvância medida para a *Solução referência (2)*.

Calcular o teor de alcaloides como reserpina-rescinamina, em base seca, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\text{TAL} = \frac{\text{MAL}}{m} \times 100$$

em que,

TAL = teor de alcaloides % (p/p);
MAL = massa em miligramas de alcaloides; e
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

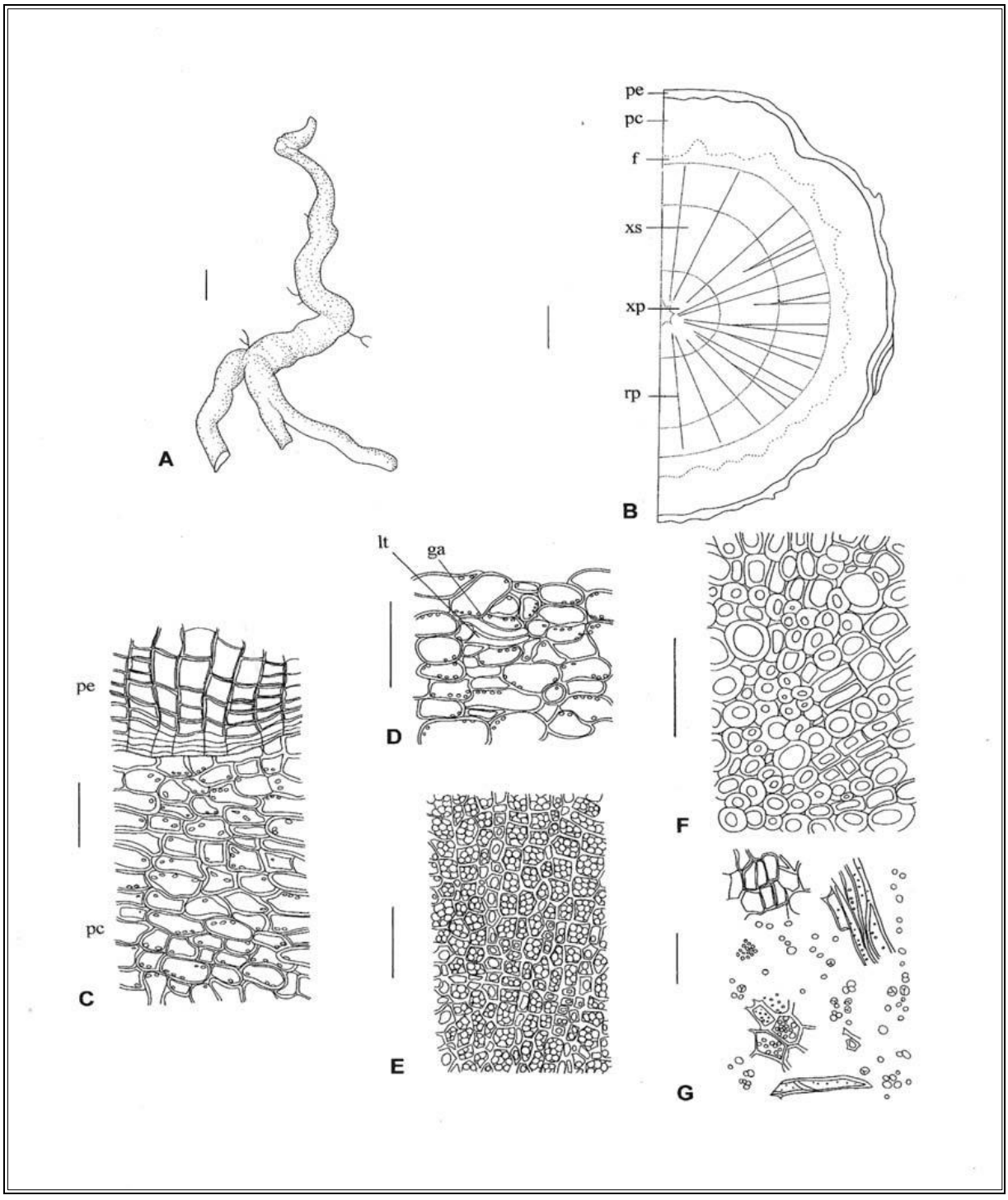


**Figura 1 - Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Rauvolfia serpentina* (L.) Benth. ex Kurz**

_____

As escalas correspondem: em A a 100 mm, em B e G a 100 µm, e de C a F a 50 µm.
**A** - aspecto geral da raiz; **B** - esquema da secção transversal da raiz; **C** - detalhe de porção da periderme e parênquima cortical, em secção transversal; **D** - detalhe de porção do parênquima cortical em secção transversal; **E** - detalhe de porção do xilema secundário apresentando raios parenquimáticos multisseriados com abundantes grãos de amido, fibras e vasos dispostos em séries radiais, em secção transversal; **F** - detalhe de porção do xilema primário em secção transversal; **G** - aspecto geral do pó da raiz, com fragmentos do súber (acima, à esquerda), de fibras e vasos (acima, à direita e abaixo, na região central), de células parenquimáticas do xilema secundário (abaixo, à esquerda) e numerosos grãos de amido, isolados ou agregados; região do floema primário e secundário (f); grão de amido (ga); laticífero ramificado de crescimento intrusivo (lt); parênquima cortical (pc); periderme (pe); raio parenquimático (rp); xilema primário (xp); xilema secundário (xs).

# ROMÃ, pericarpo

***Punicae granati pericarpium***

A droga é constituída por porções secas do pericarpo do fruto de *Punica granatum* L., contendo, no mínimo, 5,0 % de polifenóis totais, expressos em ácido elágico ($C_{14}H_6O_8$, 302,20).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

O exocarpo consiste em porções irregulares de até 5,0 cm de comprimento e até 2,5 cm de largura; espessura com até 0,9 cm. A superfície externa, em vista frontal, é amarelo-avermelhada a castanho-amarelada e áspera. São observadas várias lenticelas. A superfície interna, em vista frontal, é amarelada a pardo-amarelada e rugosa. Algumas porções evidenciam restos do cálice persistente.

**B.** Descrição microscópica

O exocarpo é formado por epiderme unisseriada e coberta por cutícula espessa e lisa. Em vista frontal, as paredes anticlinais das células epidérmicas são retas e espessas. Várias lenticelas estão distribuídas uniformemente no exocarpo. Subjacente às células epidérmicas ocorre parênquima formado por várias camadas de células arredondadas e retangulares onde são observados feixes vasculares colaterais, células esclerenquimáticas arredondadas ou irregulares, isoladas e células pétreas isoladas ou em grupos. O mesocarpo é bem vascularizado e próximo ao floema ocorrem drusas de oxalato de cálcio. Ocorrem fibras de parede espessada e lignificada, evidenciando pequeno lúmen e medindo de 80-150 µm de comprimento e 20-30 µm de largura. Pequenos grãos de amido, circulares e medindo cerca de 5 µm estão distribuídos nas regiões mais internas do mesocarpo.

**C.** Descrição microscópica do pó

O pó atende a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. Pó de coloração pardo-clara. São observados: fragmentos de epiderme com células conforme descritas, em vista frontal; fragmentos de epiderme com lenticelas, em vista frontal; fragmentos da epiderme, em secção transversal, apresentando cutícula espessa e lisa; fragmentos de parênquima, em secção transversal, contendo feixes vasculares; fragmentos do parênquima, em secção transversal contendo drusas de oxalato de cálcio; fragmentos do parênquima, em secção transversal, com porções de feixes vasculares, fibras observadas em vista longitudinal; drusas isoladas; porções de elementos traqueais com espessamento helicoidal, em vista longitudinal; pequenos grãos de amido.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1).**

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: tolueno, acetato de etila e ácido fórmico (4:8:2).

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, em balão de fundo redondo de 50 mL, cerca de 0,25 g da droga em pó (250 µm) e adicionar 12,5 mL de metanol. Adicionar pérolas de vidro ao balão e levar a refluxo em banho maria (85 - 95 ºC) por 20 minutos. Resfriar o extrato, filtrar, através de algodão, para balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com o mesmo solvente. Diluir, transferindo uma alíquota de 1 mL para balão volumétrico de 5 mL e completar o volume com metanol.

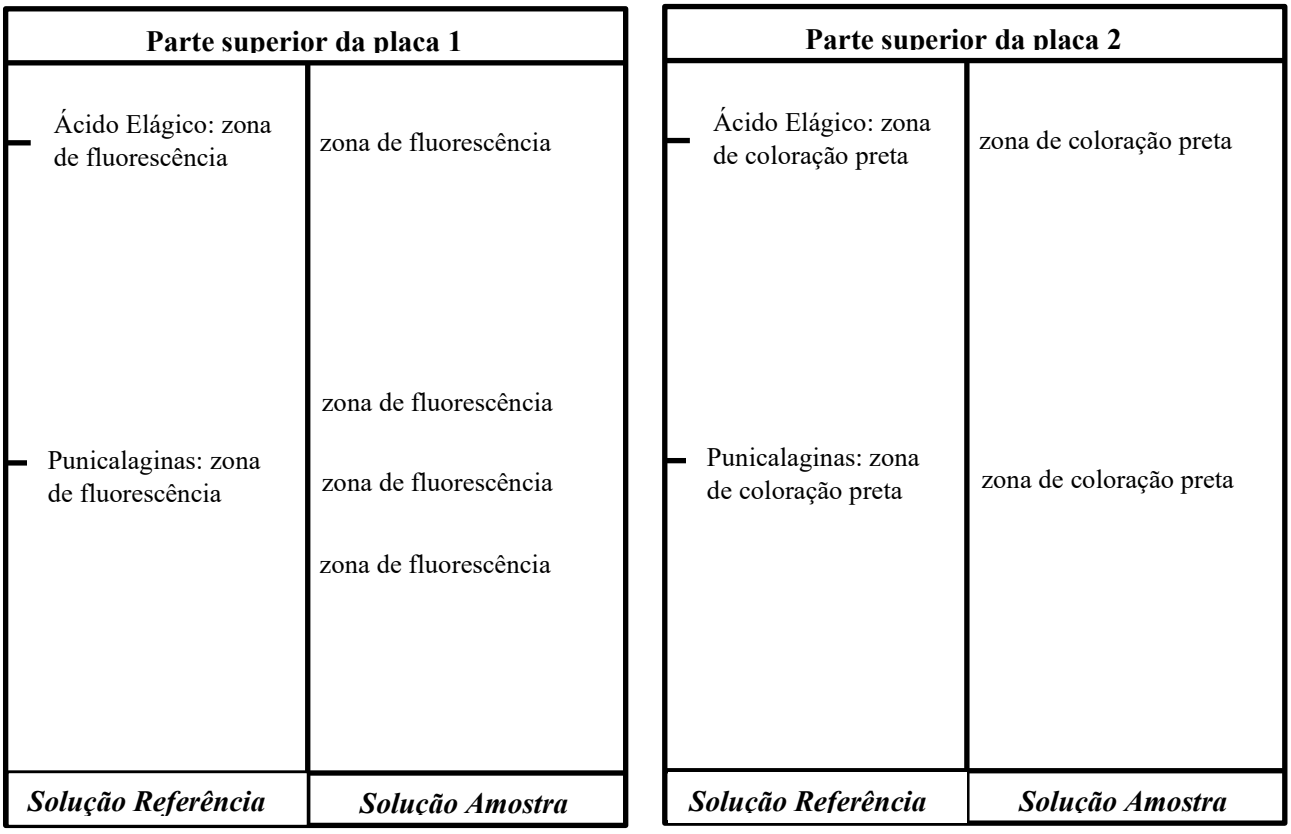
*Solução referência*: preparar uma solução a 260 µg/mL de punicalaginas e 50 µg/mL de ácido elágico em metanol.

*Revelador (1)*: dissolver 5 g de macrogol 4000 em metanol e completar o volume para 100 mL com o mesmo solvente.

*Revelador (2)*: preparar uma solução de cloreto férrico a 5% em água.

*Procedimento*: aplicar em duas cromatoplacas, separadamente, em forma de banda, 25 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma por 10 cm. Remover a cromatoplaca, deixar secar ao ar por 15 minutos, em após secar, em estufa, a temperatura entre 100 °C e 105 °C durante 10 minutos. Deixar esfriar e nebulizar a primeira placa com o difenilborato de aminoetanol SR, secar a placaa temperatura entre 100 °C e 105 °C durante 5 minutos, em seguida nebulizar com *Revelador 1,* secar a placa a temperatura entre 100 °C e 105 °C durante 5 minutos (visualizar a placa em 365 nm). Nebulizar a segunda placa com o *Revelador* 2 e deixar secar ao ar por 15 minutos (visualizar a placa na luz visível).

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.




TESTES

**Água (5.4.1.4).** *Método Gravimétrico*. No máximo 12,0 %.

**Cinzas totais (5.4.2.4).** No máximo 16,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2)**. Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5)**. Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3)**. Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3)**. Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Polifenóis totais, expressos em ácido elágico**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia à líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 256 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 μm), mantida a temperatura de 30 °C; fluxo da fase móvel de 0,7mL/minuto.

*Eluente A*: água e ácido trifluoracético (100:0,01, v/v).

*Eluente B*: acetonitrila e ácido trifluoracético (100:0,08, v/v).

*Gradiente de fase móvel*: adotar sistema de gradiente descrito na tabela a seguir:

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente A (%)*** | ***Eluente B (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0-20 | 100 → 75 | 0 → 25 | gradiente linear |
| 20-23 | 75 → 50 | 25 → 50 | gradiente linear |
| 23-25 | 50 → 0 | 50 →100 | gradiente linear |
| 25-27 | 0 | 100 | isocrática |
| 27-28 | 0 → 100 | 100 → 0 | gradiente linear |
| 28-33 | 100 | 0 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, em balão de fundo redondo de 50 mL, cerca de 0,25 g da droga em pó (250 μm) e adicionar 12,5 mL de metanol. Adicionar pérolas de vidro ao balão e levar a refluxo em banho maria (85 - 95 ºC) por 20 minutos. Resfriar, filtrar, através de algodão, para balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com o mesmo solvente. Diluir o extrato, transferindo uma alíquota de 1 mL para balão volumétrico de 5 mL e completar o volume com metanol. Filtrar por membrana 0,45 μm.

*Solução referência:* Dissolver 5 mg de ácido elágico (pureza 95 %) em metanol e completar o volume para 50 mL com o mesmo solvente. Pipetar, 1050 μL desta solução e completar o volume para 5 mL com o mesmo solvente (20 μg/mL).

*Procedimento:* injetar, separadamente, 5 μL da *Solução referência* e da *Solução amostra* em triplicata, registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Os tempos de retenção das punicalaginas α e β, na solução amostra foram de aproximadamente 10,5 e 12,1 minutos e do ácido elágico, na solução amostra e de referência de aproximadamente 18,6 minutos. Calcular o teor de polifenóis totais, expressos em ácido elágico,na amostra, a partir da substância referência. O resultado é expresso pela média das determinações em porcentagem de droga vegetal, considerando a determinação de água, segundo a expressão:

$$\text{TFT\%} = \frac{\text{Cp x } [(\Sigma A\alpha\beta \text{ x FR}) + (Aae)]}{\text{Ap x m}} \text{ x FD x } 100$$

em que,

TFT = Teor de polifenóis totais expressos em ácido elágico % (p/p);
Cp = concentração da solução de referência de ácido elágico em g/mL, considerando pureza do padrão;
ΣAαβ = somatório das áreas dos picos correspondentes as punicalaginas α e β no cromatograma obtido com a solução amostra;
Aae = área sob o pico correspondente ao ácido elágico no cromatograma obtido com a solução amostra;
Ap = área sob o pico correspondente ao ácido elágico no cromatograma obtido com a *solução dereferência*;
FR = Fator de resposta para as punicalagina (3)
m = massa da amostra, em gramas, utilizada na preparação da solução amostra, considerando a perda por dessecação; e
FD = Fator de diluição da amostra (125).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

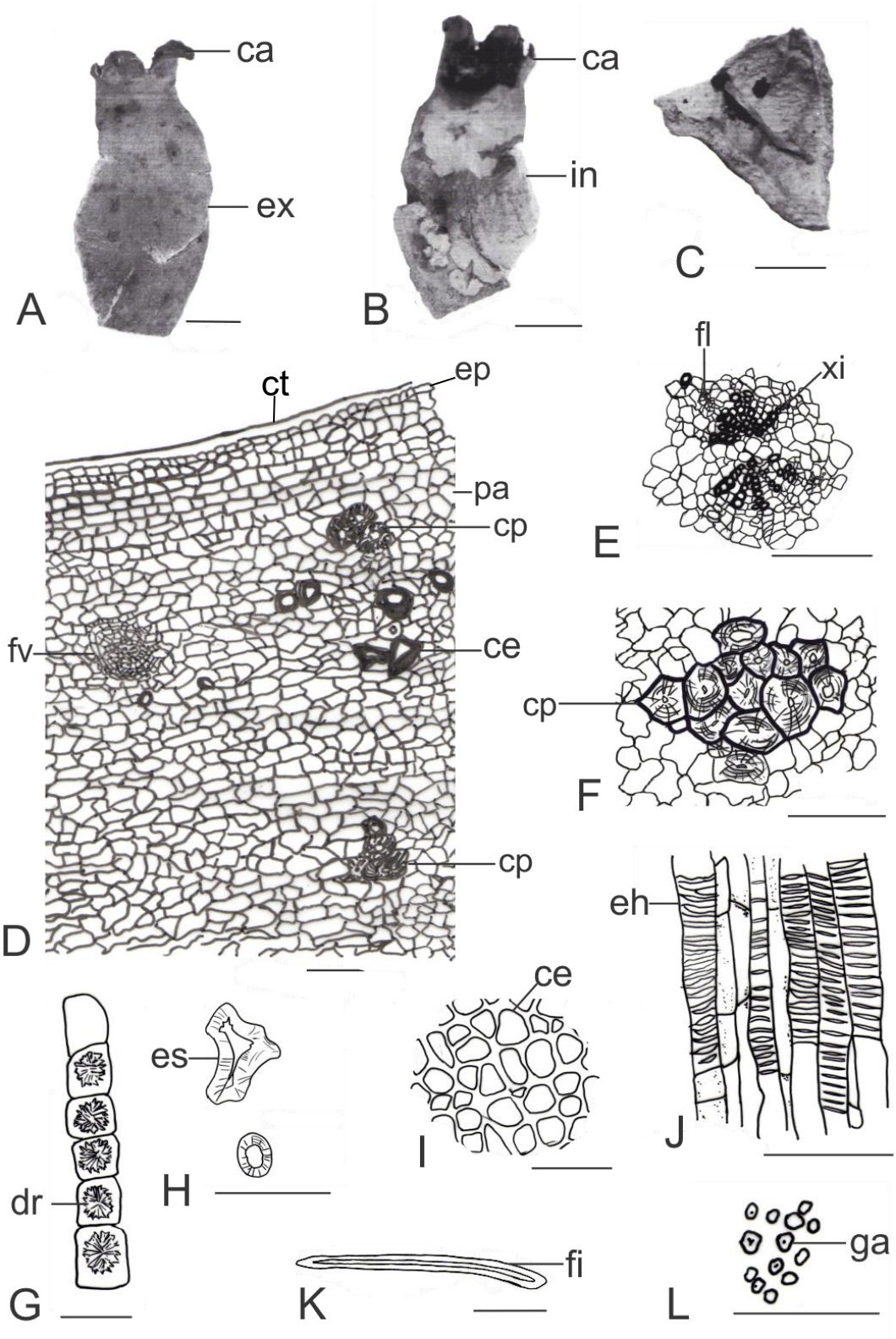



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos e microscópicos do pó em *Punica granatum* L.**

As escalas correspondem em **A-C** a 1 cm; em **D-L** a 50 µm.

**A** – representação esquemática da superfície externa (ex) da casca, em vista frontal contendo cálice persistente (ca). **B** – representação esquemática da superfície interna (in) da casca, em vista frontal contendo cálice persistente (ca). **C**– representação esquemática da superfície interna da casca, em vista frontal. **D** – representação histológica da casca, em secção transversal, mostrando célula esclerenquimática (ce); células parenquimáticas (pa); cutícula (ct); epiderme (ep); feixes vasculares (fv); grupo de células pétreas (cp). **E** – fragmento do parênquima contendo feixe vascular: floema (fl) e xilema (xi). **F** – fragmento de parênquima contendo grupo de células pétreas (cp). **G** – Grupo de células contendo drusas (dr). **H** – Esclereídes isoladas (es). **I** – fragmento contendo células epidérmicas (ce) em vista frontal. **J** – fragmento de

parênquima contendo elementos de vaso com espessamento helicoidal (eh). **K** – fibra (fi) isolada em vista longitudinal. **L** – Grãos de amido (ga).

# RUIBARBO, rizoma e raiz
## *Rhei rhizoma et radix*

A droga vegetal consiste de rizomas e raízes secos e fragmentados de *Rheum palmatum* L. e/ou *Rheum officinale* Baill., ou seus híbridos interespecíficos, contendo, no mínimo, 2,2% de derivados hidroxiantracênicos, expressos em reína ($C_{15}H_8O_6$, 284,22). Os rizomas devem ser desprovidos das bases dos pecíolos foliares.

CARACTERÍSTICAS

A droga apresenta odor característico e aromático.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Fragmentos de rizoma irregulares, discoides ou cilíndricos, arredondados, planos ou plano-convexos, com até 15 cm de diâmetro e 1 a 5 cm de espessura, frequentemente desprovidos da região cortical e/ou parte da região vascular mais externa. A superfície externa é lisa e geralmente revestida de uma camada de pó amarelo-acastanhado, o qual, se retirado, evidencia uma coloração rosada; os fragmentos, quando umedecidos, mostram linhas escuras e claras que se entrecruzam, com numerosos retículos em forma de losangos interrompidos pelas cicatrizes provenientes das raízes. Em secção transversal, destaca-se um anel escuro, correspondente ao câmbio, seguido por outro anel estreito, regularmente sulcado por estrias radiais alaranjadas, paralelas entre si. O interior do cilindro central é preenchido por um tecido de cor rosada, em que se destacam numerosas estruturas em forma de estrela, correspondentes a feixes vasculares anômalos. Os rizomas de *Rheum palmatum* se caracterizam por apresentar feixes vasculares anômalos pequenos, em média com 2,5 mm de diâmetro e um conjunto de feixes formando um anel contínuo, às vezes dois, enquanto que os de *Rheum officinale* têm feixes maiores, com até 4,1 mm de diâmetro, distribuídos aleatoriamente na secção transversal. Os fragmentos de raízes são cilíndricos ou cônicos, desprovidos de córtex, medindo de 3 a 6 cm de diâmetro e 4 a 17 cm de comprimento, com coloração semelhante à do rizoma. Em secção transversal, são nítidos os raios parenquimáticos de disposição radial, desde a porção central até a periferia. A fratura dos rizomas e raízes é granulosa.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal, o rizoma, quando acompanhado da região cortical ou de seus restos, apresenta súber e parênquima cortical externo pouco desenvolvidos; as células do súber têm disposição radial e paredes finas; o parênquima cortical externo, assim como os demais parênquimas, possui células arredondadas ou ocasionalmente poligonais, de paredes finas, com numerosos grãos de amido e cristais do tipo drusa. São observados grãos de amido e drusas de oxalato de cálcio. O sistema vascular apresenta-se sob duas formas distintas: o mais externo, derivado do câmbio normal, é contínuo e mais ou menos circular e o mais interno apresenta feixes vasculares anômalos, com aspecto de estrela, as quais se distribuem irregularmente no parênquima medular ou algumas delas formam um ou dois anéis. O sistema vascular externo possui floema secundário pouco desenvolvido e obliterado. O xilema secundário tem disposição radial e é formado por poucas camadas de elementos de vaso com espessamento geralmente reticulado. Os raios parenquimáticos apresentam massas amorfas de coloração amarelo-acastanhado ou amarelo intenso, correspondentes aos derivados hidroxiantracênicos, que se coram de vermelho na presença de hidróxido de potássio a 10% (p/v). O parênquima medular preenche quase a totalidade do cilindro central, sendo interrompido pelos feixes vasculares anômalos. Cada um destes feixes tem aspecto de estrela, seu floema é interno e o xilema externo e os raios parenquimáticos partem do centro do feixe. O floema dos feixes estrelares tem

aparência esbranquiçada e as células parenquimáticas estão repletas de grãos de amido e algumas possuem drusas; a zona cambial é continua e formada por três a quatro camadas de células; o xilema possui poucos elementos de vaso, dispostos em duas a cinco fileiras, apresentando paredes relativamente delgadas, reticuladas e não lignificadas. A raiz, em secção transversal, apresenta as mesmas características do rizoma, exceto pela ausência de feixes vasculares anômalos e de parênquima medular. As massas amorfas amareladas contendo derivados hidroxiantracênicos ocorrem mais abundantemente, quando comparadas àquelas encontradas nos raios parenquimáticos do rizoma.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para estas espécies, menos os caracteres macroscópicos. Utilizar solução aquosa de hipoclorito de sódio a 3% (p/v) para o exame microscópico. São características: coloração alaranjada à amarelo-acastanhada, que com hidróxido de potássio a 10% (p/v) toma cor vermelha; células dos raios parenquimáticos com substância amarela amorfa; fragmentos de elementos de vaso reticulados não lignificados, que podem atingir até 175 µm de comprimento; numerosos grupos de células parenquimáticas, de forma arredondada ou poligonal, de paredes finas, com grãos de amido; fragmentos de raios parenquimáticos em vista longitudinal radial ou em vista tangencial; grande número de grãos de amido esféricos, com hilo central e radiado, simples ou compostos, com duas a cinco unidades; drusas de oxalato de cálcio ou seus fragmentos. Fibras e esclereídes ausentes.

**D.** Falsificações e adulterantes

São consideradas falsificações outras espécies de *Rheum*, principalmente *Rheum rhaponticum* L.

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

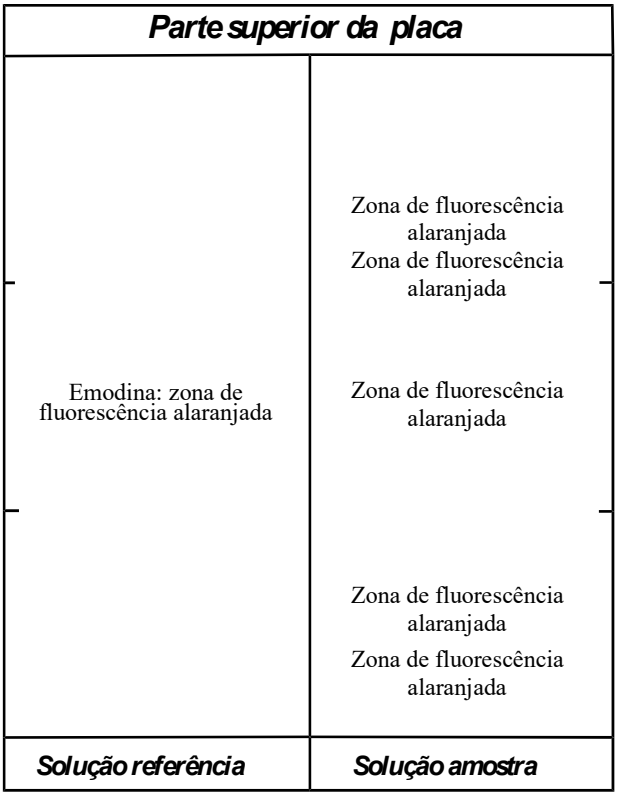
*Fase móvel*: éter de petróleo, acetato de etila e ácido fórmico anidro (75:25:1).

*Solução amostra*: pesar, cerca de 50 mg da droga em pó (250 µm) **(5.2.11)**, adicionar 1 mL de ácido clorídrico e 30 mL de água, aquecer sob refluxo, em banho-maria, por 15 minutos. Resfriar à temperatura ambiente e extrair com 25 mL de éter etílico. Filtrar sobre sulfato de sódio anidro. Evaporar o filtrado até resíduo. Suspender o resíduo em 0,5 mL de éter etílico.

*Solução referência*: emodina a 0,1% (p/v) em éter etílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Nebulizar a placa com hidróxido de potássio a 10% (p/v) em álcool metílico para a visualização de zonas vermelho a violeta.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Raponticina.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

*Fase móvel*: cloreto de metileno e álcool metílico (80:20).

*Solução amostra*: pesar 0,2 g da droga pulverizada e adicionar 2 mL de álcool metílico. Aquecer sob refluxo, por 15 minutos. Esfriar e filtrar.

*Solução referência*: solução de raponticina a 1 mg/mL em álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar, separadamente, à placa, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. A região do cromatograma obtida com a *Solução amostra* não deve apresentar mancha azul próxima ao ponto de aplicação, indicando a presença de raponticina. Nebulizar a placa com ácido fosfomolíbdico SR. A região do cromatograma obtida com a *Solução amostra* não deve apresentar mancha azul escura próxima ao ponto de aplicação, indicando a presença de raponticina.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 12,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 12,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Derivados hidroxiantracênicos**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções conforme descrito a seguir.

*Solução estoque*: em balão de fundo redondo de 50 mL, pesar, com exatidão, cerca de 0,1 g da droga dessecada e pulverizada. Adicionar 30 mL de água, misturar e pesar o conjunto. Aquecer em banho-maria, sob refluxo, durante 15 minutos. Deixar esfriar e adicionar 50 mg de bicarbonato de sódio. Pesar e restabelecer o peso original com água. Centrifugar e transferir 10 mL do líquido sobrenadante para um balão de fundo redondo de 50 mL de capacidade. Adicionar 20 mL de cloreto férrico SR e agitar. Aquecer a mistura, sob refluxo, durante 20 minutos. Agitar frequentemente. Adicionar 1 mL de ácido clorídrico e aquecer por mais 20 minutos. Esfriar e transferir para funil de separação. Extrair com três porções sucessivas de 25 mL de éter etílico, previamente utilizada para lavar o balão de fundo redondo. Reunir os extratos etéreos e lavar com duas porções de 20 mL de água, filtrar para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com éter etílico e homogeneizar.

*Solução amostra*: evaporar 10 mL da *Solução estoque* até resíduo. Suspender o resíduo em 10 mL de acetato de magnésio a 0,5% (p/v) em álcool metílico.

*Solução branco*: usar álcool metílico.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* em 515 nm, imediatamente após o seu preparo, utilizando *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular o teor de derivados hidroxiantracênicos, expressos em reína, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TDHC} = \frac{\mathrm{A} \times 300}{m \times 440}$$

em que,

TDHC = teor de derivados hidroxiantracênicos expressos em reína % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*;
300 = fator de diluição;
440 = coeficiente de absorção específica da reína; e
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

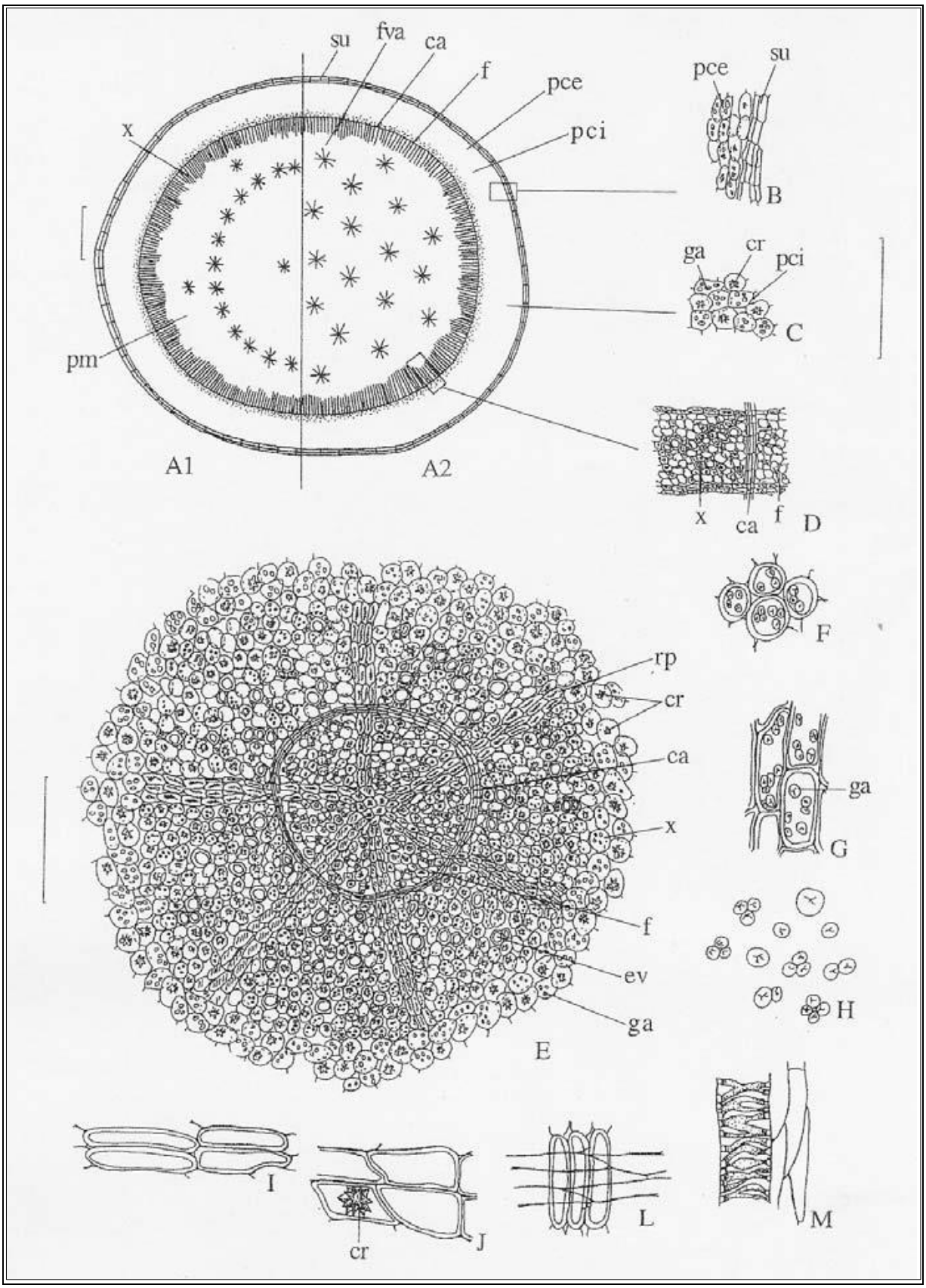



**Figura 1 - Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Rheum palmatum* L. (A1) e *Rheum officinale* Baill. (A2)**

_____

As escalas correspondem em **A**, **B**, **C**, **D** e **E** a 500 µm; em **F**, **G**, **H, I**, **J**, **L** e **M** a 100 µm.

**A1** e **A2** - esquemas parciais dos rizomas em secção transversal; câmbio (ca); floema (f); feixe vascular anômalo (fva); parênquima cortical externo (pce); parênquima cortical interno (pci); parênquima medular (pm); súber (su). **B -** detalhe de secção transversal da região externa do córtex do rizoma; parênquima cortical externo (pce); súber (su). **C -** detalhe de

secção transversal da região cortical; cristal (cr); grão de amido (ga); parênquima cortical interno (pci). **D -** detalhe da região vascular; câmbio (ca); floema (f); xilema (x). **E -** detalhe do sistema vascular anômalo em secção transversal; câmbio (ca); cristal (cr); elemento de vaso (ev); floema (f); grão de amido (ga); raio parenquimático (rp); xilema (x). **F -** detalhe de células parenquimáticas em secção transversal contendo grãos de amido. **G -** detalhe de células parenquimáticas em secção longitudinal; grão de amido (ga). **H -** detalhes de grãos de amido. **I -** detalhe de células do raio parenquimático, em secção transversal. **J -** detalhe de células parenquimáticas em secção transversal; cristal (cr). **L -** detalhe de células parenquimáticas radiais em secção transversal, associadas a outras células parenquimáticas em secção longitudinal radial. **M -** detalhe de elemento de vaso com espessamento reticulado e células parenquimáticas em secção longitudinal.

# SABUGUEIRO-DO-BRASIL, flor
## *Sambucus australis flos*

A droga vegetal consiste de flores secas de *Sambucus australis* Cham. & Schltdl., contendo, no mínimo, 2,0% de flavonoides totais, expressos em quercetina e, no mínimo, 0,8% de rutina.

CARACTERÍSTICAS

As flores secas têm odor leve e aromático característico.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Flores amareladas pela dessecação, pentâmeras ou tetrâmeras, estaminadas, com estames longos ou pistiladas, com estames curtos, medindo 7 a 10 mm de diâmetro, cada uma apresentando três diminutas brácteas verdes, distribuídas no pedicelo e/ou receptáculo em diferentes alturas, visíveis com lente de aumento. Brácteas papilosas com tricomas tectores e glandulares na porção basal da face adaxial. Botões florais globosos, esbranquiçados ou amarronzados, medindo 1 a 3 mm de diâmetro. Cálice com sépalas amarelo-esverdeadas, triangular-ovaladas, medindo 1 a 1,5 mm de comprimento e 1 mm de largura na porção basal, levemente soldadas entre si na base, com tricomas tectores e glandulares abundantes na porção basal da face adaxial e sem dentes marginais. Corola amarelada, rotada, com pétalas soldadas entre si na base em um curto tubo. Pétalas ovaladas a elípticas, de ápice retrorso, medindo 2,5 a 5 mm de comprimento e 1,5 a 3 mm de largura. Androceu formado por cinco ou quatro estames, dispostos alternadamente às pétalas, com filetes aderidos ao tubo da corola. Anteras ditecas, extrorsas, dorsifixas, oblongas, deiscentes nas flores estaminadas e indeiscentes nas flores pistiladas, de coloração amarela, com 1 mm de comprimento. Filetes glabros e cilíndricos, curtos nas flores pistiladas, com 1 a 2 mm de comprimento e longos nas flores estaminadas, com 3 a 4 mm de comprimento. Ovário ínfero, soldado ao tubo calicino, pentacarpelar ou tetracarpelar, raro tricarpelar, pentalocular ou tetralocular, raro trilocular, com carpelos bem demarcados, com um rudimento seminal por lóculo, de placentação axial. Gineceu globoso e papiloso, com um curto estilete e estigma pentalobado. Um disco anelado e proeminente envolve a base do gineceu.

**B.** Descrição microscópica

Brácteas, sépalas e pétalas são anfiestomáticas, hipoestomáticas e anfi-hipoestomáticas respectivamente; os estômatos são do tipo anomocítico; em vista frontal, a cutícula apresenta estrias; tricomas tectores e glandulares ocorrem na base da face adaxial; em secção transversal, a cutícula é estriada, a epiderme é uniestratificada e o mesofilo é homogêneo; gotas lipídicas esféricas ocorrem em todos os tecidos, exceto no xilema. Idioblastos de oxalato de cálcio ausentes. Nas pétalas ocorrem cinco, raro quatro nervuras paralelas, as secundárias partindo da principal, ramificadas ou não; a epiderme apresenta células papilosas, menos proeminentes nas regiões dos bordos; grãos de amido elipsoides estão presentes no mesofilo. O filete, em vista frontal, possui cutícula estriada. A antera, em secção transversal, possui epiderme papilosa, o tapete é uniestratificado e o endotécio é formado por duas a três camadas de células fibrosas, com pontoações evidentes. O grão de pólen é prolato, tricolporado, com 18 a 34 μm de diâmetro, com superfície reticulada. O gineceu é formado por cinco, quatro ou raro três carpelos e cada cavidade apresenta um rudimento seminal; em secção transversal, o tecido parenquimático da parede carpelar é compacto, formado por células ricas em cloroplastídios e gotas lipídicas; o parênquima mais interno é desprovido de cloroplastídios; as células epidérmicas do estigma são extremamente papilosas. Difere de *Sambucus nigra* por essa apresentar idioblastos de

aspecto enegrecido, contendo cristais de oxalato de cálcio em forma de areia cristalina visíveis nas brácteas, sépalas e pétalas, além de geralmente três carpelos no ovário.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para as flores dessa espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração amarelo-esverdeada; fragmentos de epiderme com cutícula estriada de sépalas ou de pétalas papilosas; fragmentos de epiderme com estômatos anomocíticos; células-guarda isoladas; fragmentos de epiderme com tricomas tectores, de diferentes tipos; raros tricomas tectores e glandulares isolados ou partes destes; porções de tecidos com gotas lipídicas; parte de elementos traqueais de espessamento helicoidal; fragmentos de epiderme da antera, extremamente papilosa; fragmentos da camada fibrosa da antera; numerosos grãos de pólen como os descritos; grãos de pólen isolados ou agrupados, ou associados a fragmentos de anteras e à epiderme de diversas peças; porções de estigma com epiderme papilosa; porções de brácteas; porções do bordo de sépalas, de pétalas e de brácteas.

**D.** Descrição macroscópica das impurezas

Os pedicelos da própria espécie são considerados estranhos; são esbranquiçados pela dessecação, longitudinalmente sulcados, medindo 1 a 6 mm de comprimento, com tricomas tectores e glandulares.

**E.** Descrição microscópica das impurezas

O pedicelo, em vista frontal, apresenta cutícula estriada, células epidérmicas retangulares, estômatos anomocíticos e na porção basal, tricomas tectores e glandulares; em secção transversal, apresenta proeminências e reentrâncias acentuadas, cutícula estriada, epiderme uniestratificada, seguida geralmente por uma camada de colênquima tabular, seguido por um parênquima com amplos espaços intercelulares; o sistema vascular é formado por até 12 feixes colaterais, dispostos em forma de anel; a região medular é preenchida por parênquima com células de paredes delgadas; cloroplastídios ocorrem nos parênquimas; grãos de amido e gotas lipídicas ocorrem em todos os tecidos.

**F.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

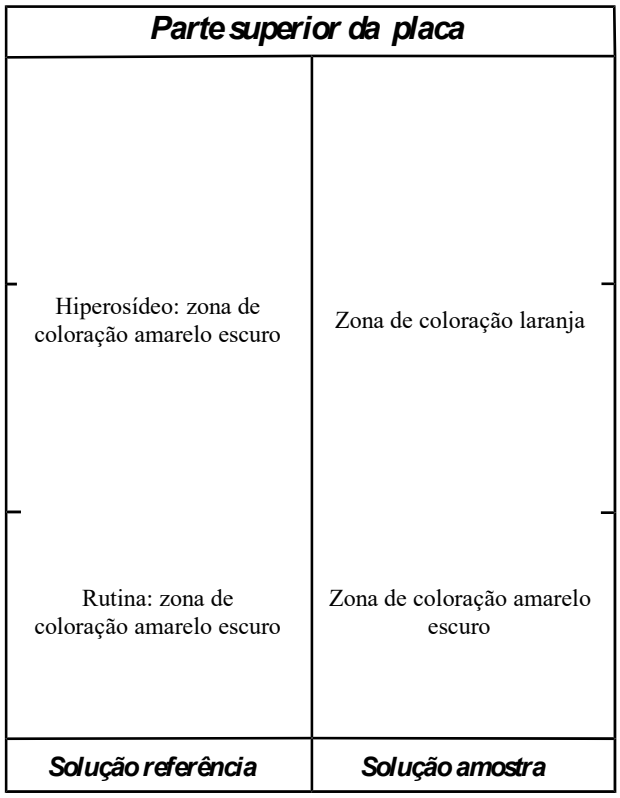
*Fase móvel*: acetato de etila, metiletilcetona, água, ácido fórmico anidro (50:30:10:10)

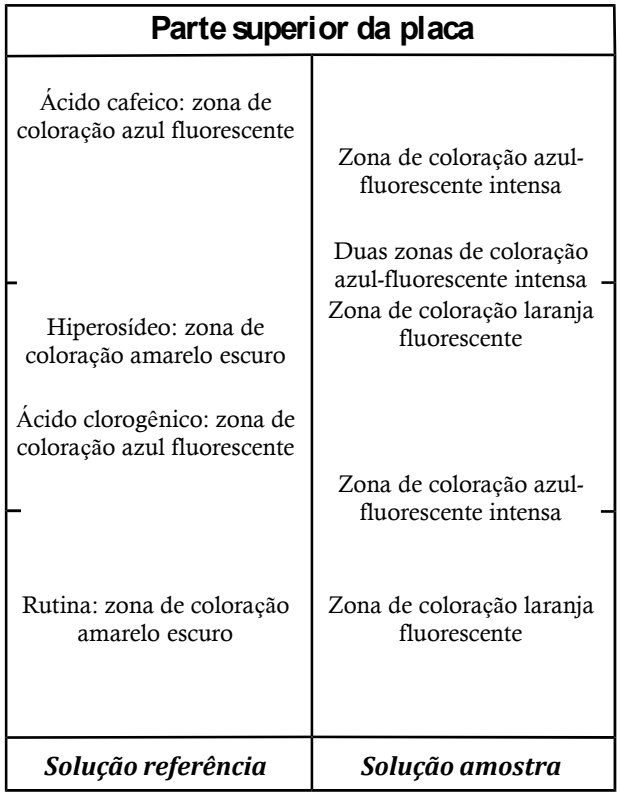
*Solução amostra*: transferir 0,5 g da amostra pulverizada (355 µm) **(5.2.11)** para um béquer e adicionar 5 mL de álcool metílico. Sonicar por 10 minutos. Centrifugar a 1000 × *g* por cinco minutos.

*Solução referência*: dissolver 1 mg de ácido cafeico, 1 mg de ácido clorogênico, 2,5 mg de hiperosídeo e 2,5 mg de rutina em 10 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na placa, separadamente, 4 µL da *Solução amostra* e 4 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma por 6 cm. Remover a placa e deixar secar ao ar. Aquecer em estufa a 100 °C por cinco minutos e nebulizar com uma solução de ácido difenilbórico aminoetil éster a 1g/L em acetato de etila, em seguida com uma solução de macrogol 400 a 5% em cloreto de metileno. Deixar secar por 30 minutos. Examinar sob a luz do dia e a seguir sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*, após exame sob a luz do dia e sob a luz ultravioleta em 365 nm, na ordem. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




**G.** Proceder conforme descrito em *Doseamento* para *Rutina*. O pico majoritário do cromatograma corresponde à rutina; observa-se um pico com tempo de retenção inferior com características de ácido

cafeoilquínico e três picos após a rutina, sendo que todos apresentam espectro de absorção no ultravioleta semelhante à rutina.

TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo, 8,0% de pedicelos grosseiros e outros materiais estranhos. No máximo, 15% da amostra com coloração alterada (enegrecida).

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico.* No máximo 10,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 9,5%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Flavonoides totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,1 g da droga pulverizada (800 µm) **(5.2.11)** e colocar em balão de fundo redondo de 100 mL. Acrescentar 0,25 mL de solução aquosa de metenamina a 0,5% (p/v), 10 mL de acetona e 0,5 mL de ácido clorídrico. Aquecer em banho-maria, sob refluxo, durante 30 minutos. Filtrar a mistura para balão volumétrico de 25 mL. Retomar o resíduo da droga e algodão ao mesmo balão de fundo redondo, adicionar 7 mL de acetona. Aquecer, sob refluxo, durante 10 minutos. Filtrar em algodão para o mesmo balão volumétrico de 25 mL. Repetir a operação, retornando o resíduo da droga e o algodão para o balão de fundo redondo, adicionar 7 mL de acetona e aquecer sob refluxo, durante 10 minutos. Filtrar para o mesmo balão volumétrico de 25 mL. Após resfriamento, à temperatura ambiente, completar o volume com acetona e homogeneizar. Para funil de separação, transferir 10 mL dessa solução, 10 mL de água e 10 mL de acetato de etila, extrair e repetir o processo por mais duas vezes, porém, utilizando 6 mL de acetato etila. Reunir as fases de acetato de etila, lavá-las em funil de separação com duas porções de 15 mL de água e transferi-las para balão volumétrico de 25 mL. Completar o volume com acetato de etila e homogeneizar.

*Solução amostra*: transferir 10 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, adicionar 1 mL de solução de cloreto de alumínio a 2% (p/v), completar o volume com solução de ácido acético a 5% (p/v) em álcool metílico e homogeneizar.

*Solução branco*: transferir 10 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com solução de ácido acético a 5% (p/v) em álcool metílico.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* em 425 nm 30 minutos após seu preparo, utilizando a *Solução branco* para o ajuste do zero. Calcular o teor de flavonoides totais, expressos como quercetina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TF = \frac{A \times 156{,}25}{m \times 500}$$

em que,

TF = teor de flavonoides totais, expressos em quercetina % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*;
156,25 = fator de diluição;
500 = coeficiente de absorção específica da quercetina; e
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

**Rutina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 356 nm; pré-coluna empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano; coluna de 150 mm de comprimento e 3,9 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (4 µm), mantida à temperatura ambiente; fluxo da *Fase móvel* de 0,7 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água, acetonitrila e ácido trifluoracético (95:5: 0,01).

*Eluente (B)*: acetonitrila e ácido trifluoracético (100:0,01).

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) %*** | ***Eluente (B) %*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 – 7 | 90 → 70 | 10 → 30 | gradiente linear |
| 7 – 8 | 70 → 0 | 30 → 100 | gradiente linear |
| 8 – 11 | 0 | 100 | isocrática |
| 11 – 12 | 0 → 90 | 100 → 10 | gradiente linear |
| 12 – 18 | 90 | 10 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,25 g da droga seca e pulverizada (800 µm) **(5.2.11)**, colocar em frasco de vidro e agitar por turbólise, velocidade 3, durante cinco minutos, com 5 mL de álcool etílico a 80% (v/v). Filtrar em papel de filtro, sob vácuo, para balão volumétrico de 5 mL, completar o volume com o mesmo solvente e homogeneizar. Diluir 50 µL em 0,95 mL de mistura de acetonitrila e água (1:9). Homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver 5 mg de rutina SQR em 10 mL de álcool metílico.

*Soluções para curva analítica*: diluir uma alíquota de 2,5 mL da *Solução referência* em balão volumétrico de 25 mL de modo a obter solução a 50 µg/mL. Diluir alíquotas de 1 mL, 1,5 mL, 2 mL, 2,5 mL, 3 mL, 3,5 mL, 4 mL e 4,5 mL em balão volumétrico de 5 mL, com álcool metílico, de modo a obter concentrações de 10 µg/mL, 15 µg/mL, 20 µg/mL, 25 µg/mL, 30 µg/mL, 35 µg/mL, 40 µg/mL e 45 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL das *Soluções para curva analítica* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção é de aproximadamente cinco minutos para a rutina. Calcular o teor de rutina na amostra a partir da equação da reta obtida com a curva analítica. O resultado é expresso pela média das determinações em gramas de rutina, em porcentagem, considerando a perda por dessecação.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

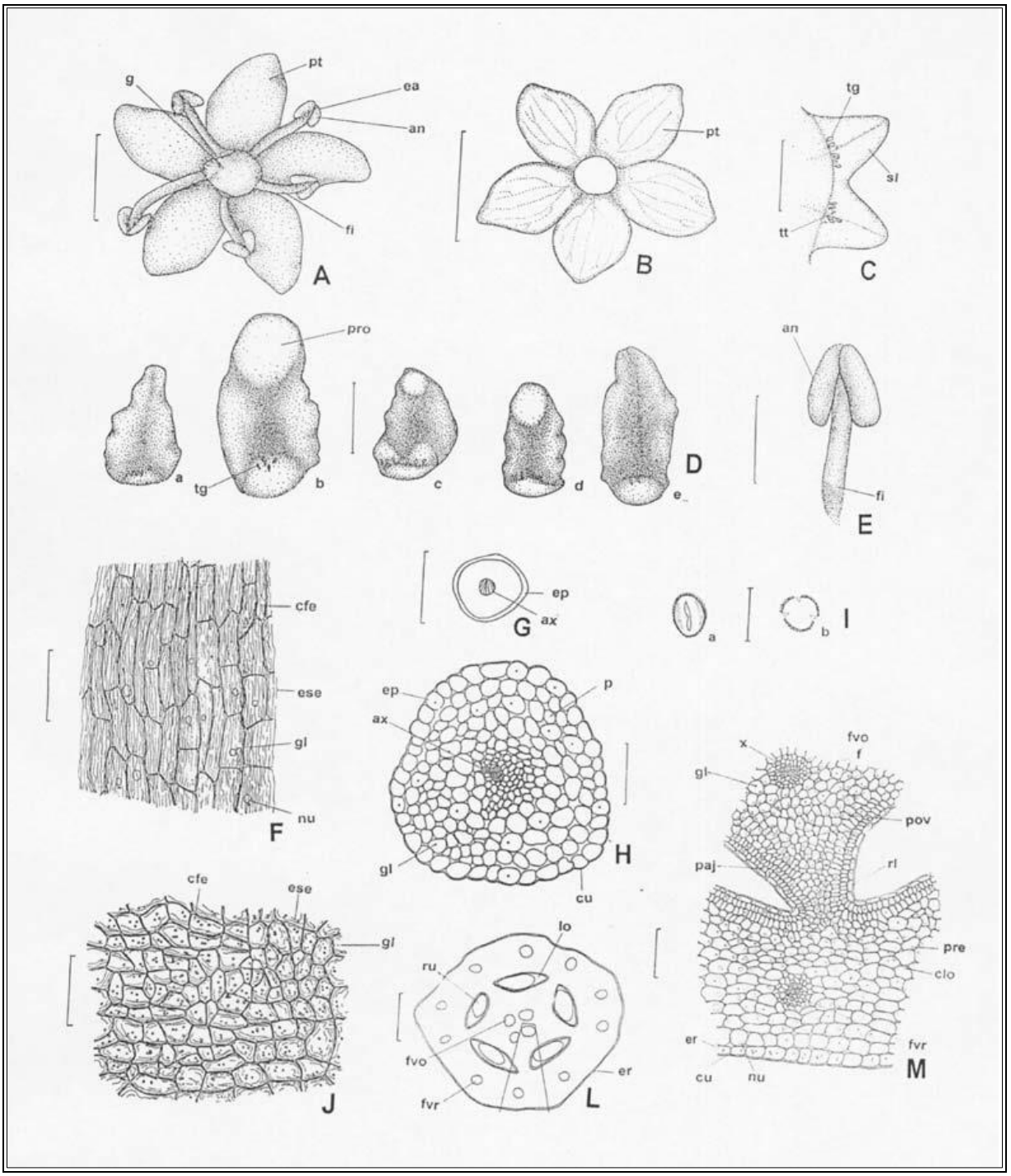



**Figura 1** – **Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Sambucus australis* Cham. & Schltdl.**

_____

As réguas correspondem em **A** e **E** a 2,5 mm; em **B** a 5 mm; em **C** e **D** a 1,0 mm; em **F**, **H**, **J** e **M** a 100 µm; em **G** e **L** a 400 µm; em **I** a 30 µm.

**A** – aspecto geral da flor estaminada, em vista frontal: antera (an); estame (ea); filete (fi); gineceu (g); pétala (pt). **B** – aspecto geral da corola desprendida, em vista frontal: pétala (pt). **C** – aspecto geral de parte do cálice, mostrando a face adaxial de duas sépalas, em vista frontal: sépala (sl); tricoma glandular (tg); tricoma tector (tt). **D** – aspecto geral da face adaxial de brácteas, em vista frontal, evidenciando suas distintas formas: bráctea triangular (a); brácteas elípticas (b, c); brácteas oblongas (d, e); proeminência apical (pro); tricoma glandular (tg). **E** – aspecto geral do estame em posição lateral:

antera (an); filete (fi). **F** – detalhe de porção da epiderme do filete, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe); estrias epicuticulares (ese); gota lipídica (gl); núcleo (nu). **G** – esquema geral do filete, em secção transversal: epiderme (ep); agrupamento xilemático (ax). **H** – detalhe do filete em secção transversal: agrupamento xilemático (ax); cutícula estriada (cu); epiderme (ep); gota lipídica (gl); parênquima (p). **I** – esquema geral grão de pólen: vista polar (a); vista equatorial (b). **J** – detalhe de porção da epiderme de receptáculo, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe); estrias epicuticulares (ese); gota lipídica (gl). **L** – esquema geral do receptáculo e do ovário, em secção transversal: epiderme do receptáculo (er); feixe vascular do ovário (fvo); feixe vascular do receptáculo (fvr); lóculo (lo); rudimento seminal (ru). **M** – detalhe de porção do receptáculo e do ovário, em secção transversal, conforme destacado em **L**: cutícula estriada (cu); cloroplastídio (clo); epiderme do receptáculo (er); feixe vascular do ovário (fvo); feixe vascular do receptáculo (fvr); gota lipídica (gl); núcleo (nu); parênquima de células justapostas (paj); parênquima do ovário (pvo); parênquima do receptáculo (pre); revestimento do lóculo (rl); xilema (x).

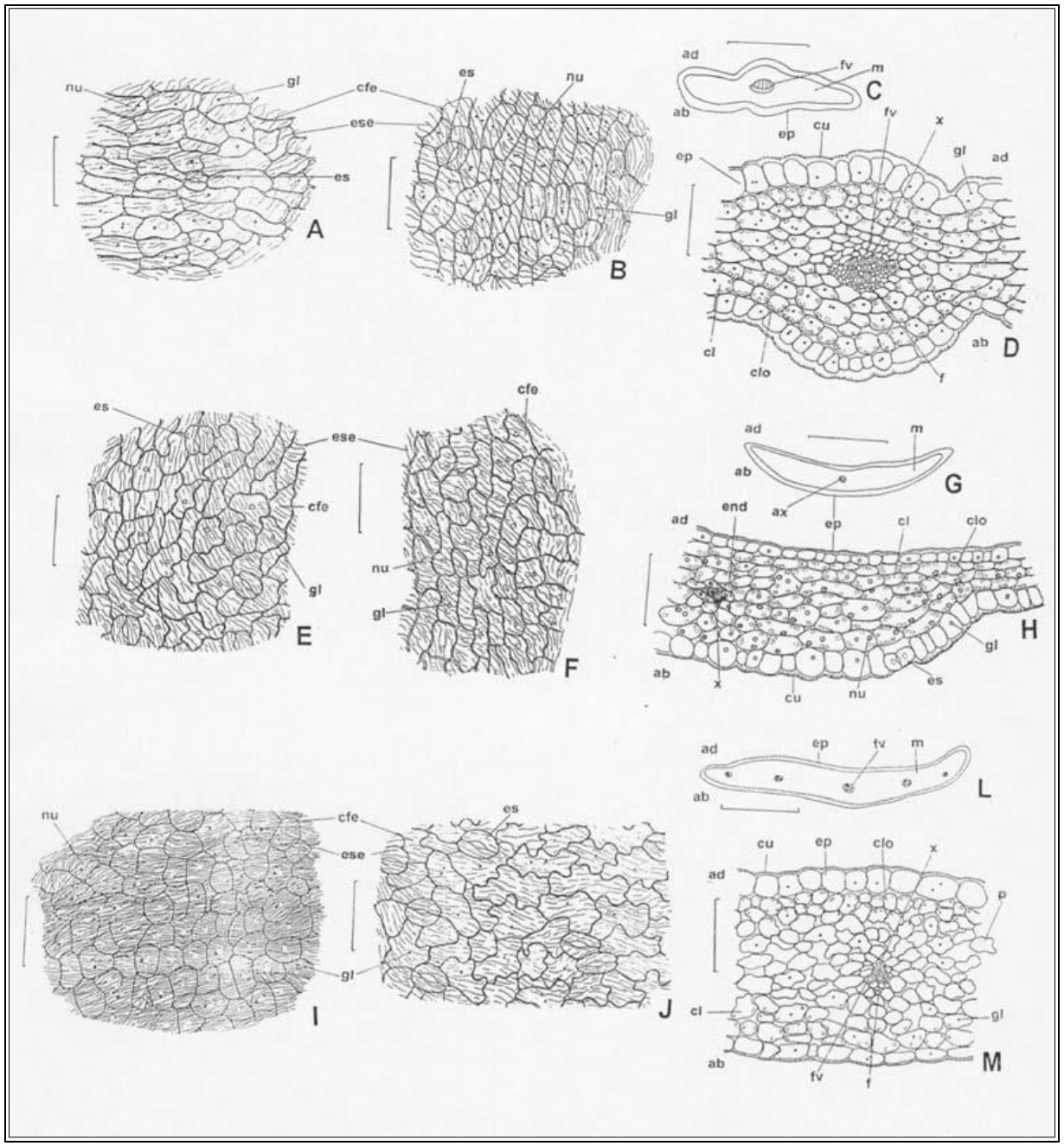



**Figura 2 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Sambucus australis* Cham. & Schltdl.**

---

As réguas correspondem em **A**, **B**, **D**, **E**, **F**, **H**, **I**, **J** e **M** a 100 µm; em **C** e **G** a 400 µm; em **L** a 800 µm.
**A** – detalhe de porção da face adaxial da epiderme da bráctea, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es); estrias epicuticulares (ese); gota lipídica (gl); núcleo (nu). **B** – detalhe de porção da face abaxial da epiderme da bráctea, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es); estrias epicuticulares (ese); gota lipídica (gl); núcleo (nu). **C** – esquema geral da bráctea, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); epiderme (ep);

feixe vascular (fv); mesofilo (m). **D** – detalhe da região da nervura principal da bráctea, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); clorênquima (cl); cloroplastídio (clo); cutícula estriada (cu); epiderme (ep); floema (f); feixe vascular (fv); gota lipídica (gl); xilema (x). **E** – detalhe de porção da face adaxial da epiderme da sépala, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe); estrias epicuticulares (ese); gota lipídica (gl); núcleo (nu). **F** – detalhe de porção da face abaxial da epiderme da sépala, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es); estrias epicuticulares (ese); gota lipídica (gl); núcleo (nu). **G** – esquema geral da sépala, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); agrupamento xilemático (ax); epiderme (ep); mesofilo (m). **H** – detalhe de porção da sépala, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); clorênquima (cl); cloroplastídio (clo); cutícula estriada (cu); endoderme (end); epiderme (ep); estômato (es); gota lipídica (gl); núcleo (nu); xilema (x). **I** – detalhe de porção da face adaxial da epiderme da pétala, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe); estrias epicuticulares (ese); gota lipídica (gl); núcleo (nu). **J** – detalhe de porção da face abaxial da epiderme da pétala, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es); estrias epicuticulares (ese); gota lipídica (gl). **L** – esquema geral da pétala, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); epiderme (ep); feixe vascular (fv); mesofilo (m). **M** – detalhe de porção da pétala, na região da nervura principal, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); clorênquima (cl); cloroplastídio (clo); cutícula estriada (cu); epiderme (ep); floema (f); feixe vascular (fv); gota lipídica (gl); parênquima (p); xilema (x).

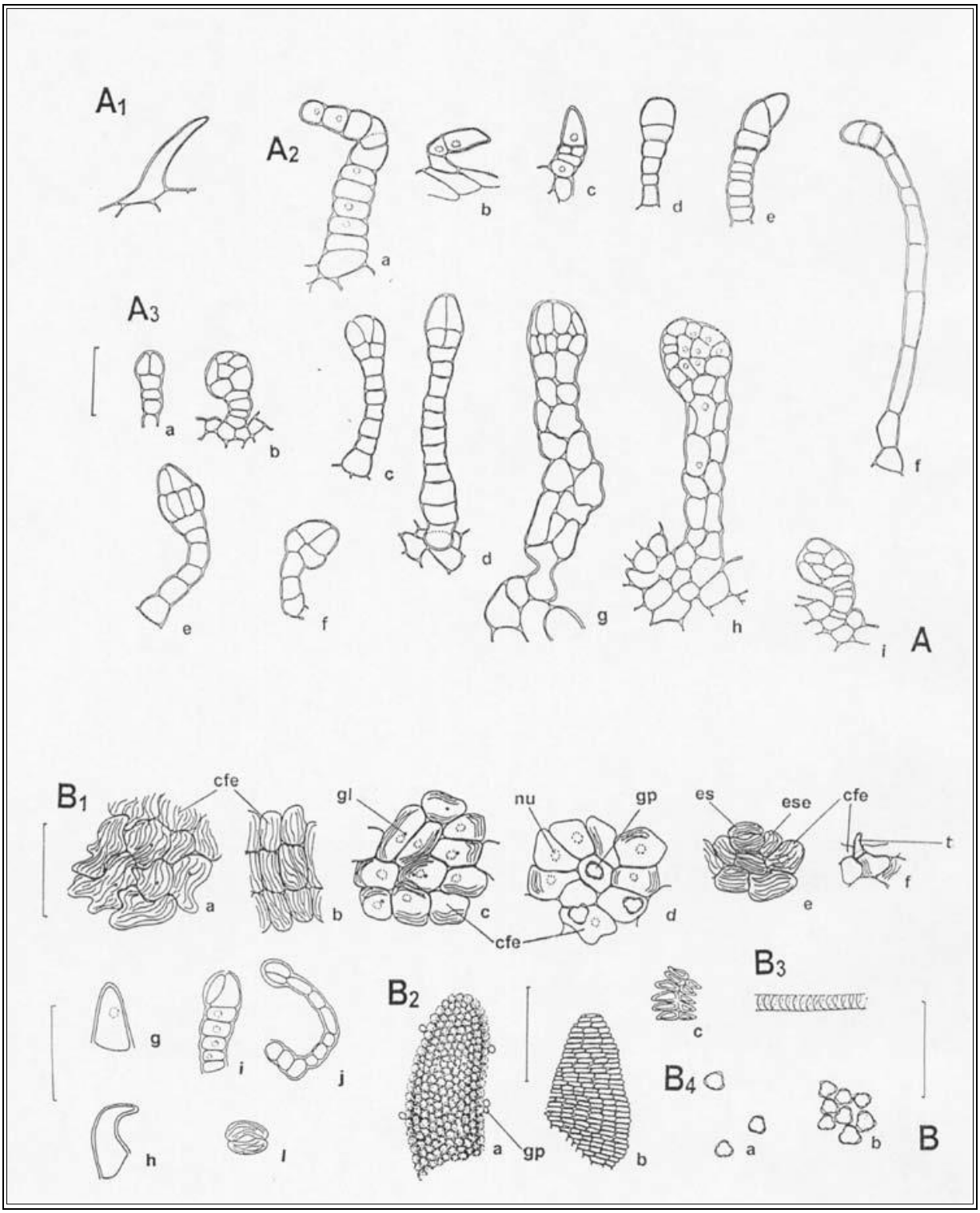



**Figura 3 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Sambucus australis* Cham. & Schltdl.**

---

As réguas correspondem em **A**, **B1**, **B2 c** e em **B3** a **B5** a 100 µm; em **B2 a** e **b** a 400 µm.

**A** – detalhe de tricomas ocorrentes em brácteas, sépalas e pétalas: **A1** = tricoma tector unicelular; **A2** = tricomas tectores pluricelulares; **A3** = tricomas glandulares. **B** – detalhes do pó. **B1** = porções de epiderme (a, b, c, d, e, f, g, h, i, j, l): fragmentos de epiderme em vista frontal (a, b, c, d, e) e em vista lateral (f), porções de tricomas tectores (g, h), porções de tricomas glandulares com cabeça pluricelular (i, j), células-guarda isoladas (l); célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es); estrias epicuticulares (ese); gota lipídica (gl); grão de pólen (gp); núcleo (nu); tricoma tector (tt). **B2** = fragmentos da antera: porção convexa (a), porção côncava (b), fragmento da camada fibrosa de antera (c); grão de pólen (gp). **B3** = porção de elemento traqueal com espessamento helicoidal. **B4** = grãos de pólen: isolados (a), agrupados (b).

# SABUGUEIRO, flor
## *Sambucus nigra flos*

A droga vegetal consiste de flores secas de *Sambucus nigra* L., contendo, no mínimo, 1,5% de flavonoides totais, expressos em quercetina e, no mínimo, 1,0% de rutina.

CARACTERÍSTICAS

As flores secas têm odor fraco e aromático característico.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Flores amareladas pela dessecação, pentâmeras ou tetrâmeras, hermafroditas, medindo 3 a 5 mm de diâmetro, cada uma apresentando até três diminutas brácteas verdes, distribuídas no pedicelo, receptáculo e/ou base do cálice, em diferentes alturas, visíveis com lente de aumento. Brácteas pouco papilosas, com tricomas tectores e glandulares na face adaxial, com dentes marginais unicelulares. Botões florais globosos, esbranquiçados ou amarronzados, medindo 1,5 a 3 mm de diâmetro. Cálice com sépalas esbranquiçado-amareladas, esverdeadas ou amarronzadas, triangulares, medindo 0,5 a 1,2 mm de comprimento e 0,5 a 0,7 mm de largura na porção basal, levemente soldadas entre si na base e com dentes marginais unicelulares. Corola amarelada, rotada, com pétalas soldadas entre si na base em um curto tubo. Pétalas ovaladas a elípticas, de ápice retrorso, medindo 2 a 3,5 mm de comprimento e 2 a 3 mm de largura. Androceu formado por cinco ou quatro estames, dispostos alternadamente às pétalas, com filetes aderidos ao tubo da corola. Anteras ditecas, extrorsas, dorsifixas, oblongas, deiscentes, de coloração amarela, com 1 mm de comprimento. Filetes glabros e cilíndricos, de 1 a 1,5 mm de comprimento. Ovário ínfero, soldado ao tubo calicino, tricarpelar, raro tetracarpelar, trilocular, raro tetralocular, com carpelos bem demarcados, com um rudimento seminal por lóculo, de placentação axial. Gineceu globoso e papiloso, com um curto estilete e estigma trilobado. Um disco anelado e proeminente envolve a base do gineceu.

**B.** Descrição microscópica

Brácteas, sépalas e pétalas são hipoestomáticas, anfiestomáticas e anfi-hipoestomáticas respectivamente; os estômatos são do tipo anomocítico; em vista frontal, a cutícula apresenta estrias; tricomas tectores e glandulares ocorrem principalmente na base da face adaxial; em secção transversal, a cutícula é estriada, a epiderme é uniestratificada e o mesofilo é homogêneo; gotas lipídicas esféricas ocorrem em todos os tecidos, exceto no xilema. Idioblastos de aspecto enegrecido, contendo cristais de oxalato de cálcio em forma de areia cristalina são visíveis nas três peças. Nas pétalas ocorrem três, raro quatro nervuras paralelas, as secundárias partindo da principal, ramificadas ou não; a epiderme apresenta células papilosas, menos proeminentes nas regiões dos bordos; grãos de amido elipsoides estão presentes no mesofilo. O filete, em vista frontal, possui cutícula estriada. A antera, em secção transversal, possui epiderme papilosa, o tapete é uniestratificado e o endotécio é formado por duas a três camadas de células fibrosas, com pontoações evidentes. O grão de pólen é prolato, tricolporado, com 15 a 25 μm de diâmetro, com superfície reticulada. O gineceu é formado por três, raro quatro carpelos e cada cavidade apresenta um rudimento seminal; em secção transversal, o tecido parenquimático da parede carpelar é compacto, formado por células ricas em cloroplastídios e gotas lipídicas; o parênquima mais interno é desprovido de cloroplastídios; as células epidérmicas do estigma são extremamente papilosas. Difere de *Sambucus australis* por essa não apresentar idioblastos contendo cristais de oxalato de cálcio nas brácteas, sépalas e pétalas, além de geralmente cinco carpelos no ovário.

**C.** Descrição macroscópica das impurezas

Os pedicelos da própria espécie são considerados matéria estranha; são esbranquiçados pela dessecação, longitudinalmente sulcados, medindo 1 a 7 mm de comprimento, com tricomas tectores e glandulares.

**D.** Descrição microscópica das impurezas

O pedicelo, em vista frontal, apresenta cutícula estriada, células epidérmicas retangulares, estômatos anomocíticos e na porção basal, tricomas tectores e glandulares; em secção transversal, apresenta proeminências e reentrâncias acentuadas, cutícula estriada, epiderme uniestratificada, com células de forma tabular e paredes periclinais internas espessas; na região cortical ocorre uma a seis camadas de colênquima tabular, seguido por um parênquima com amplos espaços intercelulares; o sistema vascular é formado por até 16 feixes colaterais, dispostos em forma de anel; a região medular é preenchida por parênquima com células de paredes delgadas; cloroplastídios ocorrem nos parênquimas; gotas lipídicas ocorrem na epiderme e no parênquima cortical; grãos de amido são observados na endoderme e no floema.

**E.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para as flores dessa espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração amarelo-esverdeada; fragmentos de sépalas com dentes marginais unicelulares isolados; fragmentos de epiderme de sépalas e de pétalas papilosas e com cutícula estriada; fragmentos de epiderme com estômatos anomocíticos; células-guarda isoladas; fragmentos de epiderme com tricomas tectores de diferentes tipos; raros tricomas tectores e glandulares isolados ou partes desses; fragmentos de parênquima; porções de tecidos com gotas lipídicas; parte de elementos traqueais de espessamento helicoidal; fragmentos da epiderme de antera, extremamente papilosa; fragmentos da camada fibrosa de antera; numerosos grãos de pólen como descritos; grãos de pólen isolados ou agrupados, ou associados a fragmentos de anteras e de epiderme de diversas peças; porções de estigma com epiderme papilosa; porções de brácteas; porções do bordo de sépalas, de pétalas e de brácteas.

**F.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

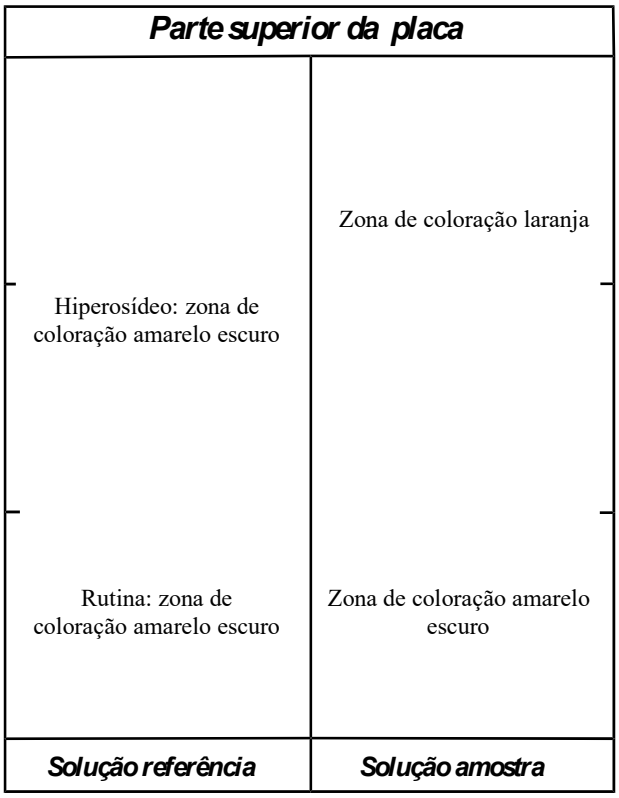
*Fase móvel*: acetato de etila, metiletilcetona, água, ácido fórmico anidro (50:30:10:10).

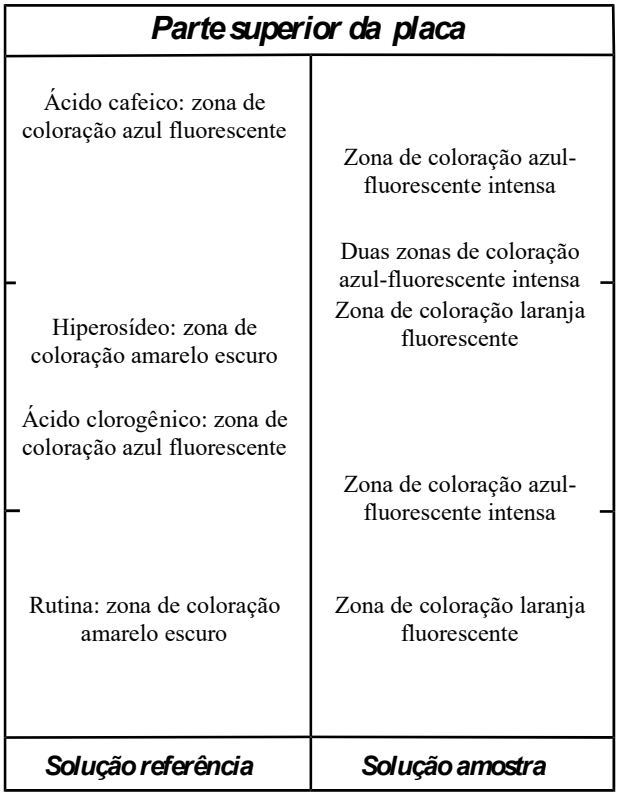
*Solução amostra*: transferir 0,5 g da amostra pulverizada (355 µm) **5.2.11)** para um béquer e adicionar 5 mL de álcool metílico. Sonicar por 10 minutos. Centrifugar a 1000 × *g* por cinco minutos.

*Solução referência*: dissolver 1 mg de ácido cafeico, 1 mg de ácido clorogênico, 2,5 mg de hiperosídeo e 2,5 mg de rutina em 10 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na placa, separadamente, 4 µL da *Solução amostra* e 4 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma por 6 cm. Remover a placa e deixar secar ao ar. Aquecer em estufa a 100 °C por cinco minutos e nebulizar com uma solução de ácido difenilbórico aminoetil éster a 1g/L em acetato de etila, em seguida com uma solução de macrogol 400 a 5% em cloreto de metileno. Deixar secar por 30 minutos. Examinar sob a luz do dia e a seguir sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*, após exame sob a luz do dia e sob a luz ultravioleta em 365 nm, na ordem. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




**G.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar o sistema descrito em *Doseamento* para *Rutina*. O pico majoritário do cromatograma corresponde à rutina; observa-se um pico em tempo de retenção inferior com características de ácido cafeoilquínico

e quatro picos após a rutina, sendo que os dois imediatamente após têm espectro de absorção no ultravioleta semelhante à rutina e, os dois seguintes, com espectro de absorção característica de ácido cafeoilquínico.

TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo, 8,0% de pedicelos grosseiros e outros materiais estranhos, e, no máximo, 15% da amostra com cor alterada (enegrecida).

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico.* No máximo 11,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 9,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Flavonoides totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,1 g da droga pulverizada (800 µm) **(5.2.11)** e colocar em balão de fundo redondo de 100 mL. Acrescentar 0,25 mL de solução aquosa de metenamina 0,5% (v/v), 10 mL de acetona e 0,5 mL de ácido clorídrico. Aquecer em banho-maria, sob refluxo, durante 30 minutos. Filtrar a mistura em algodão para balão volumétrico de 25 mL. Retornar o resíduo da droga e algodão ao mesmo balão de fundo redondo, adicionar 7 mL de acetona. Aquecer, sob refluxo, durante 10 minutos. Filtrar em algodão para o mesmo balão volumétrico de 25 mL. Repetir a operação retornando novamente o resíduo da droga e o algodão para o balão de fundo redondo, adicionar 7 mL de acetona e aquecer, sob refluxo, durante 10 minutos. Filtrar para o mesmo balão de 25 mL. Após resfriamento à temperatura ambiente, completar o volume com acetona e homogeneizar. Em funil de separação, adicionar 10 mL dessa solução, 10 mL de água e, a seguir, extrair com 10 mL de acetato de etila. Repetir a extração mais duas vezes, com porções de 6 mL de acetato etila cada uma. Reunir as fases de acetato de etila, em funil de separação, e lavá-las com duas porções de 15 mL de água. Transferir, a fase orgânica, a seguir, para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com acetato de etila e homogeneizar.

*Solução amostra*: transferir 10 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, adicionar 1 mL de cloreto de alumínio a 2% (p/v) em álcool metílico, completar o volume com solução de ácido acético a 5% (p/v) em álcool metílico e homogeneizar.

*Solução branco*: transferir 10 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de ácido acético a 5% (p/v) em álcool metílico e homogeneizar.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* em 425 nm 30 minutos após o seu preparo, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular o teor de flavonoides totais, expressos como quercetina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TF = \frac{A \times 156{,}25}{m \times 500}$$

em que,

TF = teor de flavonoides totais, expressos em quercetina % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*;
156,25 = fator de diluição;
500 = coeficiente de absorção específica da quercetina;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

**Rutina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 356 nm; pré-coluna empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (3 a 10 µm), coluna de 150 mm de comprimento e 3,9 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (4 µm), mantida a temperatura ambiente; fluxo da *Fase móvel* de 0,7 mL/ minuto.

*Eluente (A)*: água, acetonitrila e ácido trifluoracético (95:5: 0,01).

*Eluente (B)*: acetonitrila e ácido trifluoracético (100:0,01).

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) %*** | ***Eluente (B) %*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 – 7 | 90 → 70 | 10 → 30 | gradiente linear |
| 7 – 8 | 70 → 0 | 30 → 100 | gradiente linear |
| 8 – 11 | 0 | 100 | isocrática |
| 11 – 12 | 0 → 90 | 100 → 10 | gradiente linear |
| 12 – 18 | 90 | 10 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,25 g da droga seca e pulverizada (800 µm) **(5.2.11)** e colocar em frasco de vidro. Agitar, por turbólise, velocidade 3, durante cinco minutos com 5 mL de álcool etílico a 80% (v/v). Filtrar em papel de filtro, sob vácuo, para balão volumétrico de 5 mL, completar o volume com o mesmo solvente e homogeneizar. Diluir 50 µL em 950 µL de mistura de acetonitrila e água (1:9) e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver 5 mg de rutina SQR em 10 mL de álcool metílico.

*Soluções para curva analítica:* diluir uma alíquota de 2,5 mL da *Solução referência,* em balão volumétrico de 25 mL, de modo a obter solução a 50 µg/mL. Diluir alíquotas de 1 mL, 1,5 mL, 2 mL, 2,5 mL, 3 mL, 3,5 mL, 4 mL e 4,5 mL, em balões volumétricos de 5 mL, com álcool metílico, de modo a obter concentrações de 10 µg/mL, 15 µg/mL, 20 µg/mL, 25 µg/mL, 30 µg/mL, 35 µg/mL, 40 µg/mL e 45 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL das *Soluções para curva analítica* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção é de aproximadamente cinco minutos para o rutina. Calcular o teor de rutina na amostra a partir da equação

da reta obtida com a curva analítica. O resultado é expresso pela média das determinações em gramas de rutina, em porcentagem, considerando a perda por dessecação.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

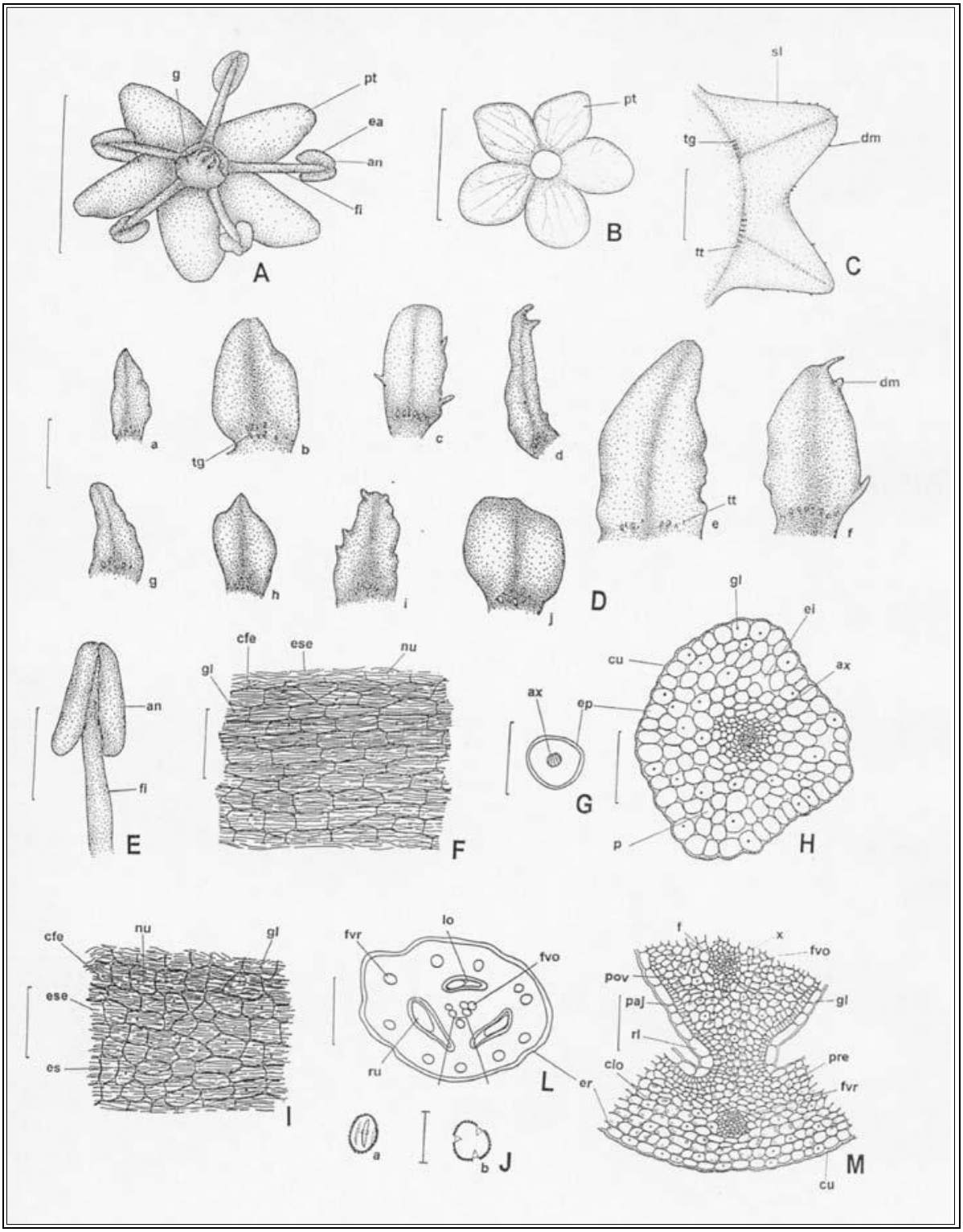



**Figura 1 - Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Sambucus nigra* L.**

As réguas correspondem em **A** a 3,0 mm; em **B** e **E** a 5,0 mm; em **C** a 1,0 mm; em **D** e **G** a 0,4 mm; em **F**, **H**, **I** e **M** a 100 µm; em **J** a 30 µm; em **L** a 400 µm.

**A** - aspecto geral da flor, em vista frontal; antera (an); estame (ea); filete (fi ); gineceu (g); pétala (pt). **B** - aspecto geral da corola desprendida, em vista frontal; pétala (pt). **C** - aspecto geral de parte do cálice, em vista frontal; dente marginal (dm); sépala (sl); tricoma glandular (tg); tricoma tector (tt). **D** - aspecto geral da face adaxial de brácteas, em vista frontal, evidenciando suas distintas formas: (a, b, e, f, i) brácteas elípticas; (c) bráctea oblonga; (d) bráctea laminar; (g) bráctea triangular; (h, j) brácteas obovado-elípticas; (dm) dente marginal; (tg) tricoma glandular; (tt) tricoma tector. **E** – aspecto geral do estame em posição lateral; (na) antera; (fi ) filete. **F** - detalhe de porção da epiderme do filete, em vista frontal; célula fundamental da epiderme (cfe); estrias epicuticulares (esse); gota lipídica (gl); núcleo (nu). **G** - esquema geral do filete, em secção transversal; agrupamento xilemático (ax); epiderme (ep). **H** - detalhe do filete em secção transversal; agrupamento xilemático (ax); cutícula estriada (cu); espaço intercelular (ei); epiderme (ep); gota lipídica (gl); parênquima (p). **I** - detalhe de porção da epiderme do receptáculo, em vista frontal; célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es); estrias epicuticulares (esse); gota lipídica (gl); núcleo (nu). **J** - esquema geral do grão de pólen; a: vista polar; b: vista equatorial. **L** – esquema geral do receptáculo e do ovário em secção transversal; epiderme do receptáculo (er); feixe vascular do ovário (fvo); feixe vascular do receptáculo (fvr); lóculo (lo); rudimento seminal (ru). **M** - detalhe de porção do receptáculo e do ovário, em secção transversal, conforme destacado em L; cloroplastídios (clo); cutícula estriada (cu); epiderme do receptáculo (er); floema (f); feixe vascular do ovário (fvo); feixe vascular do receptáculo (fvr); gota lipídica (gl); parênquima de células justapostas (paj); parênquima do ovário (pvo); parênquima do receptáculo (pre); revestimento do lóculo (rl); xilema (x).

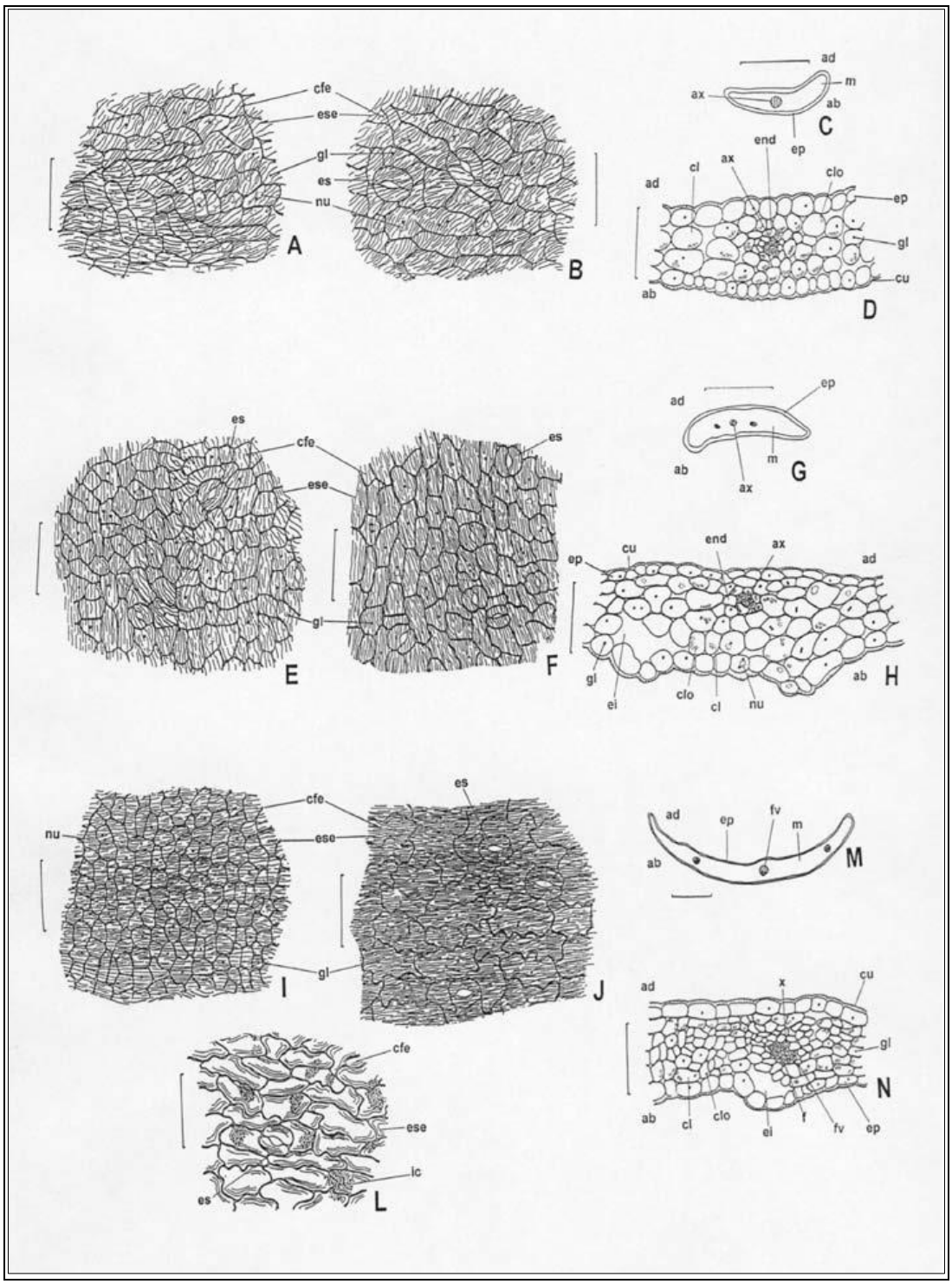



**Figura 2 - Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Sambucus nigra* L.**

As réguas correspondem em **A**, **B**, **D**, **E**, **F**, **H**, **I-L** e **N** a 100 µm; em **C**, **G** e **M** 0,4 mm.

**A** - detalhe de porção da face adaxial da epiderme da bráctea, em vista frontal; célula fundamental da epiderme (cfe); estrias epicuticulares (esse); gota lipídica (gl); núcleo (nu). **B -** detalhe de porção da face abaxial da epiderme da bráctea, em vista frontal; célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es); estrias epicuticulares (ese); gota lipídica (gl); núcleo (nu). **C** - esquema geral da bráctea, em secção transversal; face abaxial (ab); face adaxial (ad); agrupamento xilemático (ax); epiderme (ep); mesofilo (m). **D** - detalhe da região da nervura principal da bráctea, em secção transversal; face abaxial (ab); face adaxial (ad); agrupamento xilemático (ax); clorênquima (cl); cloroplastídio (clo); cutícula (cu); endoderme (end); epiderme (ep); gota lipídica (gl). **E -** detalhe de porção da face adaxial da epiderme da sépala, em vista frontal; célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es); estrias epicuticulares (ese); gota lipídica (gl). **F** - detalhe de porção da face abaxial da epiderme da sépala, em vista frontal; célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es); estrias epicuticulares (ese); gota lipídica (gl). **G** - esquema geral da sépala, em secção transversal; face abaxial (ab); face adaxial (ad); agrupamento xilemático (ax); epiderme (ep); mesofilo (m). **H -** detalhe de porção da sépala na região da

nervura principal, em secção transversal; face abaxial (ab); face adaxial (ad); agrupamento xilemático (ax); clorênquima (cl); cloroplastídio (clo); cutícula estriada (cu); espaço intercelular (ei); endoderme (end); epiderme (ep); gota lipídica (gl); núcleo (nu). **I** - detalhe de porção da face adaxial da epiderme da pétala, em vista frontal; célula fundamental da epiderme (cfe); estrias epicuticulares (ese); gota lipídica (gl); núcleo (nu). **J** - detalhe de porção da face abaxial da epiderme da pétala, em vista frontal; célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es); estrias epicuticulares (ese); gota lipídica (gl). **L -** detalhe de porção da face abaxial da epiderme da pétala, em vista frontal; célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es); estrias epicuticulares (ese); idioblasto cristalífero (ic). **M -** esquema geral da pétala, em secção transversal; face abaxial (ab); face adaxial (ad); epiderme (ep); feixe vascular (fv); mesofilo (m). **N** – detalhe de porção da pétala, na região da nervura principal, em secção transversal; face abaxial (ab); face adaxial (ad); clorênquima (cl); cloroplastídio (clo); cutícula estriada (cu); espaço intercelular (ei); epiderme (ep); floema (f); feixe vascular (fv); gota lipídica (gl); xilema (x).

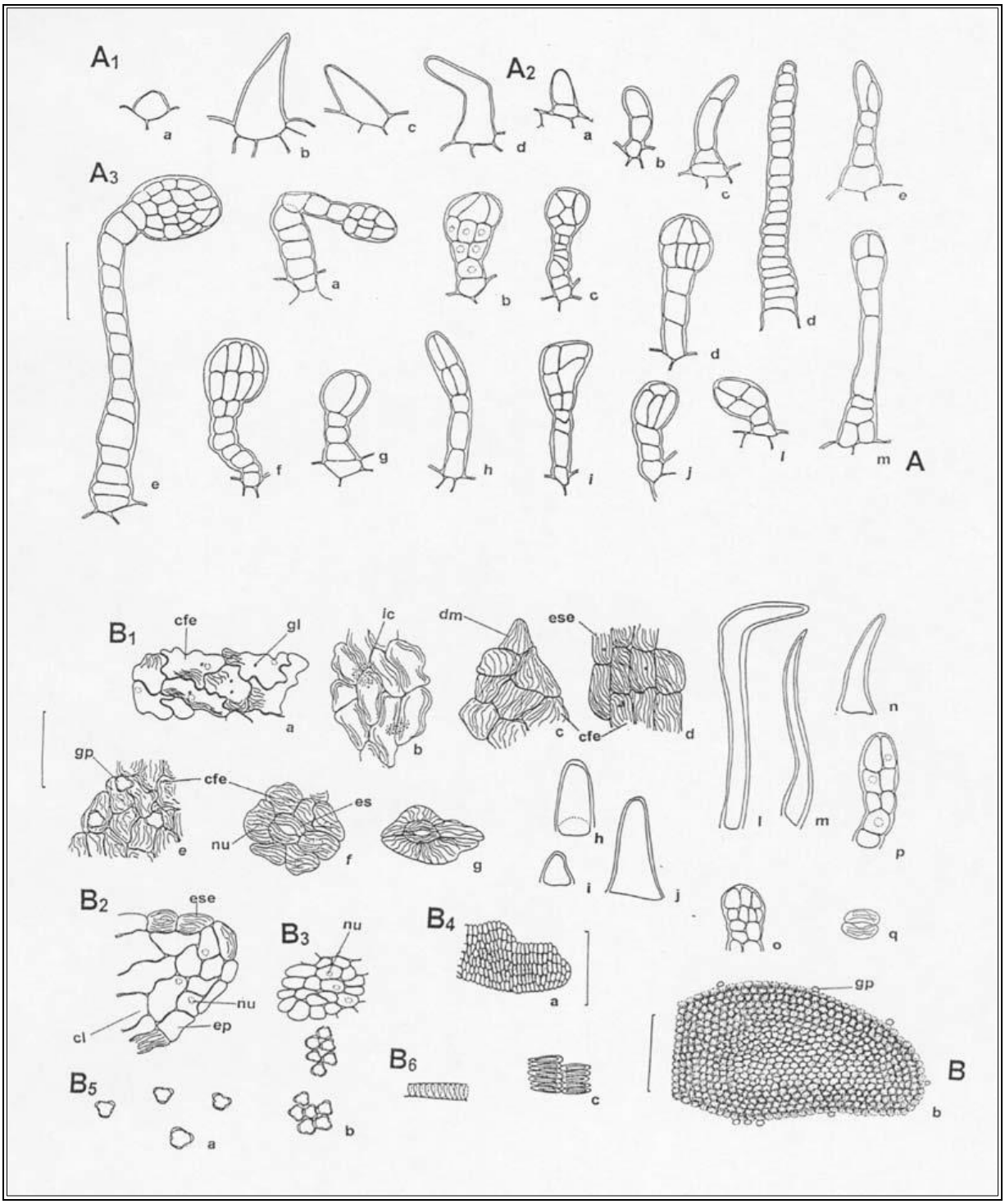



**Figura 3 - Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Sambucus nigra* L.**

As réguas correspondem em **A** e **B (B1 - B3, B4c-B6)** a 100 µm; em **B (B4a e b)** a 400 µm.

**A** - detalhe de tricomas ocorrentes em brácteas, sépalas e pétalas; **$A_1$**. tricomas tectores unicelulares; **$A_2$**. tricomas tectores pluricelulares; **$A_3$**. Tricomas glandulares. **B** - detalhes do pó. **$B_1$**. (a-q): porções de epiderme; (a-g): fragmentos de epiderme, em vista frontal; célula fundamental da epiderme (cfe); dente marginal (dm); estômato (es); estrias epicuticulares (ese); gota lipídica (gl); grão de pólen (gp); idioblasto cristalífero (ic); núcleo (nu); (h-j) porções de tricomas tectores unicelulares; (l-n) porções de dentes marginais; (o-p) porções de tricomas glandulares com cabeça pluricelular; (q) células-guarda isoladas; **$B_2$**. porção de bordo da pétala; epiderme (ep); estrias epicuticulares (ese); clorênquima (cl); núcleo (nu); **$B_3$**. fragmento de parênquima; núcleo (nu); **$B_4$**. fragmentos de antera; (a) porção côncava; (b) porção convexa; (c) fragmento da camada fibrosa da antera; grão de pólen (gp); **$B_5$**. grãos de pólen; (a) isolados; (b) agrupados; **$B_6$**. porção de elemento traqueal com espessamento parietal helicoidal.

# SALGUEIRO-BRANCO, casca
## *Salicis cortex*

A droga vegetal consiste de cascas secas inteiras ou fragmentadas dos ramos jovens de *Salix alba* L., contendo, no mínimo, 1,5% de derivados de salicina expressos em salicina ($C_{13}H_{18}O_7$, 286, 28).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

A casca, obtida de ramos com dois a três anos, apresenta-se em fragmentos irregulares coriáceos, flexíveis, alongados e levemente acanalados, de comprimento, largura e espessura variados. A superfície externa é reluzente-lustrosa, lisa ou estriada longitudinalmente nas cascas jovens, castanho-escura. A superfície interna é finamente estriada longitudinalmente, fibrosa, parda. A fratura é curta na porção exterior e fibrosa na porção interior.

**B.** Descrição microscópica

Em vista frontal, as células do súber são geralmente poligonais e de paredes retilíneas, com coloração castanho-escura, às vezes amarelada. Em secção transversal, o córtex possui cutícula extremamente espessa e a porção externa da casca é variável: 1) primeira camada epidérmica uniestratificada, com células quadrangulares pequenas, de paredes espessas, seguida por cinco a seis camadas de colênquima tabular, de células alongadas, dispostas tangencialmente e contendo cloroplastídios, seguido por parênquima com células de variadas formas e de paredes espessas; ou 2) camada epidérmica externa, com as mesmas características da descrita anteriormente, seguida pelo colênquima e parênquima, ambos com células arredondadas e de paredes espessas; ou 3) presença de periderme, com várias camadas de células justapostas ou quase, seguidas por parênquima como descrito anteriormente. O parênquima cortical externo é pluriestratificado, com células de paredes espessas, apresentando cloroplastídios e drusas de oxalato de cálcio; raramente ocorrem cristais prismáticos, células pétreas isoladas ou agrupadas ou células contendo compostos fenólicos. O parênquima cortical interno apresenta agrupamentos de fibras distribuídos aleatoriamente, células com menor quantidade de cristais e cloroplastídios e raramente agrupamentos de células pétreas. O floema é rico em compostos fenólicos e sempre é acompanhado por agrupamentos de fibras. O câmbio apresenta internamente um tecido formado por células de paredes delgadas e reduzido número de camadas, com grande quantidade de grãos de amido e idioblastos contendo compostos fenólicos. Em secção longitudinal, as características do súber e da região cortical externa são similares às descritas para a secção transversal. A região cortical interna mostra raios parenquimáticos muitas vezes alargados, com fibras e células parenquimáticas de paredes espessadas.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. Examinar ao microscópio utilizando hidrato de cloral a 50% (p/v). São características: coloração castanho-pálida; fragmentos de súber, em vista frontal; fragmentos de parênquima, com células de paredes espessadas, em vista frontal; fibras isoladas ou porções de seus agrupamentos, em secção longitudinal; fragmentos de parênquima cortical com células de forma poligonal e de paredes espessas, com drusas, em secção transversal; porção de fibras associadas a idioblastos cristalíferos, em secção longitudinal; fragmentos de parênquima com células de paredes espessadas, com distribuição radial e com porções de câmbio; fragmentos de câmbio, em secção transversal; cristais prismáticos e drusas de oxalato de cálcio.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico e água (77:13:10).

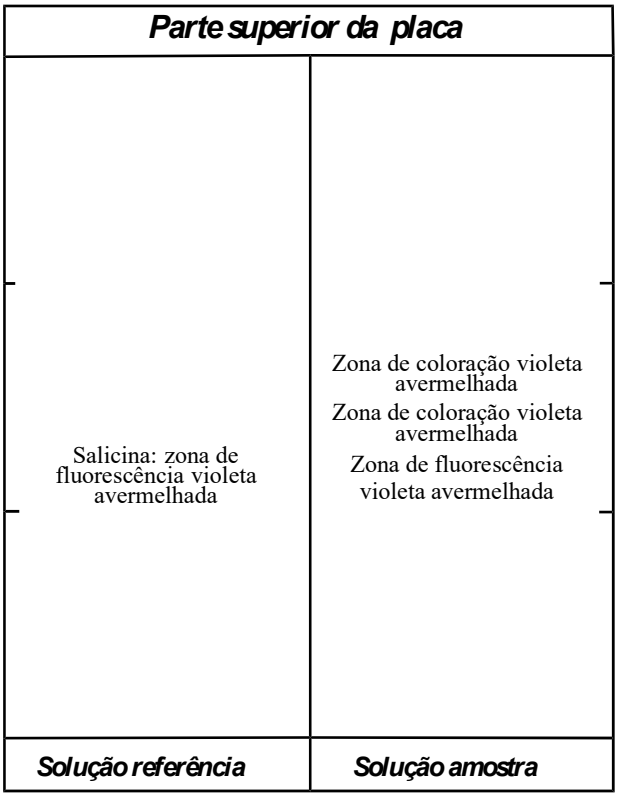
*Solução amostra (1)*: aquecer 0,5 g da amostra pulverizada (500 µm) **(5.2.11)**, com 10 mL de álcool metílico, em banho-maria, sob refluxo, a aproximadamente, 50 °C por 10 minutos. Esfriar e filtrar.

*Solução amostra (2)*: adicionar a 5 mL da *Solução amostra (1)*, 1 mL da solução de carbonato de sódio anidro 50 mg/mL. Aquecer em banho-maria a, aproximadamente 60 °C, sob refluxo, por 10 minutos. Esfriar e filtrar.

*Solução referência*: dissolver 2 mg de salicina em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra (1)*, 10 µL da *Solução amostra (2)* e 10 µL da *solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. A seguir, nebulizar a placa com solução de ácido sulfúrico 5% (v/v) em álcool metílico e aquecer em estufa entre 100 ºC e 105 ºC, durante 10 a 15 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo, 3,0% de ramos com diâmetro superior a 10 mm. No máximo, 2,0% de outros materiais estranhos.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 11,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 10,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Salicina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 270 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 150 mm de comprimento e 3,9 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (4 µm), mantida a temperatura ambiente; fluxo da *Fase móvel* de 1 mL/minuto. Sistema isocrático.

*Fase móvel*: água, acetonitrila e ácido trifluoracético (97:3:0,05).

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,3 g da droga seca e pulverizada (355 µm) **(5.2.11)** juntar 25 mL de álcool metílico e aquecer sob refluxo, durante 30 minutos. Esfriar e filtrar. Retomar o resíduo com 25 mL de álcool metílico e tratar como descrito anteriormente. Reunir os filtrados e evaporar sob pressão reduzida até secura. Suspender o resíduo com 2 mL de álcool metílico, adicionar 2 mL de hidróxido de sódio 0,1 *M* e aquecer em banho-maria, sob refluxo, durante uma hora a cerca de 60 °C, com agitação frequente. Esfriar, adicionar 0,25 mL de ácido clorídrico *M*, completar a 5 mL com uma mistura de álcool metílico e água (1:1) e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver 10 mg de salicina em 10 mL de acetonitrila.

*Soluções para curva analítica:* diluir alíquotas de 40 µL, 45 µL, 50 µL, 55 µL e 60 µL da *Solução referência* para 100 µL com *Fase móvel*, de modo a obter concentrações de 0,40 mg/mL, 0,45 mg/mL, 0,50 mg/mL, 0,55 mg/mL e 0,60 mg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL das *Soluções para curva analítica* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção é de aproximadamente seis minutos para a salicina. Calcular o teor de salicina na amostra a partir da equação da reta obtida com a curva analítica. O resultado é expresso pela média das determinações em gramas de salicina, em porcentagem, considerando o teor de água determinado.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado, ao abrigo da luz e do calor.

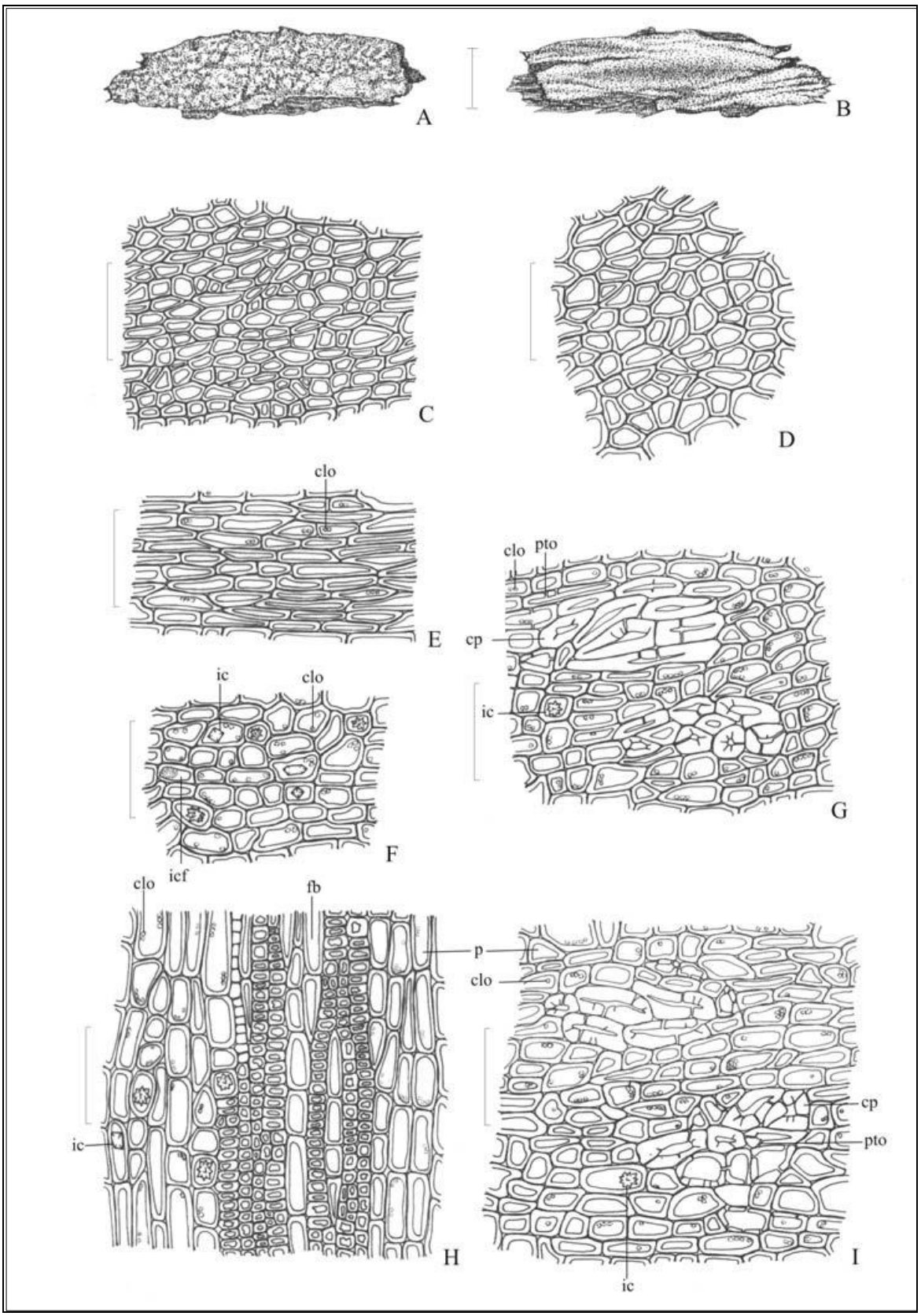



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Salix alba* L.**

As escalas correspondem em **A** e **B** a 5 mm, em **C** a **I** a 100 μm.

**A** – aspecto geral de porção da superfície externa da casca, em vista frontal. **B** – aspecto geral de porção da superfície interna da casca, em vista frontal. **C** – detalhe do súber, na região de coloração marrom, em vista frontal. **D** – detalhe do súber, na região de coloração amarelada, em vista frontal. **E –** porção de colênquima em secção transversal; cloroplastídio (clo). **F –** detalhe de porção do parênquima, mostrando idioblastos cristalíferos com monocristais, cristais prismáticos e drusas, e com compostos fenólicos, em secção transversal; idioblasto contendo compostos fenólicos (icf); cloroplastídio

(clo); idioblasto cristalífero (ic). **G –** detalhe de porção do parênquima, mostrando agrupamento de células pétreas, em secção transversal; cloroplastídio (clo); célula pétrea (cp); idioblasto cristalífero (ic); pontoação (pto). **H –** detalhe de porção do córtex, em secção longitudinal; cloroplastídio (clo); fibra (fb); idioblasto cristalífero (ic); parênquima (p). **I –** detalhe de porção do córtex, mostrando o parênquima e células pétreas em secção longitudinal; cloroplastídio (clo); célula pétrea (cp); idioblasto cristalífero (ic); parênquima (p); pontoação (pto).

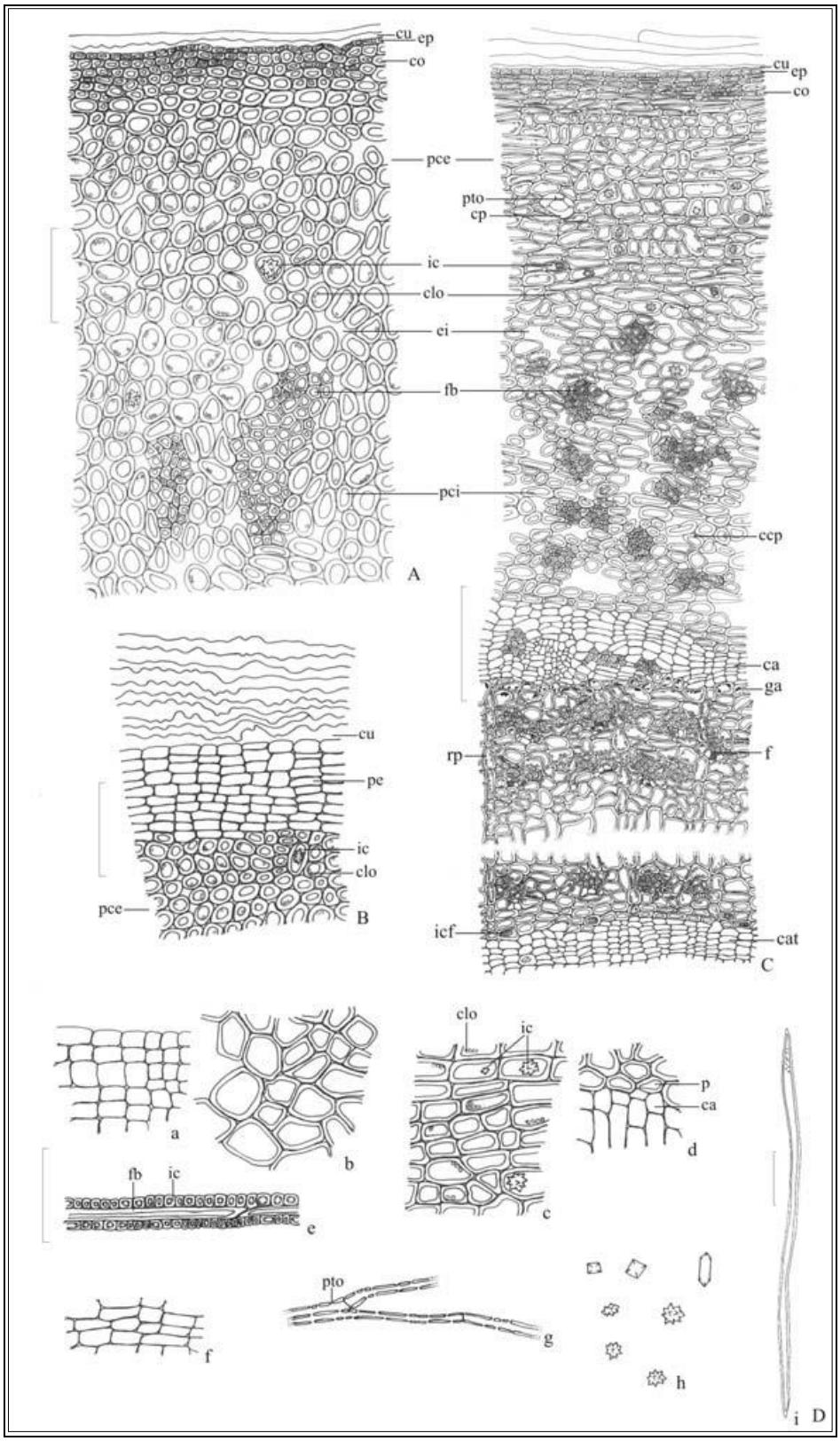



**Figura 2 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Salix alba* L.**

As escalas correspondem em **A**, **B** e **D** (a - h) a 100 µm, em **C** e **D** (i) a 200 µm.

**A –** detalhe de porção externa do córtex, em secção transversal; cloroplastídio (clo); colênquima (co); cutícula (cu); epiderme (ep); espaço intercelular (ei); idioblasto cristalífero (ic); fibra (fb); parênquima cortical externo (pce); parênquima cortical interno (pci). **B –** detalhe de porção do córtex, mostrando revestimento formado por periderme, em secção transversal; cutícula (cu); cloroplastídio (clo); idioblasto cristalífero (ic); parênquima cortical externo (pce); periderme (pe). **C –** detalhe do córtex, em secção transversal; câmbio (ca); câmbio interno (cat); cloroplastídio (clo); colênquima (co); célula pétrea (cp); cutícula (cu); epiderme (ep); espaço intercelular (ei); floema (f); fibra (fb); grãos de amido (ga); idioblasto cristalífero (ic); idioblasto contendo compostos fenólicos (icf); parênquima (p); parênquima cortical externo (pce); parênquima cortical interno (pci); pontoação (pto); raio parenquimático (rp). **D –** detalhes do pó. porção do súber, em vista frontal (a); porção de parênquima, em vista frontal (b); porção de parênquima, mostrando idioblastos cristalíferos, em secção transversal (c); porção de parêquima e de câmbio, em secção longitudinal (d); porção de fibras associadas a idioblastos cristalíferos, em secção longitudinal (e); porção do câmbio, em secção transversal (f); porção de fibras agrupadas, em secção longitudinal (g); cristais de oxalato de cálcio, isolados (h); fibra isolada, em secção longitudinal. (i); cloroplastídio (clo); idioblasto cristalífero (ic); câmbio (ca); parênquima (p); fibra (fb); idioblasto cristalífero (ic); pontoação (pto).

# SENE, folha
## *Sennae folium*

A droga vegetal consiste de folíolos secos de *Senna alexandrina* Mill. (syn. *Cassia acutifolia* Delile, *Cassia angustifolia* Vahl, *Cassia senna* L.) contendo, no mínimo, 2,5% de derivados hidroxiantracênicos expressos em senosídeo B, e 0,6% de senosídeo B ($C_{42}H_{38}O_{20}$; 862,74) e 0,5% de senosídeo A ($C_{42}H_{38}O_{20}$; 862,74).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folíolos inteiros, com lâmina assimétrica, lanceolada ou ovalado-lanceolada, de ápice agudo, obtuso, raro retuso ou retuso-mucronado e base desigual, aguda a obtusa, margem levemente revoluta. Folíolos cartáceos, quebradiços, de coloração amarelo-pálido a verde-grisáceo claro e verde-oliva pálido, com face abaxial mais clara, de 0,6 a 5 cm de comprimento e 0,2 a 1,5 cm de largura; lâmina pilosa em ambas as faces; tricomas tectores cônicos, geniculados, em maior quantidade na face abaxial, especialmente na nervura principal; venação camptódroma-broquidódroma, com nervuras de maior ordem chegando até a margem e nervura principal proeminente na face abaxial. Peciólulo grosso e curto, normalmente curvo para a face abaxial, com até 0,1 cm de comprimento e até 0,1 cm de largura; face adaxial cilíndrica ou côncava, com duas costelas laterais, face abaxial convexa; tricomas iguais aos da lâmina, antrorsos.

**B.** Descrição microscópica

Folíolo isobilateral, anfiestomático, com estômatos paracíticos, às vezes anisocíticos ou anomocíticos, medindo de 20 a 35 µm de comprimento. Em vista frontal, a epiderme apresenta células poligonais de paredes anticlinais espessas e retas, cobertas por cutícula lisa. Os tricomas tectores são unicelulares, cônicos, geniculados, com cutícula verrucosa, com 100 a 350 µm de comprimento. As células epidérmicas se distribuem em roseta em torno da base dos tricomas. Em secção transversal, a cutícula é espessa e a epiderme uniestratificada, com células de diferentes formas e de paredes periclinais espessas, com idioblastos contendo monocristais prismáticos. Algumas células epidérmicas contêm mucilagem, sendo que essas células são originadas por outras que se dividiram tangencialmente em duas, a célula interna é que contém a mucilagem. O parênquima paliçádico é formado por uma camada de células em ambas as faces. Nesse parênquima são observados grãos de amido; o parênquima esponjoso contém drusas de oxalato de cálcio. No bordo da lâmina ocorre colênquima subepidérmico uniestratificado ou parênquima paliçádico seguidos por idioblastos contendo monocristais prismáticos isolados, além de pequenos feixes vasculares colaterais com grande quantidade de fibras nos polos. O feixe vascular principal é acompanhado externamente por fibras e por idioblastos cristalíferos contendo monocristais prismáticos. Gotas lipídicas, em pequena quantidade, ocorrem em todos os tecidos. O peciólulo, em vista frontal, apresenta cutícula lisa e raros estômatos. Em secção transversal, a cutícula é espessa, a epiderme é uniestratificada, seguida de colênquima anelar, parênquima cortical com idioblastos contendo drusas; endoderme com grande quantidade de grãos de amido; sistema vascular formado por dois pequenos feixes colaterais na região das costelas e geralmente um único feixe colateral bem desenvolvido na região central, envolto por bainha fechada de fibras, ou vários feixes distribuídos em forma de anel aberto para a face adaxial, todos envoltos por bainha de fibras, que apresenta externamente células contendo monocristais prismáticos. Gotas lipídicas ocorrem em todos os tecidos.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração verde-acinzentada a verde-amarelada; porções de tricomas tectores, em vista lateral; fragmentos de epiderme com estômatos, em vista frontal; fragmentos da epiderme com estômatos e com tricomas, em vista frontal; porções de epiderme mostrando a região de inserção do tricoma, em vista frontal; fragmentos da epiderme sobre região da nervura principal, com estômatos, em vista frontal e com cristais do tipo drusas, visíveis por transparência; fragmentos da epiderme do peciólulo, em vista frontal; células epidérmicas, em secção transversal; idioblastos cristalíferos e agrupamentos de fibras, em secção longitudinal; porções de elementos traqueais, em secção longitudinal; porções do mesofilo, conforme descrito, em secção transversal; porção dos parênquimas de assimilação em secção transversal e do feixe vascular, em secção longitudinal; porção de feixe vascular, em secção longitudinal; cristais do tipo prismático e drusas isolados.

**D.** Descrição das impurezas

A raque, se presente como impureza, mede de 2,5 a 13 cm de comprimento e até 0,1 cm de largura, é cilíndrica ou côncava na face adaxial com duas costelas bem desenvolvidas, e convexa na face abaxial; cicatrizes da inserção dos folíolos bem definidas. Em secção transversal, o sistema vascular é formado por três a oito feixes colaterais e o conjunto envolto por bainha contínua de fibras de pequeno calibre; um feixe vascular menor ocorre em cada uma das costelas, com calota de fibras externa ao floema.

**E.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, álcool *n*-propílico, água e ácido acético glacial (40:40:30:1).

*Solução amostra*: adicionar a 0,5 g da droga pulverizada 5 mL de mistura de álcool etílico e água (1:1). Aquecer à ebulição. Filtrar.

*Solução referência*: dissolver separadamente 2,5 mg de senosídeo A e 2,5 mg de senosídeo B em 1 mL de álcool metílico e 1 mL de água, aquecer ligeiramente, se necessário.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a placa, deixar secar ao ar. Nebulizar com ácido nítrico a 25% e aquecer a 120 °C durante 10 minutos. Deixar esfriar e nebulizar a placa com solução de hidróxido de potássio a 5% (p/v) até o aparecimento de manchas.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo, 2,0%, correspondente às raques foliares.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 10,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 12,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Derivados hidroxiantracênicos**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,15 g da droga pulverizada (180 μm) **(5.2.11)** em balão de fundo redondo com boca esmerilhada, adicionar 30 mL de água, misturar e pesar o conjunto. Aquecer em manta de aquecimento, sob refluxo, durante 15 minutos. Deixar esfriar, pesar e restabelecer o peso inicial com água e filtrar desprezando os 10 mL iniciais. Transferir 10 mL do filtrado para um funil de separação de 50 mL, adicionar uma gota de ácido clorídrico 2 *M* e lavar com três porções de 5 mL de clorofórmio. Rejeitar a fase clorofórmica. Centrifugar a fase aquosa durante

10 minutos a 700 × *g*. Transferir 4 mL do líquido sobrenadante para balão de fundo redondo com boca esmerilhada. Ajustar o pH da solução para 7,0 a 8,0 com cerca de 80 µL de solução de carbonato de sódio a 5% (p/v). Adicionar 8 mL de solução de cloreto férrico a 10,5% (p/v). Misturar e aquecer, sob refluxo, em banho-maria durante 20 minutos. Adicionar 0,4 mL de ácido clorídrico concentrado e manter o aquecimento por 20 minutos, agitar frequentemente, até dissolução do precipitado. Resfriar a solução e transferir para funil de separação de 50 mL, extrair com 10 mL e duas vezes com 7 mL de éter etílico, previamente utilizado para lavar o balão de fundo redondo. Reunir os extratos etéreos e lavar com duas porções de 10 mL de água. Transferir a camada etérea para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com éter etílico e homogeneizar.

*Solução amostra*: evaporar 5 mL da *Solução estoque*, em banho-maria, até resíduo. Suspender o resíduo com 5 mL de acetato de magnésio a 0,5% (p/v) em álcool metílico. Filtrar se necessário.

*Solução branco*: álcool metílico

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* em 515 nm imediatamente após o seu preparo, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular o teor de derivados hidroxiantracênicos, calculado como senosídeo B, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\text{TSB} = \frac{\text{A} \times 187{,}5}{m \times 240}$$

em que,

TSB = teor de derivados hidroxiantracênicos expressos em senosídeo B % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*;
187,5 = fator de diluição;
240 = coeficiente de absorção específica do senosídeo B; e
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado.

**Senosídeo B e senosídeo A**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 270 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 150 mm de comprimento e 3,9 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (4 µm); fluxo da *Fase móvel* de 0,9 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido trifluoracético (100:0,08).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) %*** | ***Eluente (B) %*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 – 12 | 86 | 14 | isocrática |
| 12 – 19 | 86 → 77 | 14 → 23 | gradiente linear |
| 19 – 28 | 77 → 70 | 23 → 30 | gradiente linear |
| 28 – 31 | 70 → 0 | 30 → 100 | gradiente linear |
| 31 – 33 | 0 | 100 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,2 g da droga seca e pulverizada (180 µm) **(5.2.11)** e colocar em tubo de centrífuga. Adicionar 5 mL de solução de bicarbonato de sódio 0,05% (p/v) e levar ao banho de ultrassom durante 10 minutos. Centrifugar por 20 minutos a 700 × *g*. Separar e

transferir o sobrenadante para balão volumétrico de 5 mL, completar o volume e homogeneizar. Filtrar o sobrenadante em membrana. Diluir 50 µL da solução resultante em 150 µL de água. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver 10 mg da mistura de senosídeo A SQR e senosídeo B SQR em 10 mL de álcool metílico.

*Soluções para curva analítica:* diluir uma alíquota de 2,5 mL da *Solução referência,* em balão volumétrico de 25 mL, de modo a obter solução a 50 µg/mL. Diluir alíquotas de 2 mL, 2,5 mL, 3 mL, 3,5 mL, 4 mL e 4,5 mL, em balões volumétricos de 5 mL, com álcool metílico, de modo a obter concentrações de 20 µg/mL, 25 µg/mL, 30 µg/mL, 35 µg/mL, 40 µg/mL e 45 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL das *Soluções para curva analítica* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção é de aproximadamente 18 minutos para o senosídeo B e 20,7 minutos para o senosídeo A. Calcular o teor de senosídeo B e senosídeo A na amostra a partir da equação da reta obtida com a curva analítica. O resultado é expresso pela média das determinações em gramas de senosídeo B e senosídeo A, em porcentagem, considerando o teor de água determinado.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

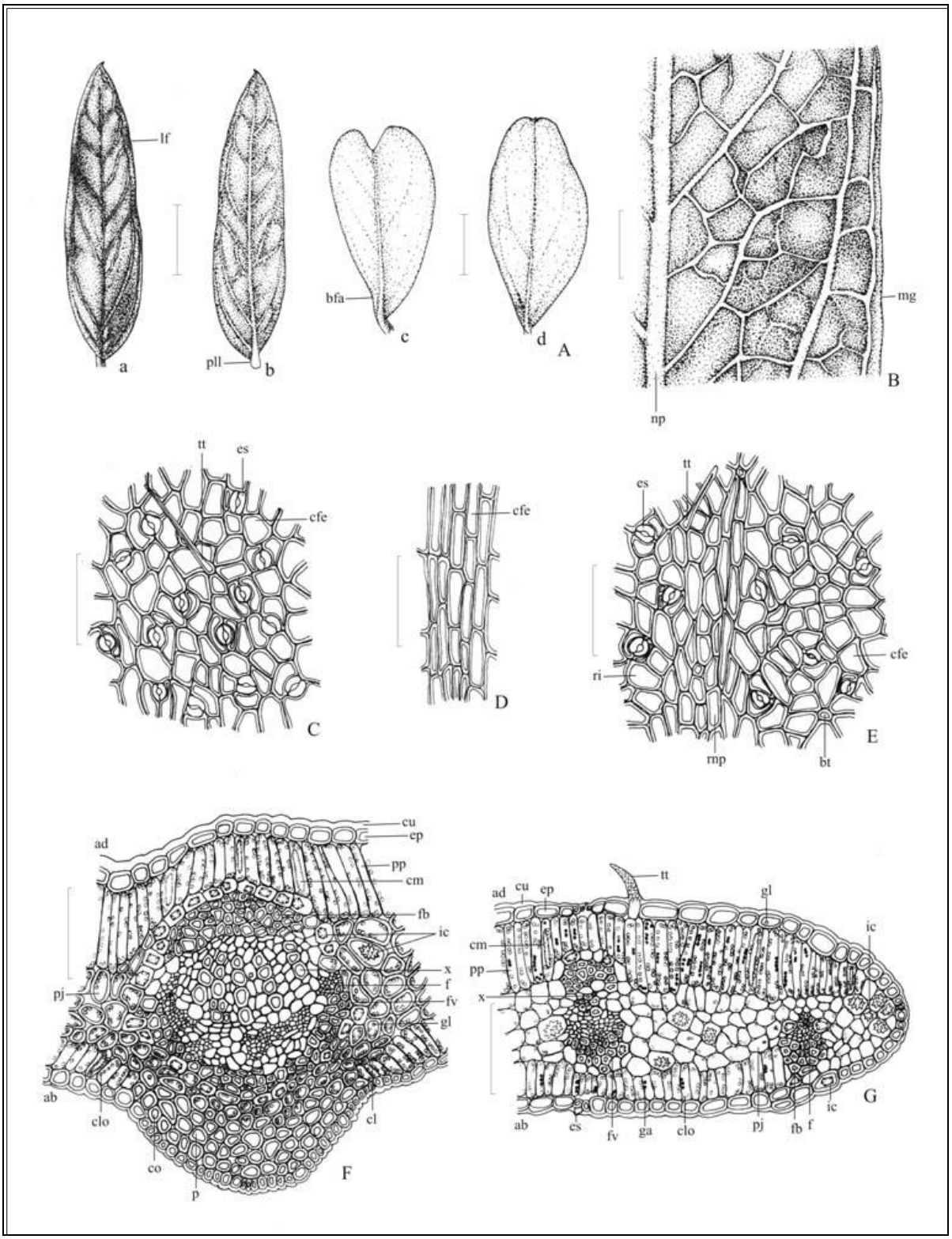



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Senna alexandrina* Mill.**

As escalas correspondem em **A** (**a**, **b** e **d)** a 5 mm; em **A** (**c**) a 4 mm; em **B** a 1 mm; em **C**, **D**, **E**, **F** e **G** a 100 μm.
**A –** aspecto geral de diferentes formas de folíolos; **a –** face adaxial de folíolo com ápice agudo: lâmina foliar (lf); **b –** face abaxial do mesmo folíolo: peciólulo (pll); **c –** face abaxial de folíolo com ápice retuso: base foliar assimétrica (bfa); **d –** face abaxial de folíolo com ápice retuso-mucronado. **B –** detalhe parcial da venação do folíolo na região da nervura principal até a margem: margem (mg); nervura principal (np). **C –** detalhe da epiderme voltada para a face adaxial, na região intercostal, em vista frontal: tricoma tector (tt); estômato (es); célula fundamental (cfe). **D –** detalhe da epiderme voltada para a face adaxial, na região da nervura principal, em vista frontal: célula fundamental (cfe). **E –** detalhe da epiderme voltada para a face abaxial, na região intercostal e na região da nervura principal, em vista frontal: base do tricoma (bt); célula fundamental (cfe); estômato (es); região intercostal (ri); região da nervura principal (rnp); tricoma tector (tt). **F –** detalhe da região da nervura principal, em secção transversal: face adaxial (ad); cutícula (cu); epiderme

(ep); parênquima paliçádico (pp); célula contendo mucilagem (cm); fibra (fb); idioblasto cristalífero (ic); xilema (x); floema (f); feixe vascular (fv); gota lipídica (gl); clorênquima (cl); parênquima (p); colênquima (co); cloroplastídio (clo); face abaxial (ab); parênquima esponjoso (pj). **G –** detalhe da região intercostal e do bordo, em secção transversal: face adaxial (ad); cutícula (cu); epiderme (ep); tricoma tector (tt); gota lipídica (gl); idioblasto cristalífero (ic); floema (f); fibra (fb); parênquima esponjoso (pj); cloroplastídio (clo); grão de amido (ga); feixe vascular (fv); estômato (es); face abaxial (ab); xilema (x); parênquima paliçádico (pp); célula contendo mucilagem (cm).

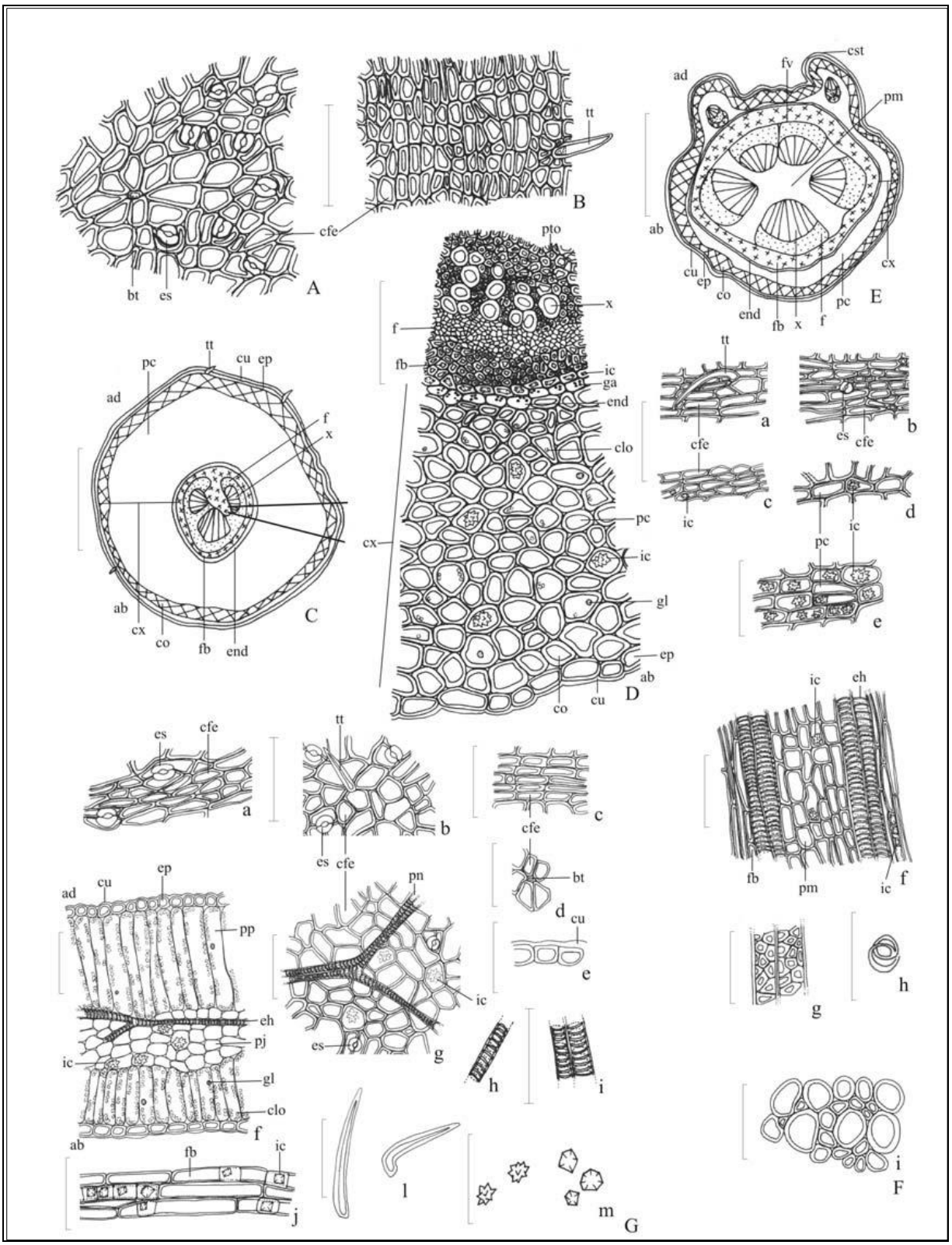



**Figura 2 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Senna alexandrina* Mill.**

As escalas correspondem em **A**, **B**, **D**, **F** (**a** – **i**) e **G** (**a** – **m**) a 100 μm; em **C** e **E** a 400 μm.

**A –** detalhe da epiderme do peciólulo voltada para a face adaxial, em vista frontal: base do tricoma tector mostrando células epidérmicas com distribuição radial em torno de sua base (bt); estômato (es); célula fundamental da epiderme (cfe). **B –** detalhe da epiderme do peciólulo voltada para a face abaxial, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe); tricoma tector (tt). **C –** representação esquemática do peciólulo, em secção transversal: face adaxial (ad); parênquima cortical (pc); tricoma tector (tt); cutícula (cu); epiderme (ep); floema (f); xilema (x); endoderme (end); fibra (fb); colênquima (co); córtex (cx); face abaxial (ab). **D –** detalhe do peciólulo, em secção transversal, conforme destacado em **C**: pontoação (pto); xilema (x); floema (f); fibra (fb); idioblasto cristalífero (ic); grão de amido (ga); endoderme (end); cloroplastídio (clo); parênquima cortical (pc); gota lipídica (gl); epiderme (ep); face abaxial (ab); cutícula (cu); colênquima (co); córtex (cx). **E –** representação esquemática da impureza, correspondente à raque, em secção transversal: face adaxial (ad); feixe vascular (fv); costela (CST); parênquima medular (pm); córtex (cx); parênquima cortical (pc); floema (f); xilema (x); fibra (fb); endoderme (end); colênquima (co); epiderme (ep); cutícula (cu); face abaxial (ab). **F** (**a** – **f**) **–** detalhes do pó das impurezas correspondentes à raque (**a** – detalhe de porção da epiderme com tricoma tector, em vista frontal): tricoma tector (tt); célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es); idioblasto cristalífero (ic); parênquima cortical (pc); elemento traqueal, com espessamento helicoidal, em secção longitudinal (eh); fibra (fb); parênquima medular (pm). **G –** detalhes do pó do folíolo; **a –** detalhe de porção de epiderme da lâmina, sob a região da nervura principal, em vista frontal: estômato (es), célula fundamental da epiderme (cfe); **b –** detalhe de porção epiderme da lâmina, com estômatos e tricoma tector, em vista frontal: tricoma tector (tt), estômato (es), célula fundamental da epiderme (cfe); **c –** detalhe de porção da epiderme do peciólulo, voltada para a face abaxial, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe); **d –** detalhe de porção da epiderme da lâmina, mostrando base do tricoma tector, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe), base do tricoma (bt); **e –** detalhe de porção da epiderme da lâmina, em secção transversal: cutícula (cu); **f –** detalhe de porção da região intercostal, em secção transversal: face adaxial (ad), cutícula (cu), epiderme (ep), parênquima paliçádico (pp), elemento traqueal, com espessamento helicoidal, em secção longitudinal (eh); parênquima esponjoso (pj), idioblasto cristalífero (ic), gota lipídica (gl), cloroplastídio (clo), face abaxial (ab); **g –** detalhe de fragmento de epiderme mostrando porção de nervura, estômatos e idioblastos cristalíferos, por transparência, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe), porção de nervura (pn), idioblasto cristalífero (ic), estômato (es); **h –** detalhe de porção de elemento traqueal, com espessamento helicoidal, em secção longitudinal, isolado; **i –** detalhe de porção de elementos traqueais agrupados, com espessamento helicoidal, em secção longitudinal; **j –** detalhe de porção agrupamento de fibras associadas a idioblastos cristalíferos, em secção longitudinal: fibra (fb), idioblasto cristalífero (ic); **l –** porções de tricomas tectores isolados, em vista lateral; **m –** detalhe de cristais isolados do tipo drusas e monocristais prismáticos.

# SENE, fruto
## *Sennae fructus*

A droga vegetal consiste de frutos secos de *Senna alexandrina* Mill. (syn. *Cassia acutifolia* Delile, *Cassia angustifolia* Vahl, *Cassia senna* L.), contendo, no mínimo, 2,2% de derivados hidroxiantracênicos expressos em senosídeo B e, no mínimo, 0,92% de senosídeo B ($C_{42}H_{38}O_{20}$, 862,75) e 0,49% de senosídeo A ($C_{42}H_{38}O_{20}$, 862,75). Não deve ser utilizada antes de um ano após a colheita.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Legumes dessecados, de coloração verde a castanho-esverdeada nos bordos e castanho escuro nas porções correspondentes às sementes, elípticos a oblongos e ligeiramente reniformes, achatados, arredondados nas extremidades e ligeiramente pontiagudos no ápice, medindo até 7 cm de comprimento e até 2,5 cm de largura. Cada legume contém cinco a oito sementes achatadas, duras, de coloração castanha-clara.

**B.** Descrição microscópica

O epicarpo, em secção paradérmica, apresenta epiderme com células poligonais de paredes retas ou formando uma leve curvatura, com esparsos estômatos anomocíticos, e raros tricomas tectores unicelulares e cônicos, de paredes verrucosas, frequentemente curvos próximo à base; em secção transversal, é visível a cutícula espessa sobre a epiderme uniestratificada. As células epidérmicas são ricas em grãos de amido. Abaixo da epiderme, ocorre uma camada de células mais volumosas, correspondentes à hipoderme, seguida de quatro camadas de parênquima, contendo feixes vasculares muito esparsos. Drusas bastante evidentes estão distribuídas no parênquima. Segue uma camada de células de paredes finas, contendo cada uma delas cristal prismático de oxalato de cálcio, seguida por duas camadas fibrosas, com células de paredes espessadas, a mais interna com células perpendiculares ao eixo longitudinal do fruto, e a mais externa com células em ângulo oblíquo ou paralelo ao eixo longitudinal do fruto. As fibras dessas camadas têm pontoações esparsas e lúmen visível. A epiderme interna é indistinta, com células alongadas e de paredes finas, quando observada em secção paradérmica. Na região da base e do bordo do fruto, a cutícula é mais espessa e apresenta ondulações, a epiderme também é uniestratificada, seguida de quatro a cinco camadas de parênquima com densos agrupamentos de esclereídes, geralmente associados aos feixes vasculares. Esses esclereídes apresentam paredes espessadas e pontoações distintas. As sementes apresentam testa com paredes espessadas, formada por células em paliçada e de lúmen estreito, coberta por cutícula espessa; o endosperma é formado por células poliédricas, a camada mais externa em paliçada e as camadas mais internas esponjosas, com paredes mucilaginosas.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração esverdeada clara; fibras esclerenquimáticas libriformes e cristais isolados no pó; porções de células parenquimáticas, fragmentos de elemento de vaso com espessamento escalariforme, paredes terminais simples, retas e oblíquas, com prolongamentos curtos; fragmentos de fibras em camadas cruzadas; cristais de oxalato de cálcio presentes nas fibras em camadas cruzadas.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$, com espessura de 250 µm.

*Fase móvel*: acetato de etila, álcool propílico, água e ácido acético glacial (40:40:30:1).

*Solução amostra*: adicionar 0,5 g da droga pulverizada em 5 mL da mistura de álcool etílico e água (1:1). Aquecer à ebulição. Filtrar.

*Solução referência*: dissolver 2,5 mg de senosídeo A e 2,5 mg de senosídeo B em 1 mL de álcool metílico e 1 mL de água, aquecer ligeiramente, se necessário.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de hidróxido de potássio a 5% (p/v) até o aparecimento de zonas de colorações.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 12,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 9,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Derivados hidroxiantracênicos**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 1,0 g da droga pulverizada (425 μm) **(5.2.11)** em balão de fundo redondo com boca esmerilhada. Adicionar 30 mL de solução de álcool etílico a 70% e misturar. Aquecer em banho-maria, sob refluxo, durante 30 minutos. Após resfriamento filtrar em algodão para balão volumétrico de 100 mL. Retornar o resíduo da droga e o algodão para o balão de fundo redondo, adicionar 30 mL de álcool etílico a 70% e aquecer novamente, sob refluxo, durante 15 minutos. Filtrar novamente em algodão para o balão volumétrico de 100 mL. Retornar novamente o resíduo da droga e o algodão para o balão de fundo redondo, adicionar 30 mL de solução de álcool etílico a 70% (v/v), aquecer sob refluxo, durante 15 minutos e filtrar para o balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume do balão volumétrico de 100 mL com álcool etílico a 70% (v/v) e homogeneizar.

*Solução amostra*: transferir alíquota de 30 mL da *Solução estoque* para um balão de fundo redondo de 100 mL, adicionar 1 mL de ácido clorídrico 2 *M* e levar à manta aquecedora, sob refluxo, durante 15 minutos. A seguir, transferir para um funil de separação e extrair com três porções de 15 mL de clorofórmio. Reunir a fase clorofórmica e lavar com 50 mL de água. Evaporar a fase clorofórmica em cápsula de porcelana até secura em banho-maria. Suspender o resíduo em álcool etílico e transferir para balão volumétrico de 25 mL. Lavar a cápsula de porcelana várias vezes e transferir o resíduo obtido para o balão volumétrico de 25 mL. Completar o volume com álcool etílico e homogeneizar. Transferir alíquota de 4 mL para balão volumétrico de 10 mL, adicionar 2 mL de hidróxido de amônio concentrado, completar o volume com álcool etílico e homogeneizar.

*Procedimento*: Determinar a absorvância da *Solução amostra* em 515 nm, após 45 minutos da adição do hidróxido de amônio concentrado. Utilizar a *Solução amostra* sem adição de hidróxido de amônio concentrado para ajuste do zero. Calcular o teor de derivados hidroxiantracênicos expressos como senosídeo B, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TDH} = \frac{\mathrm{A_a} \times 2{,}27}{m}$$

em que,

TDH = teor de derivados hidroxiantracênicos expressos em senosídeo B % (p/p);
$A_a$ = absorvância medida para a *Solução amostra*; e
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

**Senosídeo A e senosídeo B**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 270 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm); fluxo da *Fase móvel* de 0,9 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido trifluoracético (100:0,08).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 – 12 | 86 | 14 | isocrática |
| 12 – 19 | 86 → 77 | 14 → 23 | gradiente linear |
| 19 – 28 | 77 → 70 | 23 → 30 | gradiente linear |
| 28 – 31 | 70 → 0 | 30 → 100 | gradiente linear |
| 31 – 33 | 0 | 100 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,2 g da droga seca e pulverizada e colocar em tubo de centrífuga. Adicionar 5 mL de solução de bicarbonato de sódio a 0,05% (p/v) e levar ao banho de ultrassom durante 10 minutos. Centrifugar durante 20 minutos a 45 × *g*. Transferir o sobrenadante, filtrando-o em algodão, para balão volumétrico de 5 mL. Completar o volume com bicarbonato de sódio a 0,05% (p/v) e homogeneizar. Filtrar o sobrenadante em unidade filtrante de 0,45 µm. Diluir 50 µL da solução resultante em 150 µL de água.

*Solução referência estoque*: dissolver 2 mg da mistura de senosídeo A e senosídeo B (40:60) em balão volumétrico de 5 mL com álcool metílico a 50% (v/v).

*Curva analítica (1)* (para o senosídeo A): a partir da *Solução referência estoque* construir curva analítica para o senosídeo A em álcool metílico a 50% (v/v), com no mínimo cinco concentrações, na faixa entre 45 µg/mL e 85 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Curva analítica (2)* (para o senosídeo B): a partir da *Solução referência estoque* construir curva analítica para o senosídeo B em álcool metílico a 50% (v/v), com no mínimo cinco concentrações, na faixa entre 100 µg/mL a 150 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL de cada solução da *Curva analítica (1)* e da *Curva analítica (2)*, e 10 µL da *Solução amostra.* Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Calcular o teor de senosídeo A e senosídeo B em mg/g de droga vegetal segundo a expressão:

$$\mathrm{TS} = \frac{\mathrm{C}_a \times 20}{m \times 1000000} \times 100$$

em que,

TS = teor de senosídeo A ou B em % (g/100 g)
$C_a$ = concentração do senosídeo A ou B (µg/mL) encontrada na *Solução amostra* a partir das curvas analíticas, considerando a pureza da substância de referência;
*m* = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
20 = fator de diluição.
100 = fator de conversão para teor em % (g/ 100 g); e
1000000 = fator de conversão de µg para g.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

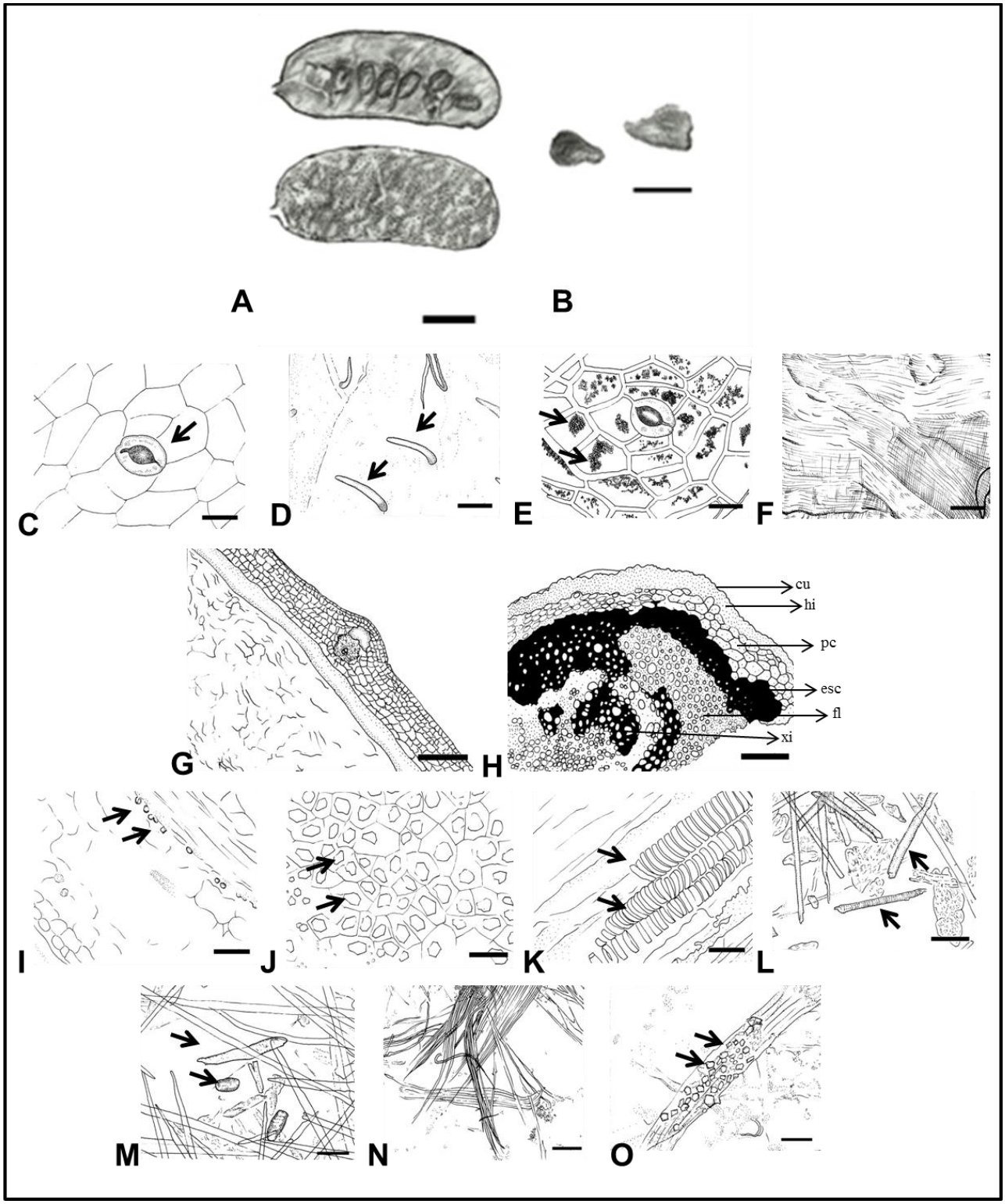



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Senna alexandrina* Mill.**

As escalas correspondem em **A** a 1 cm; **B** a 0,5 cm; **C, D** e **E** a 25 µm; **F, G** e **H** a 100 µm; **I, J, K, L**, **M**, **N** e **O** a 25 µm. **A** - aspecto geral do fruto: legumes dessecados de formato reniforme, em vista interna e vista externa. **B** - detalhe geral das sementes. **C** - detalhe da secção paradérmica do fruto mostrando estômato do tipo anomocítico (seta). **D** - detalhe da secção paradérmica do fruto, mostrando tricomas tectores unicelulares (setas). **E** - detalhe da secção paradérmica do fruto, com grãos de amido nas células epidérmicas (setas). **F** - detalhe da secção paradérmica do fruto, com fibras em camadas

cruzadas. **G** - detalhe da secção transversal do fruto, mostrando o mesofilo com parênquima fundamental e feixe vascular. **H** - detalhes da secção transversal do fruto na região do bordo; cutícula (cu); esclereídes (esc); floema (fl); hipoderme (hi); parênquima cortical (pc); xilema (xi). **I** - detalhe da secção transversal do fruto mostrando a presença de cristais prismáticos de oxalato de cálcio (setas). **J** - detalhe da secção transversal do fruto mostrando cristais prismáticos (setas). **K** - detalhe da secção longitudinal do fruto, mostrando elementos de vaso (setas). **L** - **O** - detalhes observados no pó. **L** - fragmentos de fibras esclerenquimáticas (setas). **M** - fragmentos de células parenquimáticas e de elemento de vaso. **N** - fragmentos de fibras em camadas cruzadas. **O** - cristais de oxalato de cálcio nas fibras em camadas cruzadas (setas).

# SOLIDAGO, parte aérea
## *Solidago chilensis* Meyen e *Solidago microglossa* DC., parte aérea

A droga é constituída por partes aéreas secas de *Solidago chilensis* Meyen e/ ou *Solidago microglossa* DC. Asteraceae, contendo, no mínimo, 2,00% de quercitrina ($C_{21}H_{20}O_{11}$, 448,38).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Ambas as espécies são herbáceas, perenes e eretas, medindo 0,8-1,5 m de altura. O caule é simples, não-ramificado, de coloração verde-clara na parte superior e verde-acinzentada na inferior. O caule de *S. chilensis* é pubescente, com tricomas curtos medindo de 0,1-0,4 mm de comprimento, podendo ser até glabro, enquanto que o caule de *S. microglossa* é densamente piloso e apresenta tricomas longos, medindo cerca de 0,4-1,2 mm de comprimento. Em ambas as espécies, as folhas são sésseis, inteiras, linear-lanceoladas e de margem de lisa a serrilhada, medindo de 2-3 cm de comprimento e 0,5 cm de largura. Na face adaxial são frequentemente visíveis 3 nervuras enquanto que na face abaxial somente uma. Os mesmos tipos de tricomas previamente descritos para o caule foram encontrados nas respectivas folhas. As flores estão reunidas em panículas, sendo os capítulos amarelos e constituídos de 8-10 floretas tubulosas e 18-20 floretas liguladas. As brácteas são lineares a lanceoladas e o invólucro campanular mede cerca de 3 mm de comprimento. O fruto é do tipo cipsela, medindo cerca de 1 mm de comprimento, de base aguda e ápice truncado e encimado pelo papo.

**B.** Descrição microscópica

O caule de ambas as espécies, em secção transversal, apresenta estrutura eustélica e a epiderme é unisseriada. Tricomas tectores simples, tricomas tectores flageliformes e raros tricomas glandulares capitados estão presentes nas duas espécies. Tricomas tectores unisseriados e bisseriados foram observados apenas em *S. microglossa*. A região colenquimática subepidérmica é pouco desenvolvida e os feixes vasculares do tipo colateral estão relacionados com os canais secretores e protegidos por grupos de fibras. A medula ocupa a maior porção do caule. Em ambas as espécies, a folha é dorsiventral e anfiestomática. Em vista frontal, as paredes anticlinais das células epidérmicas são de retas a ondeadas em ambas as faces e os estômatos presentes são anomocíticos e anisocíticos. Em secção transversal, observa-se que a epiderme é unisseriada e recoberta por uma cutícula delgada e estriada. O mesofilo é dorsiventral, formado por 2 a 3 camadas de parênquima paliçádico em ambas as faces da folha. Entre eles, o parênquima esponjoso apresenta variação entre as espécies: *S. chilensis* possui de 1 a 3 camadas, enquanto em *S. microglossa* são observadas apenas de 1 a 2. Feixes vasculares colaterais de pequeno porte são envoltos por bainha parenquimática que se prolonga até as faces epidérmicas. Dutos secretores contendo material lipofílico amarelado estão adjacentes aos feixes vasculares. A nervura central, em secção transversal, é biconvexa. Subjacente à epiderme 2-4 camadas de colênquima do tipo angular estão presentes somente na face abaxial ou em ambas as faces. O sistema vascular é representado por um feixe vascular único colateral, sendo que calotas de fibras perivasculares estão apostas ao floema e ao xilema. Drusas, cristais estiloides e tabulares estão presentes no mesofilo e nervura central. A característica diagnóstica mais marcante é a presença de tricomas tectores unisseriados e bisseriados, os quais são exclusivos de *S. microglossa* e estão presentes tanto no caule quanto na folha. Como característica complementar, *S. chilensis* possui de 1 a 3 camadas de parênquima esponjoso, enquanto em *S. microglossa* observa-se apenas 1 a 2.

**C.** Descrição microscópica do pó

O pó atende a todas as exigências estabelecidas para ambas as espécies, menos os caracteres macroscópicos. Pó de coloração esverdeada. São observados: fragmentos de epiderme com células conforme descritas, em vista frontal; fragmentos de epiderme com tricomas conforme descritos; fragmentos da epiderme, em secção transversal, apresentando cutícula delgada e levemente estriada; fragmentos de colênquima, em secção transversal; fragmentos de parênquima contendo dutos secretores; fragmentos do parênquima, em secção transversal contendo drusas de oxalato de cálcio; fragmentos do parênquima, em secção transversal, com porções de feixes vasculares, fibras observadas em vista longitudinal; drusas isoladas; cristais estiloides isolados ou em grupos, cristais tabulares isolados ou em grupos; fragmentos de medula; porções de elementos traqueais com espessamento helicoidal, em vista longitudinal; gotículas de óleo; grãos de pólen; tricomas tectores e glandulares isolados.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1).**

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico, ácido acético e água (100:11:11:26).

*Solução branco*: álcool metílico 100%.

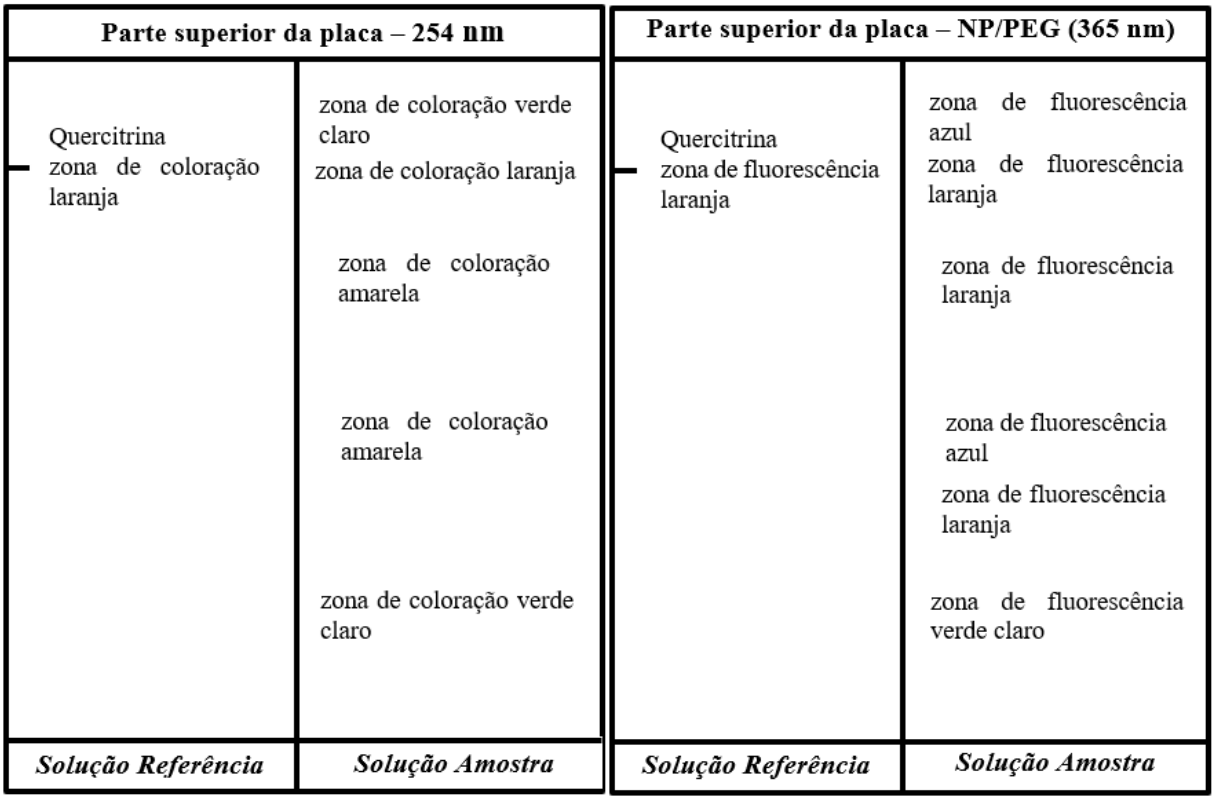
*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,10 g da droga em pó (250 a 180 µm) em tubo de ensaio com tampa. Adicionar 2,0 mL de álcool metílico. Em seguida, levar o extrato em banho de ultrassom por 60 minutos em temperatura ambiente. Filtrar em algodão e prensar o mesmo até esgotar o filtrado contido no algodão, e diluir o extrato 1:1 em álcool metílico. Aplicar o filtrado na cromatoplaca.

*Solução referência:* solução de quercitrina a 0,5 mg/mL em álcool metílico.

*Revelador:* dissolver 5 g de macrogol 4000 em álcool metílico e completar o volume para 100 mL com o mesmo solvente.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 15 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Em cuba previamente saturada por 20 minutos, desenvolver o cromatograma por 10 cm. A cromatoplaca deve ser removida da cuba e seca, ao ar, por 1 hora e durante 4 min em estufa à temperatura entre 100 e 105 ºC. Após a secagem, nebulizar com a mistura de difenilborato de aminoetanol SR e do *Revelador* (1:1). Secar a cromatoplaca em estufa à temperatura entre 100 e 105 ºC por 3 min e visualizar em 365 nm.

*Resultados*: o esquema abaixo apresenta as zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.




TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo, 2,0%.

**Água (5.4.1.4).** *Método gravimétrico*. No máximo, 14,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo, 16,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Quercitrina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 350 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (tecnologia *core-shell*) (5 µm), mantida à temperatura de 25 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,7 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido trifluoracético (100:0,05).

*Eluente (B)*: metanol e ácido trifluoracético (100:0,05).

*Gradiente de fase móvel*: adotar sistema de gradiente linear, conforme tabela a seguir.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) %*** | ***Eluente (B) %*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 3 | 90 | 10 | isocrática |
| 3 - 10 | 90 → 60 | 10 → 40 | gradiente linear |
| 10 - 33 | 60 → 59 | 40 → 41 | gradiente linear |
| 33 - 37 | 59 → 0 | 41 → 100 | gradiente linear |
| 37 - 42 | 0 | 100 | isocrática |
| 42 – 42,1 | 0 → 90 | 100 → 10 | gradiente linear |
| 42,1 - 49 | 90 | 10 | isocrática |

*Solução amostra:* pesar, com exatidão, cerca de 0,2 g da droga em pó (< 180 µm) em balão de fundo redondo de 50 mL. Adicionar 8,0 mL de álcool metílico a 90%. Em seguida, levar a extração sob refluxo, em banho maria à temperatura entre 70 e 80 ºC por 60 minutos. Após resfriar, filtrar o extrato em algodão para balão volumétrico de 10 mL, lavar o balão de fundo redondo com 1 mL de álcool metílico a 90%. Prensar o algodão até esgotar o filtrado contido nele e lavar com 1 mL de álcool metílico a 90%. Avolumar o balão volumétrico com álcool metílico a 90%. Transferir uma alíquota de 1 mL do extrato para balão volumétrico de 5 mL e completar o volume com álcool metílico a 90%. Filtrar a solução resultante em filtro de politetrafluoretileno (PTFE) de 0,45 µm.

*Solução referência:* preparar solução padrão de quercitrina a 120 µg/mL em álcool metílico.

*Procedimento:* injetar, separadamente, 10 µL das *Solução referência* e da *Solução amostra* em triplicata, registrar os cromatogramas e medir as áreas dos picos. Os tempos de retenção para a quercitrina é de cerca de 21,6 minutos. Calcular o teor de quercitrina na amostra a partir da substância referência. O resultado é expresso pela média das determinações em porcentagem (g/100 g) de droga vegetal, considerando a determinação de água, segundo a expressão:

$$\% QT = \frac{Cp \; x \; Aa}{Ap \; x \; ma} \; x \; FD \; x \; 100$$

em que,
Cp = concentração da *Solução referência* de quercitrina em g/mL, considerando pureza do padrão;
Aa = área sob o pico correspondente a quercitrina no cromatograma obtido com a *Solução amostra*;
Ap = área sob o pico correspondente a quercitrina no cromatograma obtido com a *Solução referência*;
ma = massa da amostra, em gramas, utilizada na preparação da *Solução amostra*, considerando a perda por dessecação; e
FD = Fator de diluição da amostra (50).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

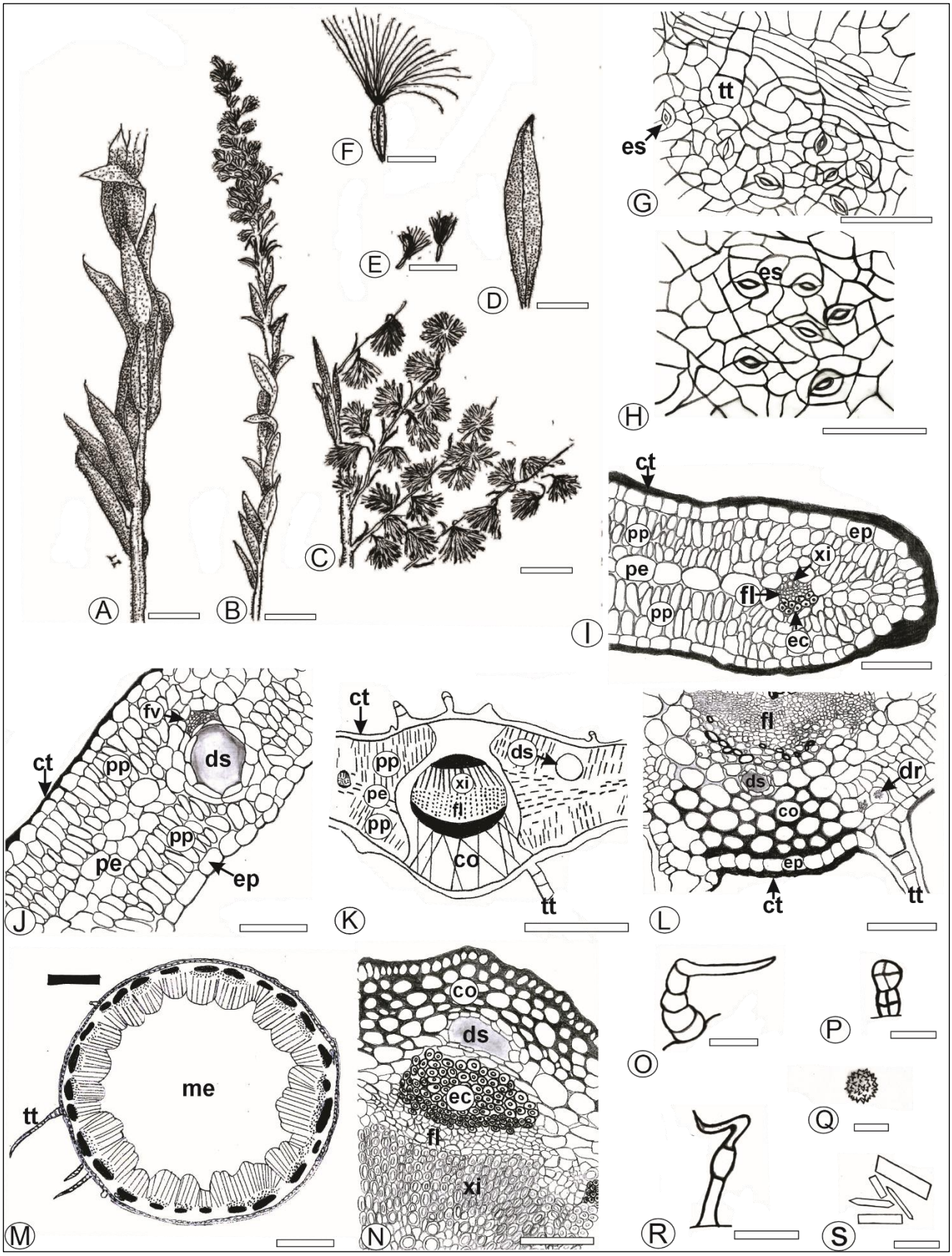



**Figura 1** –**Aspectos macroscópicos e microscópicos e microscópicos do pó em *Solidago chilensis* Meyen**

As escalas correspondem em **A** e **B** a 2 cm; em **C**-**E** a 1 cm; **F** a 1 mm, **G**-**J**, **L, N** a 50 µm; **K** a 200 µm; **M** a 500 µm; **O** e **R** a 25 µm; **P** a 20 µm; **Q** e **S** a 10 µm.

**A** – ramo vegetativo. **B** – ramo vegetativo e reprodutivo. **C** – inflorescências. **D** – folha. **E** – flores isoladas e **F** – cipsela. **G**. vista frontal da face adaxial foliar, mostrando estômato (es) e parte de um tricoma tector simples (tt). **H** – vista frontal

da face abaxial foliar, evidenciando estômato (es). **I** – secção transversal do bordo foliar, mostrando cutícula (ct), epiderme (ep), parênquima esponjoso (ps), parênquima paliçádico (pp), esclerênquima (ec), floema (fl) e xilema (xi). **J** - secção transversal da lâmina foliar, evidenciando cutícula (ct), duto secretor (ds), epiderme (ep), feixe vascular (fv), parênquima esponjoso (ps) e parênquima paliçádico (pp). **K** – desenho esquemático da secção transversal da nervura central e lâmina foliar, mostrando colênquima (co), cutícula (ct), duto secretor (ds), esclerênquima (ec), floema (fl), parênquima esponjoso (ps), parênquima paliçádico (pp) e xilema (xi). **L** – detalhe da face abaxial da nervura central em secção transversal, evidenciando colênquima (co), cutícula (ct), drusa (dr), duto secretor (ds), epiderme (ep) e tricoma tector simples (tt). **M**– desenho esquemático do caule em secção transversal, mostrando medula (me) e tricoma tector (tt). **N** – Detalhe do caule, em secção transversal, evidenciando colênquima (co), duto secretor (ds), esclerênquima (ec), floema (fl) e xilema (xi). **O** – tricoma tector simples. **P** – tricoma glandular capitado. **Q** – grão de pólen. **R** - tricoma glandular flageliforme. **S** – cristais prismáticos de oxalato de cálcio.

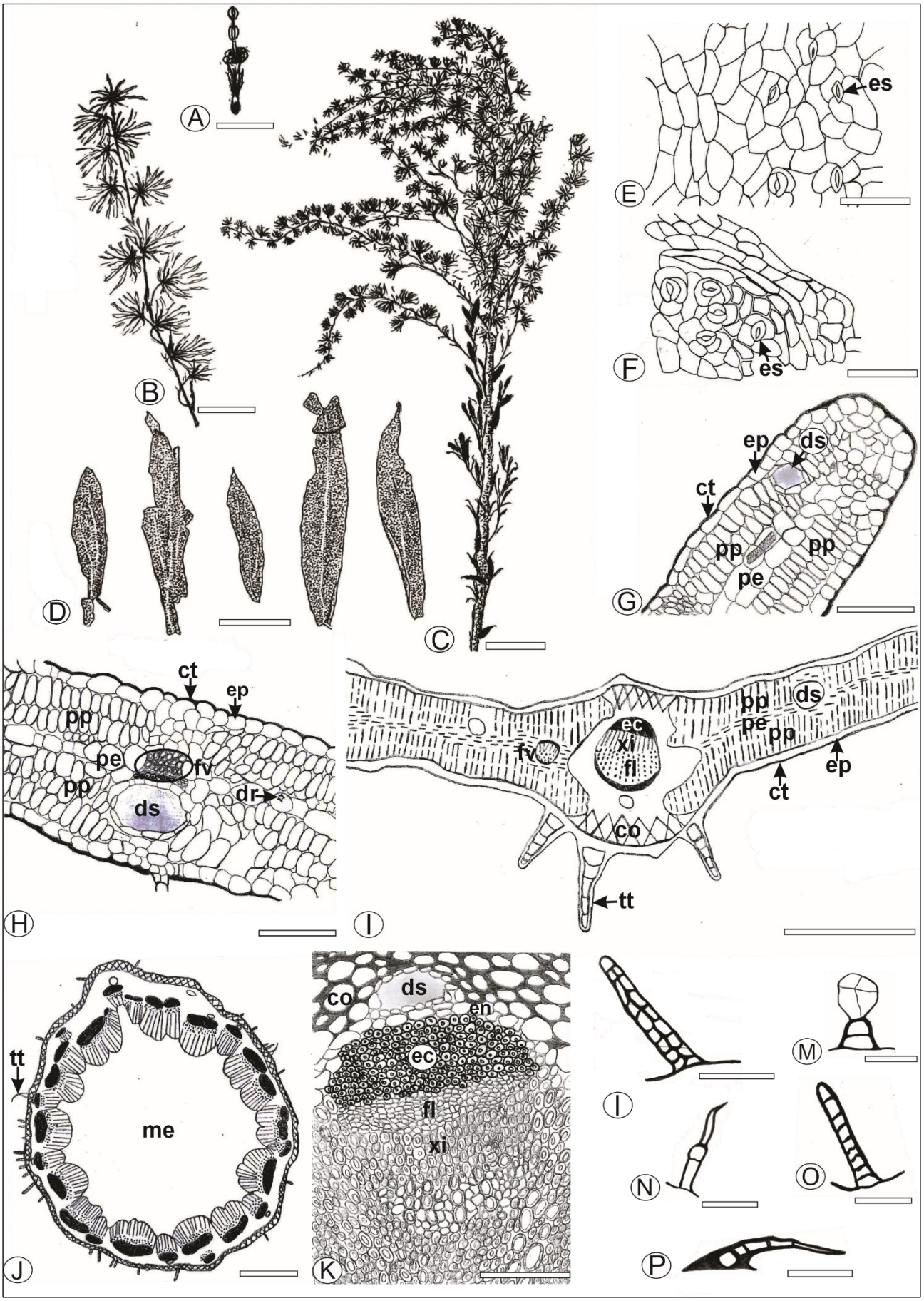

A
B
C
D
E
es
F
es
G
ep
ds
ct
pp
pp
pe
H
ct
ep
pp
pe
fv
pp
ds
dr
I
pp
ds
ec
xi
pe
pp
fv
fl
ep
ct
co
tt
J
tt
me
K
co
ds
en
ec
fl
xi
I
M
N
O
P

**Figura 2 - Aspectos macroscópicos e microscópicos e microscópicos do pó em *Solidago microglossa* DC.**

_____

As escalas correspondem em **A** a 1 mm; em **B** e **D** a 1 cm; **C** a 2 cm; **E**-**H**, **K**, **L**, **P** a 50 µm; **I** a 200 µm; **J** a 500 µm; **M** e **O** a 20 µm; **N** a 25 µm.

**A** – flor do disco. **B** e **C** – inflorescências. **D** – folhas. **E** – vista frontal da face adaxial foliar, mostrando estômato (es). **F** – vista frontal da face abaxial foliar, evidenciando estômato (es). **G** – secção transversal do bordo foliar, mostrando cutícula (ct), duto secretor (ds), epiderme (ep), parênquima esponjoso (ps) e parêquima paliçádico (pp). **H** - secção transversal da lâmina foliar, evidenciando cutícula (ct), drusa (dr), duto secretor (ds), epiderme (ep), feixe vascular (fv), parênquima esponjoso (pe) e parênquima paliçádico (pp). **I** – desenho esquemático da secção transversal da nervura central e lâmina foliar, mostrando colênquima (co), cutícula (ct), duto secretor (ds), epiderme (ep), esclerênquima (ec), floema (fl), parênquima esponjoso (pe), parênquima paliçádico (pp), xilema (xi). **J** – desenho esquemático do caule em secção transversal, mostrando medula (me) e tricoma tector (tt). **K** – detalhe do caule, em secção transversal, evidenciando colênquima (co), duto secretor (ds), esclerênquima (ec), floema (fl) e xilema (xi). **L** – tricoma tector bisseriado. **M** – tricoma glandular capitado. **N** - tricoma glandular flageliforme. **O** – tricoma tector unisseriado. **P -** tricoma tector simples.

# UVA-URSI, folha
## *Uvae ursi folium*

A droga vegetal consiste de folhas secas, íntegras ou rasuradas, de *Arctostaphylos uva-ursi* (L.) Spreng., contendo, no mínimo, 7,0% de arbutina anidra ($C_{12}H_{16}O_7$, 272,25).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

Folhas inteiras, coriáceas, rígidas e quebradiças, obovaladas, oblongo-espatuladas ou elípticas, de 1,2 a 3 cm de comprimento e 0,5 a 1,5 cm de largura; ápice obtuso ou arredondado, às vezes aparentemente emarginado, margens inteiras e levemente revolutas, base cuneiforme e atenuada em um curto pecíolo, de 0,3 a 0,5 cm de comprimento. Face adaxial de cor verde escura ou verde-oliva a castanho-esverdeada, glabra e brilhante, cerosa, finamente reticulada, com nervuras fortemente depressas. Face abaxial verde-amarelada a verde-pálido-acinzentada, glabra a levemente pubescente em folhas jovens, com tricomas pequenos e simples no pecíolo e sobre as nervuras principal e secundárias. As folhas jovens podem apresentar, na face abaxial, tricomas tectores unicelulares cônicos, frequentemente curvos. As nervuras são finamente reticuladas, mais salientes na face abaxial do que na adaxial, sendo as principais escuras. Fratura curta.

**B.** Descrição microscópica

Lâmina foliar hipoestomática, com mesofilo dorsiventral. Em vista frontal, as células da face adaxial da epiderme são poligonais-retilíneas a retangulares e as da face abaxial são poligonais, com estômatos ciclocíticos formados por seis a onze células subsidiárias, cujas células-guarda têm tamanho muito maior (cerca de 40 μm a 50 μm de comprimento). São visíveis gotas lipídicas. A cutícula, na face adaxial, é lisa e espessa e pode apresentar fendas irregulares que chegam à parede periclinal externa das células da epiderme; na face abaxial, mostra-se interrompida por espaços circulares correspondentes aos poros dos estômatos. Em secção transversal, a face adaxial da epiderme é formada por células achatadas, com paredes periclinais externas mais espessas do que as anticlinais e a face abaxial mostra cutícula espessa, interrompida pela abertura dos estômatos. O mesofilo é muito rico em cristais prismáticos de oxalato de cálcio e é formado por três a cinco camadas de células paliçádicas, tendo cada camada espessura diferente, dando ao tecido um aspecto irregular. O parênquima esponjoso possui células braciformes, frouxas, onde se distribuem feixes vasculares secundários e terciários, revestidos de fibras, acompanhadas de extensão de bainha parenquimática para ambas as faces. A nervura principal é plano-convexa, e o feixe vascular é do tipo colateral em arco aberto, apresentando, em ambas as faces, um colênquima angular bem desenvolvido, com numerosos cristais prismáticos de oxalato de cálcio. O pecíolo, em secção transversal, é plano-convexo, apresentando cutícula espessa, epiderme com tricomas simples e estômatos. O parênquima fundamental possui células com paredes espessadas e preenche quase que a totalidade dessa região, exceto nas porções laterais do feixe vascular, onde ocorre um aerênquima. Compostos fenólicos são encontrados no colênquima, parênquima, aerênquima, floema e, em menor quantidade, no xilema.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração amarela a oliva-claro, raro verde-escura; fragmentos de cutícula isolada e com fendas; cutícula com interrupções, de forma circular, nos locais onde ocorrem os estômatos; fragmentos de células epidérmicas mostrando a espessa cutícula; fragmentos de epiderme com células poligonais de paredes espessas sem estômatos, caracterizando a face adaxial

ou fragmentos com estômatos ciclocíticos, como descritos para a face abaxial; células da epiderme da face abaxial menores do que as da face adaxial, quando em vista frontal; paredes anticlinais com campos de pontoações primários pouco visíveis; tricomas simples, unicelulares, curtos, retos ou sinuosos ou seus fragmentos; fragmentos da epiderme da face abaxial em vista frontal podem mostrar cicatrizes da base dos tricomas; sob a epiderme, frequentemente ficam visíveis restos de células clorofiladas; fragmentos da lâmina em secção transversal inteiros são raros; ocasionalmente são visíveis os parênquimas paliçádico e esponjoso, contendo pigmentos castanho-alaranjados; fragmentos das nervuras principal e secundárias em secção transversal com pigmentos; fragmentos de feixes vasculares mostrando elementos helicoidais, unidos a fibras estreitas e lignificadas, associadas com fibras cristalíferas contendo prismas monoclínicos de oxalato de cálcio, de até 30 μm de comprimento; cristais prismáticos de oxalato de cálcio, em células parenquimáticas dos feixes vasculares ou livres, de tamanho variável, os menores frequentemente formando pequenos agrupamentos; grupos de fibras de paredes espessas, lignificadas e com poucas pontoações, são frequentemente associados a células parenquimáticas contendo prismas de oxalato de cálcio; grupos de traqueídes e elementos de vaso; fibras isoladas, de forma irregular com pontoações conspícuas; fragmentos de células com substância pardo-amarelada, que por adição de solução de cloreto férrico SR, cora de negro-azulado.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico anidro e água (88:6:6).

*Solução amostra*: aquecer, sob refluxo, 0,5 g da droga em pó (355 μm) **(5.2.11)** e 5 mL da mistura de água e álcool metílico (1:1), durante 10 minutos. Filtrar o extrato ainda quente, completar o volume para 5 mL com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Solução referência (1)*: preparar uma solução a 2,5 mg/mL de ácido gálico em álcool metílico.

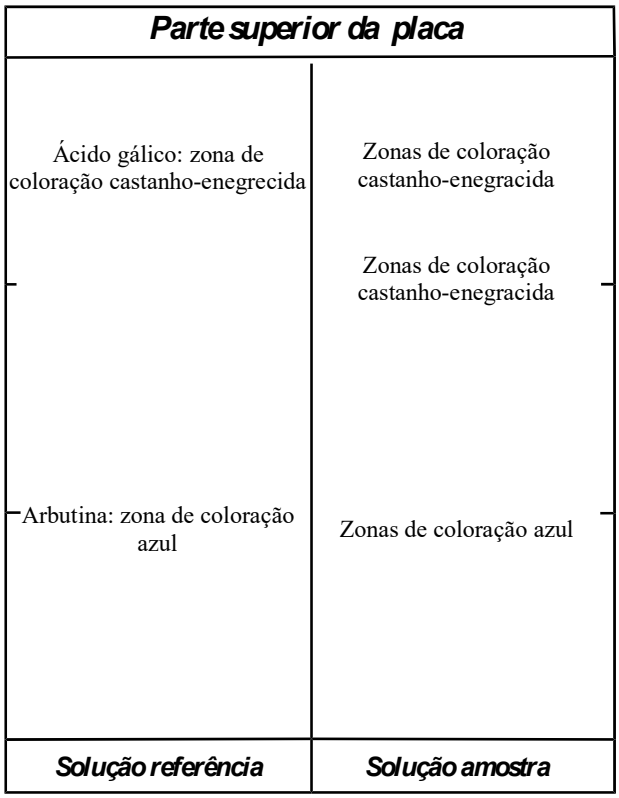
*Solução referência (2)*: preparar uma solução a 2,5 mg/mL de arbutina em álcool metílico.

*Revelador (1)*: solução de 2,6-dicloroquinona-4-clorimida 10 g/L em álcool metílico.

*Revelador (2)*: solução de carbonato de sódio 20 g/L.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 μL da *Solução amostra*, 10 μL da *Solução referência (1)*, e 10 μL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com o *Revelador (1)* e deixar secar ao ar durante 15 minutos, e, após, nebulizar com o *Revelador (2)*, deixar secar ao ar por mais 30 minutos. Visualizar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, a *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** *Método gravimétrico*. No máximo 10,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 5%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Folhas de colorações diferentes.** No máximo 10,0%.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Arbutina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 280 nm; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura de (22 ± 2) °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,2 mL/minuto. Sistema isocrático.

*Fase móvel*: água e álcool metílico (90:10).

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,800 g da droga vegetal seca e pulverizada (250 µm) **(5.2.11)** em balão de fundo redondo de 100 mL. Adicionar 20 mL de água, e aquecer em banho-maria, sob refluxo, durante 30 minutos. Esfriar o conteúdo do balão e filtrar o líquido em pequena porção de algodão. Transferir o resíduo e o algodão para o balão de fundo redondo e adicionar 20 mL de água. Aquecer em banho-maria, sob refluxo, durante 30 minutos. Esfriar o conteúdo do balão e filtrar o líquido em papel de filtro. Combinar os filtrados e diluir em balão volumétrico de 50 mL com água, completar o volume e homogeneizar. Filtrar em papel de filtro, descartando os primeiros 10 mL do filtrado. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (1)*: dissolver 50 mg de arbutina na *Fase móvel* e diluir em balão volumétrico de 50 mL com a *Fase móvel*, completar o volume e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (2)*: dissolver 2,5 mg de hidroquinona na *Fase móvel*, diluir em balão volumétrico de 10 mL com a *Fase móvel* e homogeneizar. A 5 mL dessa solução, adicionar 2,5 mL da *Solução referência (1)*, diluir em balão volumétrico de 10 mL com a *Fase móvel*, completar o volume e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência (1),* 20 µL da *Solução referência (2)* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos referentes a arbutina. O tempo de retenção médio é de aproximadamente quatro minutos. Calcular o teor de arbutina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{\mathrm{A}_a \times m_r \times \mathrm{FD}_a}{\mathrm{A}_r \times m_a \times \mathrm{FD}_r} \times 100$$

em que,

TA = teor de arbutina % (p/p);
$A_a$ = área sob o pico correspondente à arbutina na *Solução amostra*;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à arbutina na *Solução referência (1)*;
$m_a$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
$m_r$ = massa em gramas da arbutina, utilizada para preparação da *Solução referência (1)*, considerando a pureza da substância de referência.
$FD_a$ = fator de diluição da *Solução amostra* (50);
$FD_r$ = fator de diluição da *Solução referência* (50);
100 = fator de conversão para teor em % (g/ 100 g).

*Adequabilidade do sistema*: resolução mínima de 4,0 entre os picos equivalentes a arbutina e a hidroquinona no cromatograma obtido com a *Solução referência (2)*.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

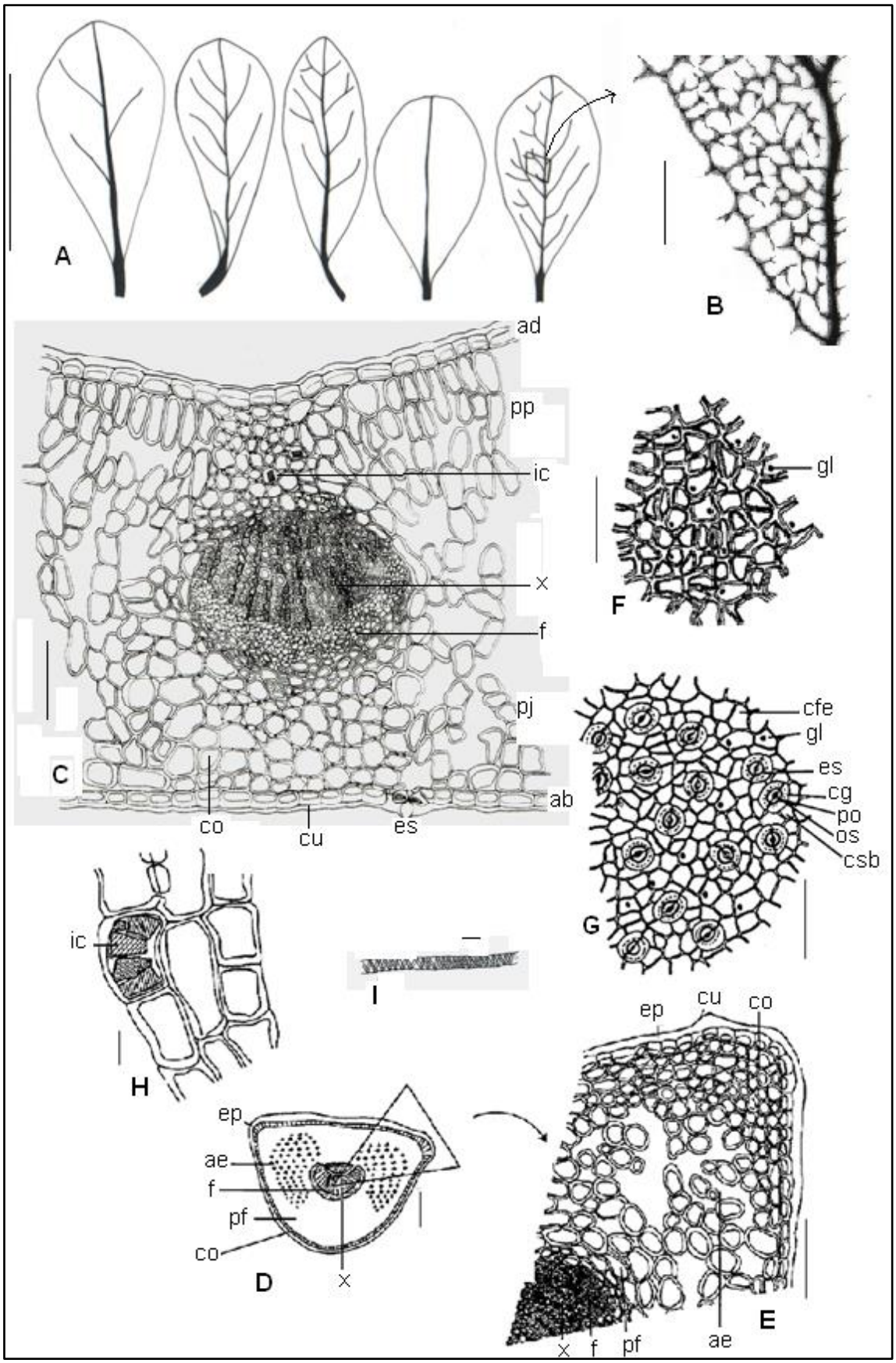



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Arctostaphylos uva-ursi* (L.) Spreng.**

As escalas correspondem em A a 2 cm, em B a 0,1 cm, em C, E, F, G a 100 µm, em D a 200 µm, em H a 20 µm e em I a 10 µm.

**A –** variação da lâmina foliar: obovalada, oblongo-espatulada ou elíptica. **B** - detalhe da nervação foliar da face adaxial de um segmento da lâmina, em vista frontal, indicado em A. **C -** região da nervura principal em secção transversal; face abaxial (ab); face adaxial (ad); colênquima (co); cutícula (cu); estômato (es); floema (f); idioblasto cristalífero (ic); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); xilema (x). **D** - aspecto geral da região do pecíolo, em secção transversal; aerênquima (ae); colênquima (co); epiderme (ep); floema (f); parênquima fundamental (pf); xilema (x). **E** - detalhe de uma porção do pecíolo, em secção transversal, assinalado em D; aerênquima (ae); colênquima (co); cutícula (cu); epiderme (ep); floema (f); parênquima fundamental (pf); xilema (x). **F** - células epidérmicas da face adaxial da lâmina foliar, em vista frontal; gotas lipídicas (gl). **G** - células epidérmicas da face abaxial da lâmina foliar, em vista frontal, com estômatos ciclocíticos; célula fundamental epidérmica (cfe); célula-guarda (cg); célula subsidiária (csb); estômato (es); gotas lipídicas (gl); ostíolo (os); poro (po). **H** - detalhe de células parenquimáticas e prismas de oxalato de cálcio; ic: idioblasto cristalífero (ic). **I** - detalhe de um elemento de vaso com espessamento helicoidal.

# VALERIANA, rizoma e raiz
## *Valerianae rhizoma et radix*

A droga vegetal consiste dos órgãos subterrâneos (raízes, rizomas e estolões), secos, inteiros ou fragmentados, de *Valeriana officinalis* L., contendo, no mínimo, 0,3% de óleos essenciais e, no mínimo, 0,17% de ácidos sesquiterpênicos totais, expressos em ácido valerênico ($C_{15}H_{22}O_2$, 234,34).

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Descrição macroscópica

A droga vegetal é composta por rizomas e muitas raízes fasciculadas e estolões subterrâneos que emergem do rizoma. O rizoma é castanho-acinzentado a castanho-amarelado, ereto, cônico, podendo alcançar 5 cm de comprimento e 3 cm em diâmetro; geralmente apresenta uma cicatriz, identificandoo local de inserção do caule e das folhas basais. As raízes têm aspecto estriado e a mesma coloraçãodo rizoma, com diâmetro de 1 a 3 mm e comprimento que pode ultrapassar 10 cm; as raízes laterais são delgadas, filiformes e frágeis. Os estolões são mais claros que o rizoma e apresentam os nós separados por entrenós estriados, com cerca de 2 a 5 cm de comprimento.

**B.** Descrição microscópica

Em secção transversal, a raiz adventícia apresenta células epidérmicas com paredes periclinais externas espessadas e cutinizadas, algumas com resquício de pelos absorventes. A exoderme é formada por uma ou duas camadas de células maiores, poligonais a quadrangulares, com paredes suberizadas, podendo apresentar gotículas de óleo. O córtex é formado por parênquima contendo grãos de amido. Ocasionalmente apresenta uma camada mais externa com células colenquimatosas econteúdo resinoso. A endoderme consiste de uma única camada de células parenquimáticas com espessamento de suberina nas paredes anticlinais. O periciclo apresenta uma ou mais camadas de células parenquimáticas, geralmente desprovidas de grãos de amido. Os feixes vasculares formam um cilindro interrompido, intercalados por células parenquimáticas, que circundam uma medula preenchida por parênquima amilífero. Os estolões apresentam a mesma caracterização das raízes, porém, a epiderme e a exoderme podem ser substituídas por uma periderme com poucas camadas desúber e a medula pode apresentar células pétreas com paredes espessadas e pontoações simples. O rizoma mostra contorno irregular e uma organização tecidual mais complexa devido à distribuição dos feixes vasculares em direção às raízes e estolões. A epiderme e a exoderme são parcialmente substituídas por periderme pouco desenvolvida. O parênquima cortical é rico em amido e gotículas de substância resinosa e apresenta células pétreas. A endoderme é nítida e contém gotículas de óleo essencial. O parênquima medular contém amido e apresenta espaços intercelulares de vários tamanhos separados por septos transversais; células pétreas também estão presentes.

**C.** Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanho-clara; abundância de grãos de amido arredondados ou romboides isolados, medindo de 5 a 15 µm de diâmetro, com hilo em fenda ou estrelado, quando agregados formam grupos de dois a seis componentes, alcançando 20 µm em diâmetro; fragmentos de súber com células poligonais e conteúdo alaranjado; fragmentos de parênquima com grãos de amido; fragmentos de tecido vascular com elementos de vaso anelar, helicoidal ou reticulado, curtos ou alongados, com placa de perfuração simples e parênquima vascular associado, raros elementos de vaso pontoados.

**D.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$.

*Fase móvel*: ciclohexano, acetato de etila e ácido acético glacial (60:38:2).

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 1 g da droga vegetal e adicionar 10 mL de álcool metílico. Levar ao ultrassom durante 10 minutos. Filtrar. Secar o extrato em banho-maria até resíduo, em temperatura não superior a 60 °C. Suspender o resíduo em 1 mL de álcool metílico e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência (1)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de ácido valerênico em álcool metílico, para obter a concentração de 100 µg/mL

*Solução referência (2)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de ácido acetoxivalerênico em álcool metílico, para obter a concentração de 100 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 15 µL da *Solução referência (1),* 15 µL da *Solução referência (2)* e 15 µL da *Solução amostra.* Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com anisaldeído SR, aquecer entre 100 ºC e 105 °C durante cinco minutos. Examinar a placa sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, a *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Ácido valerênico: zona de coloração violeta | Zona de coloração violeta |
| Ácido acetoxivalerênico: zona de coloração violeta | Zona de coloração violeta |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Perda por dessecação (5.2.9.1)**. *Método gravimétrico*. No máximo 12,0%.

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 5,0% de base de caule e no máximo 2,0% de outras matérias.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 12,0%.

**Cinzas insolúveis em ácido (5.4.1.5.3).** No máximo 5,0%.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Óleos voláteis**

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* **(5.4.1.6)**. Utilizar balão de fundo redondo de 1000 mL contendo 500 mL de água como líquido de destilação. Pesar, com exatidão, cerca de 50,0 g da droga vegetal pulverizada, imediatamente após moagem. Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil. Destilar durante quatro horas. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

**Ácidos sesquiterpênicos**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 215 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 μm), mantida à temperatura de 30 °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,5 mL/minuto.

*Eluente (A)*: ácido fosfórico 5 mL/L e acetonitrila (80:20)

*Eluente (B)*: acetonitrila e ácido fosfórico 5 mL/L (80:20)

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 5 | 55 | 45 | isocrática |
| 5 - 15 | 55 → 20 | 45 → 80 | gradiente linear |
| 15 - 25 | 20 | 80 | isocrática |
| 25 - 28 | 20 → 55 | 80 → 45 | gradiente linear |
| 28 - 30 | 55 | 45 | isocrática |

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 1,00 g da droga vegetal pulverizada (500 μm) **(5.2.11)**e transferir para balão de fundo redondo. Adicionar 20 mL de álcool metílico e aquecer em banho- maria a temperatura de 70 °C, sob refluxo, durante 30 minutos. Após resfriamento, filtrar em algodãopara balão de fundo redondo de 100 mL. Extrair novamente o resíduo da droga e o algodão com 20 mL de álcool metílico e aquecer, sob refluxo, por mais 10 minutos. Filtrar, reunir todos os filtrados no balão de fundo redondo de 100 mL e secar até resíduo em rotaevaporador, com temperatura não superior a

60 °C. Dissolver o resíduo em 5 mL de álcool metílico e levar ao ultrassom durante cincominutos. Transferir a solução para balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com álcool metílico e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de ácido valerênico em álcool metílico, para obter uma solução a 100 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O pico do ácido acetoxivalerênico é identificado pelo cálculo do tempo de retenção relativo, utilizando o ácido valerênico como referência. O tempo de retenção relativo do ácido acetoxivalerênico é de aproximadamente 0,6. Calcular o teor de ácidos sesquiterpênicos, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TAST} = \frac{\mathrm{C_r} \times (\mathrm{A_1} + \mathrm{A_2}) \times 10 \times 100}{\mathrm{A_r} \times m}$$

em que,

TAST = teor de ácidos sesquiterpênicos % (p/p);
$C_r$ = concentração do ácido valerênico na *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao ácido valerênico na *Solução referência*;
$A_1$ = área sob o pico correspondente ao ácido acetoxivalerênico na *Solução amostra*;
$A_2$ = área sob o pico correspondente ao ácido valerênico na *Solução amostra*;
$m$ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
10 = fator de diluição; e
100 = fator de conversão para teor em % (g/100 g).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

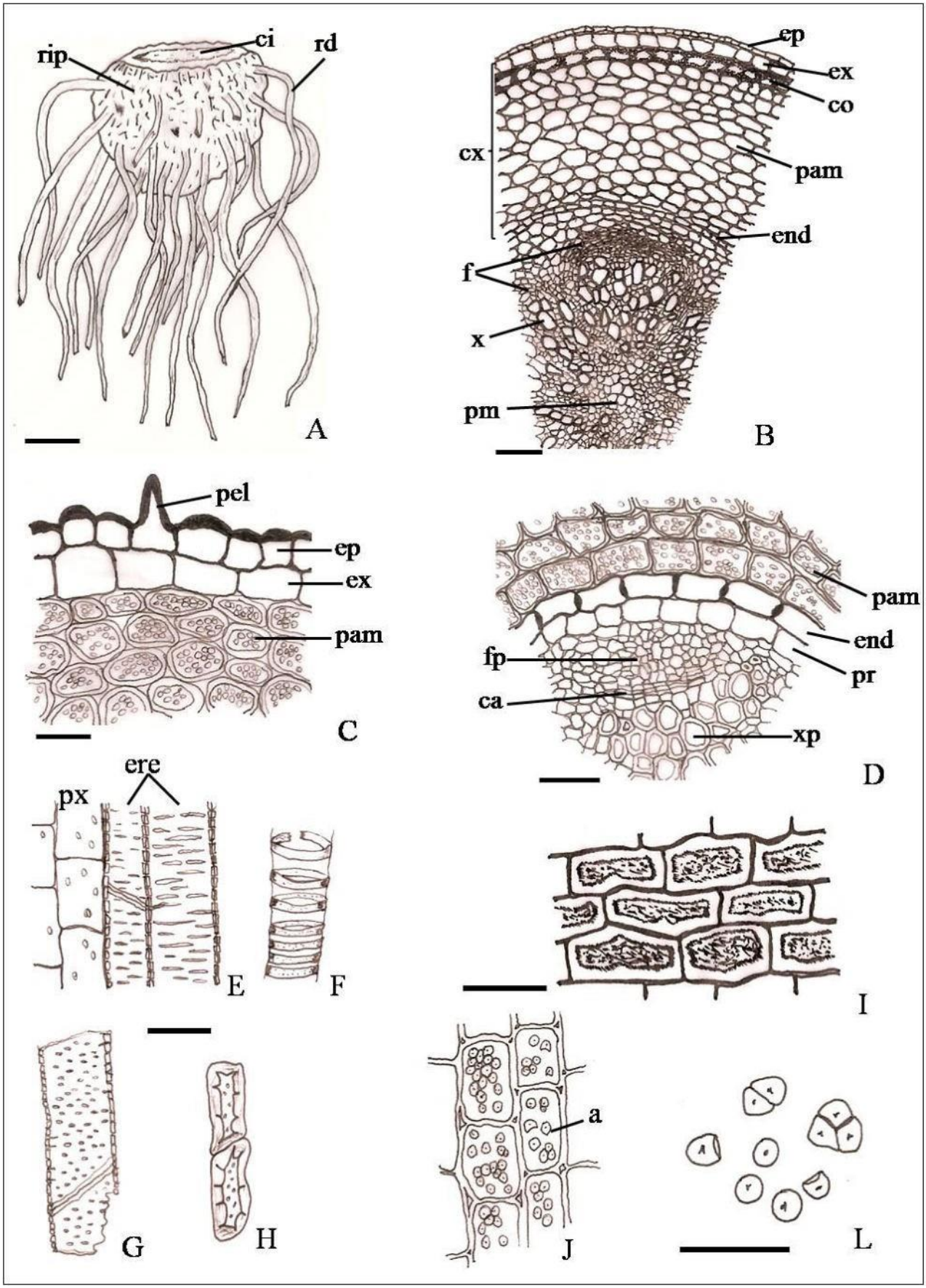



**Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Valeriana officinalis* L.**

As escalas correspondem em **A** a 1 cm; em **B** a 200 µm e em **C** a **L** a 50 µm.

**A** - aspecto geral do rizoma (rip) e das raízes adventícias (rd); destaque para a cicatriz (ci) na região de inserção do caule.**B** - secção transversal de porção do rizoma mostrando a epiderme (ep); região cortical (cx) com exoderme (ex), colênquima (co), parênquima amilífero (pam), endoderme (end); floema (f); xilema (x); parênquima medular (pm). **C** - detalhe de porção externa do córtex; epiderme (ep); pelo absorvente (pel); exoderme (ex); parênquima amilífero (pam). **D** - detalhe da região interna da raiz mostrando o parênquima amilífero (pam); as células alongadas e o espessamento daparede anticlinal da endoderme (end); periciclo (pr); floema primário (fp); xilema primário (xp); câmbio vascular (ca). **E**a **L** – detalhes observados no pó. **E** - fragmentos de elementos de vaso com espessamento reticulado (ere) com parênquima do xilema associado (px). **F** - fragmento de elemento de vaso com espessamento anelar. **G** - fragmento de elemento de vaso com espessamento pontoado. **H** - células pétreas. **I** - células do súber com conteúdo alaranjado. **J** - parênquima comgrãos de amido (ga). **L** - grãos de amido arredondados ou romboides isolados ou agregados.

# PREPARAÇÕES VEGETAIS – TINTURAS

# ACÔNITO, tintura
## *Aconiti tinctura*

A tintura é obtida a partir de raízes tuberosas de *Aconitum napellus* L., contendo, no mínimo, 0,05% de alcaloides totais expressos em aconitina ($C_{34}H_{47}NO_{11}$, 645,74).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração alaranjado claro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

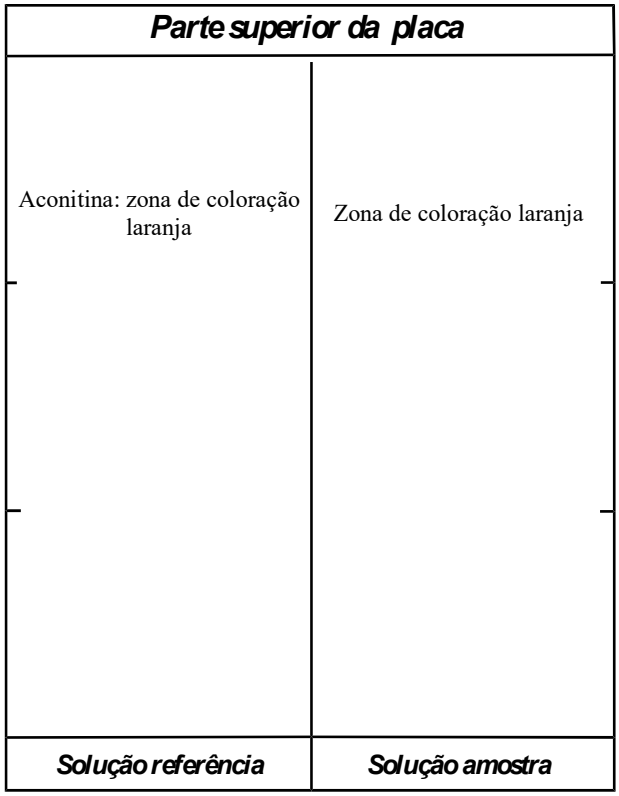
*Fase móvel*: tolueno, acetato de etila e dietilamina (35:10:5).

*Solução amostra*: medir 20 mL da tintura e adicionar solução hidróxido de amônio 6 *M* até pH 9,0. Transferir para um funil de separação e extrair duas vezes com 20 mL de éter etílico. Combinar os extratos etéreos e secar em cápsula de porcelana, à 50 ºC em banho-maria. Suspender o resíduo em 1 mL de álcool metílico e filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de aconitina em álcool metílico, para obter a concentração de 200 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de iodeto de potássio e subnitrato de bismuto SR e após secagem da placa nebulizar com nitrito de sódio SR. Deixar a placa secar ao ar por 30 minutos e examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,896 a 0,903.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método II*. 65% (v/v) a 68% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 1,6% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Alcaloides totais expressos em aconitina**

*Solução amostra*: medir 20,0 mL da tintura e secar em cápsula de porcelana até resíduo. Adicionar 20 mL de água, solubilizar o resíduo e transferir para um erlenmeyer. Adicionar 1,6 mL de hidróxido de amônio a 40% (v/v) e 20 mL de éter etílico. Deixar em agitador magnético durante 30 minutos. Tampar o frasco com papel alumínio. Após o processo de extração, separar a fase etérea, e adicionar na fase aquosa, 0,8 mL de hidróxido de amônio a 40% (v/v) e 20 mL de éter etílico. Separar a fase etérea. Repetir o mesmo procedimento por mais três vezes. Combinar os extratos etéreos e secar em cápsula de porcelana, em banho-maria à 50 ºC. Suspender o resíduo em 5 mL de álcool etílico absoluto e adicionar 30 mL de água recém-fervida e utilizar em temperatura ambiente.

*Solução indicadora*: pesar, separadamente, 0,1 g de vermelho de metila e 0,1 g de azul de metileno, juntar em um recipiente e adicionar 50 mL de álcool etílico absoluto. Transferir para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com álcool etílico absoluto.

Procedimento: titular com ácido clorídrico 0,01 *M* até a cor da solução mudar de verde-claro para cinza-azul. Utilizar três gotas da *Solução indicadora*.

Cada mL de ácido clorídrico 0,01 *M* equivale a 6,037 mg de alcaloides totais expressos em aconitina. Calcular o teor de alcaloides totais, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{\mathrm{V} \times 6{,}037 \times 0{,}1}{m}$$

em que,

TA = teor de alcaloides totais expressos em aconitina % (p/p);
V = volume de ácido clorídrico 0,01 *M*, em mililitros, consumido na titulação; e
*m* = massa em gramas da tintura utilizada, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# ANGICO, tintura
## *Anadenantherae tinctura*

A tintura é obtida a partir de cascas secas de *Anadenanthera colubrina* (Vell.) Brenan, contendo, no mínimo, 1,0% de taninos totais e, no mínimo, 0,020% de catequina ($C_{15}H_{14}O_6$, 290,27).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 1:10 (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, de cor castanho escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

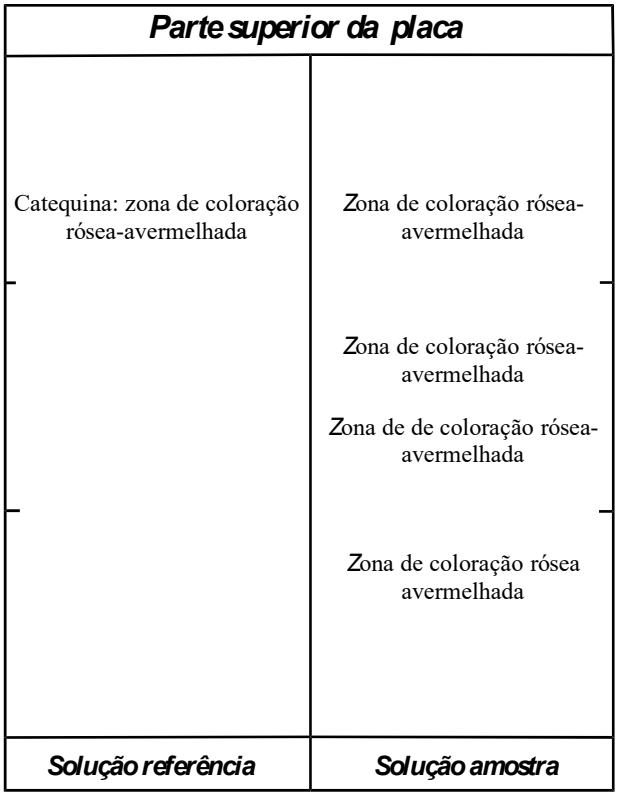
*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico e água (90:5:5).

*Solução amostra*: diluir cerca de 1 mL da tintura com 5 mL de álcool metílico.

*Solução referência*: pesar cerca de 1 mg de catequina e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar em capela de exaustão. Nebulizar a placa vanilina a 1% (p/v) em álcool etílico e, em seguida, nebulizar com ácido clorídrico.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9272 a 0,9971.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 65% (v/v) a 69% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 2,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Taninos totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 3,0 g da tintura, em balão volumétrico de 250 mL e completar o volume com água. Filtrar em papel de filtro. Descartar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir, volumetricamente, 5 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29%

(p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_1$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*: a 10 mL da *Solução estoque*, adicionar 0,1 g de pó de pele e agitar, mecanicamente, em erlenmeyer de 125 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_2$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, em água, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol em balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_3$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de taninos totais expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{(A_1 - A_2) \times m_2 \times 62{,}5}{A_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;
$A_3$ = absorvância medida para a *Solução referência*;
$m_1$ = massa em gramas da tintura utilizada;
$m_2$ = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

**Catequina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 280 nm; pré-coluna empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura ambiente de 24 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido fosfórico a 85% (99:1).

*Eluente (B)*: álcool metílico e ácido fosfórico a 85% (99:1).

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***luição*** |
|---|---|---|---|
| 0-15 | 70 → 50 | 30 → 50 | gradiente linear |
| 15-16 | 50 → 25 | 50 → 75 | gradiente linear |
| 16-17 | 25 → 70 | 75 → 30 | gradiente linear |
| 17-18 | 70 | 30 | isocrática |

*Solução amostra*: pipetar 50 µL da tintura e transferir para um balão volumétrico de 10 mL, completando o volume com água. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de catequina em água, para obter solução a 7,56 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção da catequina na amostra é de aproximadamente 6,1 minutos. Calcular o teor de catequina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TC} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a}{\mathrm{A}_r \times m} \times 10 \times 100$$

em que,

TC = teor de catequina % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à catequina na *Solução referência*;
$A_a$ = área sob o pico correspondente à catequina na *Solução amostra*;
*m* = massa em gramas da tintura utilizada, determinada pela densidade;
10 = fator de diluição.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado, ao abrigo da luz e do calor.

# ANIS-ESTRELADO, tintura
## *Anisi stellati fructus tinctura*

A tintura é obtida a partir de frutos secos de *Illicium verum* Hook. f., contendo, no mínimo, 0,6% de *trans*-anetol ($C_{10}H_{12}O$, 148,20).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de cor castanho-amarelado ou castanho-avermelhado, com odor característico de anetol.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

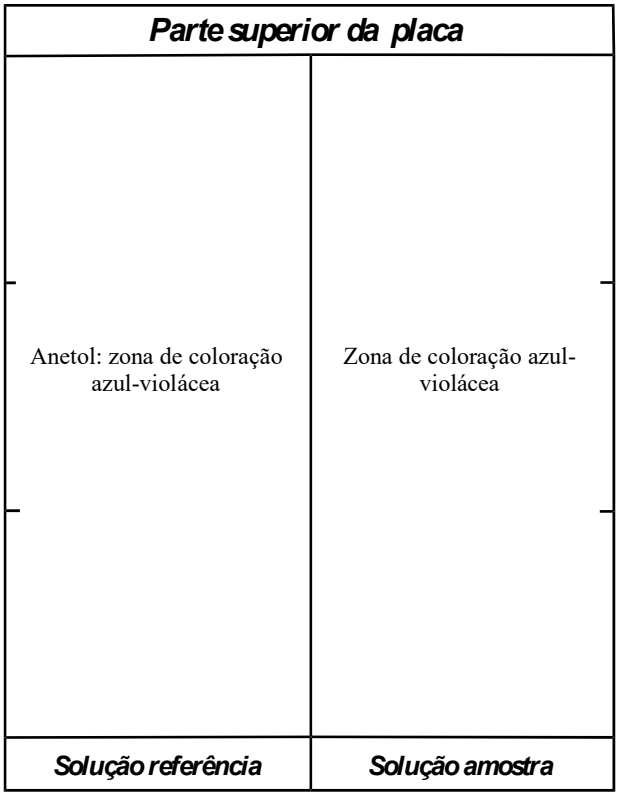
*Fase móvel*: mistura de hexano e tolueno (90:13).

*Solução amostra*: adicionar 5 mL da tintura em balão volumétrico de 10 mL e completar o volume com álcool etílico.

*Solução referência*: adicionar 30 µL de *trans*-anetol em balão volumétrico de 10 mL e completar o volume com tolueno.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 5 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR, aquecer a 105 °C durante três minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,8900 a 0,9200.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 70% (v/v) a 74% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 2,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

***Trans*-Anetol**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 258 nm, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura de 22 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto. Sistema isocrático.

*Fase móvel*: mistura de álcool metílico, água e ácido trifluoroacético (95:5:0,06).

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente medida de *trans*-anetol em álcool metílico, para obter solução a 0,02 µL/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução amostra*: diluir 130 µL de tintura em 50 mL de álcool metílico. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção do *trans*-anetol na amostra é de aproximadamente seis minutos. Calcular o teor de *trans*-anetol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a \times 50 \times 100}{\mathrm{A}_r \times m}$$

em que,

TA = teor de *trans*-anetol % (p/p);
$C_r$= concentração da *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$= área sob o pico correspondente ao anetol na *Solução referência*;
$A_a$= área sob o pico corresponde ao anetol na *Solução amostra*; e
*m* = massa em gramas da tintura, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipientes hermeticamente fechados ao abrigo da luz e do calor.

# AROEIRA, tintura
## *Schinus terebinthifolii tinctura*

A tintura é obtida a partir de cascas secas de *Schinus terebinthifolius* Raddi, contendo, no mínimo, 1,0% de taninos totais e, no mínimo, 0,01% de ácido gálico ($C_7H_6O_5$, 170,12) e 0,05% de catequina ($C_{15}H_{14}O_6$, 290,27).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por maceração ou percolação utilizando álcool etílico 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, de cor castanho amarelado ou castanho-avermelhado.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico e água (90:5:5).

*Solução amostra*: diluir 0,2 mL da tintura para 10 mL de álcool metílico.

*Solução referência (1)*: pesar cerca de 1 mg de ácido gálico e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Solução referência (2)*: pesar cerca de 1 mg de catequina e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra*, 20 µL da *Solução referência (1)*. Em outra cromatoplaca, aplicar, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver os cromatogramas. Remover as cromatoplacas e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa contendo *Solução referência (1)* com cloreto férrico a 1% (p/v); e a placa contendo *Solução referência (2)* com vanilina a 1% (p/v) em álcool etílico e, em seguida, nebulizar com ácido clorídrico.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução amostra*, a *Solução referência (1)* e a *Solução referência (2)*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| | Zona de coloração marron |
| Ácido gálico: zona de coloração azul acinzentada | Zona de coloração azul-acinzentada |
| ***Solução referência (1)*** | ***Solução amostra*** |

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Catequina: zona de coloração rósea-avermelhada | Zona de coloração rósea-avermelhada |
| | Zona de coloração rósea-avermelhada |
| | Zona de coloração rósea-avermelhada |
| ***Solução referência (2)*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Densidade relativa (5.2.29.1).** 0,9098 a 0,9147.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 66% (v/v) a 70% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 2,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Taninos totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 3 g de tintura de aroeira, transferir para um balão volumétrico de 250 mL e completar o volume com água. Filtrar a solução em papel de filtro e descartar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir, volumetricamente, 5 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL desta solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água destilada para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_1$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*: a 10 mL da *Solução estoque*, adicionar 0,1 g de pó de pele e agitar mecanicamente em erlenmeyer de 125 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Transferir volumetricamente 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água destilada para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_2$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, em água, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol, transferir, quantitativamente, para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar para obter a solução estoque do padrão. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água destilada para balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_3$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de taninos totais expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{(A_1 - A_2) \times m_2 \times 62{,}5}{A_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;

$A_3$ = absorvância medida para a *Solução referência*;
$m_1$ = massa em gramas da tintura utilizada; e
$m_2$ = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

**Ácido gálico e catequina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 280 nm; pré-coluna empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura ambiente de 24 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

*Eluente (A)*: ácido trifluoracético a 0,05%.

*Eluente (B)*: ácido trifluoracético a 0,05% em álcool metílico.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0-10 | 90 → 75 | 10 → 25 | gradiente linear |
| 10-20 | 75 → 60 | 25 → 40 | gradiente linear |
| 20-25 | 60 → 25 | 40 → 75 | gradiente linear |
| 25-28 | 25 → 90 | 75 → 10 | gradiente linear |
| 28-30 | 90 | 10 | gradiente linear |

*Solução amostra*: transferir, com auxílio de uma pipeta, 0,500 mL da tintura para um balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (1)*: dissolver quantidade, pesada com exatidão, de ácido gálico em água, para obter solução a 6,4 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (2)*: dissolver quantidade, pesada com exatidão, de catequina em água, para obter solução a 26 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência (1)*, 20 µL da *Solução referência (2)* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção do ácido gálico e catequina na amostra é de aproximadamente 12,0 e 21,0 minutos, respectivamente. Calcular os teores de ácido gálico e de catequina, em porcentagem, separadamente, segundo a expressão:

$$TC = \frac{C_r \times A_a}{A_r \times m} \times 10 \times 100$$

em que,

TC = teor de ácido gálico ou de catequina % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência (1)* ou *(2)* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao ácido gálico ou à catequina na *Solução referência (1)* ou *(2)*, respectivamente;
$A_a$ = área sob o pico correspondente ao ácido gálico ou à catequina na *Solução amostra*;
$m$ = massa em gramas datintura, determinada a partir da densidade; e

10 = fator de diluição.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# BÁLSAMO-DE-TOLU, tintura
## *Balsamum tolutanum tinctura*

A tintura é obtida a partir do oleorresina de *Myroxylon balsamum* (L.) Harms var. *balsamum*, contendo, no mínimo, 2,5% e, no máximo, 5,0% de ácidos livres ou combinados, expressos em ácido cinâmico ($C_9H_8O_2$, 148,16).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 80% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de cor castanho-amarelada ou castanho-avermelhada.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: tolueno e éter de petróleo (95:5).

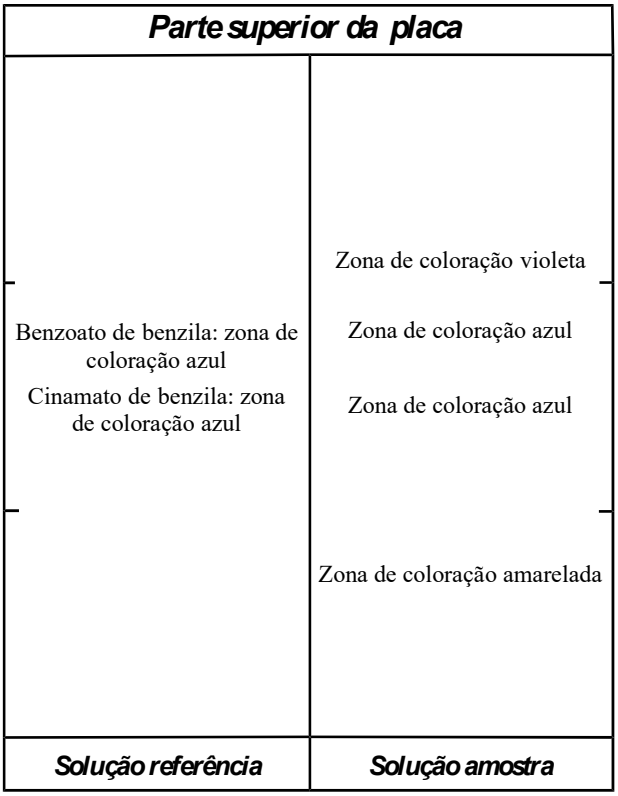
*Solução amostra*: diluir a tintura na proporção de 1:1 (v/v) em álcool etílico.

*Solução referência*: dissolver 50 µL de cinamato de benzila em 1 mL de cloreto de metileno, adicionar 50 µL de benzoato de benzila e completar o volume para 10 mL com cloreto de metileno.

*Revelador*: dissolver 1 g de vanilina em 100 mL de álcool metílico. Adicionar 4 mL de ácido clorídrico e 5 mL de ácido sulfúrico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR e aquecer em estufa entre 100 °C e 105 °C, durante cinco minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,880 a 1,100.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 76% a 84% (p/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 7,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Ácidos livres ou combinados expressos em ácido cinâmico**

Aquecer, sob refluxo, em banho-maria, 3,5 g da amostra com 25 mL de hidróxido de potássio 0,5 *M* em álcool etílico SV, durante uma hora. Evaporar o álcool etílico e aquecer o resíduo com 50 mL de água até que a solução fique homogênea. Após o resfriamento até temperatura ambiente, adicionar 80 mL de água e 50 mL da solução de sulfato de magnésio a 30 mg/mL. Misturar e deixar em repouso durante 10 minutos. Filtrar e lavar o resíduo com 20 mL de água. Reunir o filtrado e a água de lavagem, acidificar com ácido clorídrico concentrado e extrair quatro vezes com 40 mL de éter etílico. Desprezar a fase aquosa. Reunir os extratos orgânicos e extrair duas vezes com 20 mL, cada, e três vezes com 10 mL, cada, de solução de bicarbonato de sódio a 5% (p/v). Desprezar a fase etérea. Reunir os extratos aquosos, acidificar com ácido clorídrico concentrado e extrair uma vez com 30 mL, duas vezes com 20 mL, cada, e uma vez com 10 mL de cloreto de metileno. Reunir os extratos orgânicos e dessecar com 10 g de sulfato de sódio anidro. Filtrar e lavar o resíduo com 10 mL de

cloreto de metileno. Concentrar os extratos reunidos, sob pressão reduzida, até 10 mL e eliminar o restante do cloreto de metileno em corrente de ar na capela. Dissolver a quente o resíduo com 10 mL de álcool etílico neutralizado previamente em presença de solução de vermelho de fenol SI. Após resfriamento, titular com hidróxido de sódio 0,1 *M* SV, utilizando o mesmo indicador. Cada mL de hidróxido de sódio 0,1 *M* SV equivale a 14,816 mg de ácido cinâmico ($C_9H_8O_2$).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# BAUNILHA, tintura
## *Vanillae fructus tinctura*

A tintura é obtida a partir de frutos imaturos e secos de *Vanilla planifolia* Jacks. ex Andrews, contendo, no mínimo, 0,20% de vanilina ($C_8H_8O_3$, 152,15).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, castanho escuro, de odor característico de vanilina.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$, (0,20 mm).

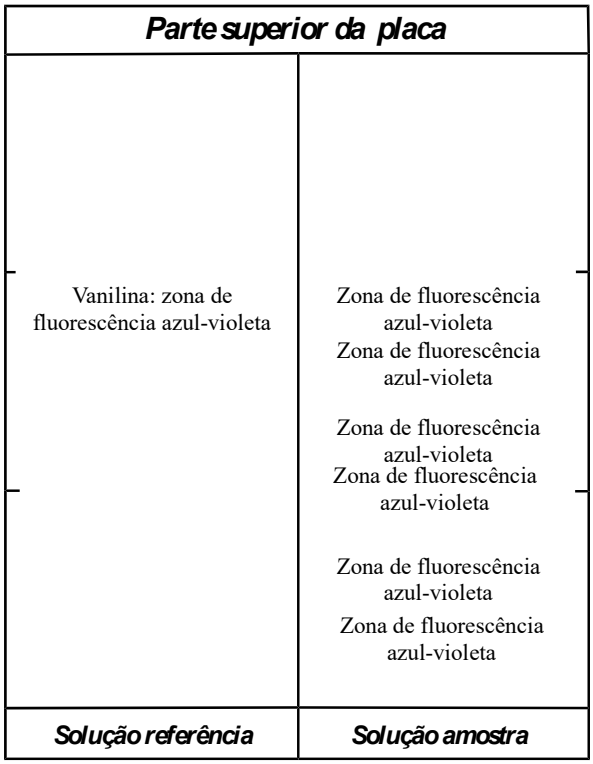
*Fase móvel*: ácido acético anidro, álcool metílico e cloreto de metileno (98,5:1:0,5).

*Solução amostra*: diluir 0,2 mL da tintura para 10 mL de álcool metílico. Diluir 0,04 mL da solução anterior para 2 mL de álcool metílico.

*Solução referência*: dissolver 1 mg de vanilina em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar em capela de exaustão. Após a secagem, examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir estão representadas as zonas obtidas com a *Solução referência* e a Solução amostra. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9081 a 0,9214.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 64% (v/v) a 67% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 4,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 280 nm; pré-coluna de 3,9 µm, coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura de 25 °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,0 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido acético glacial (99,5:0,5).

*Eluente (B)*: álcool metílico e ácido acético glacial (99,5:0,5).

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 10 | 90 → 70 | 10 → 30 | gradiente linear |
| 10 - 20 | 70 → 20 | 30 → 80 | gradiente linear |
| 20 - 25 | 20 → 20 | 80 →80 | gradiente linear |

| | | | |
|---|---|---|---|
| 25 -30 | 20 → 90 | 80 → 10 | gradiente linear |

*Solução amostra*: diluir 0,100 mL da tintura em balão volumétrico de 5 mL e completar o volume com álcool metílico. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de vanilina em álcool metílico, para obter solução a 40 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção da vanilina é de aproximadamente 13 minutos e 30 segundos. Calcular o teor de vanilina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TV} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a \times 5 \times 100}{\mathrm{A}_r \times m}$$

em que,

TV = teor de vanilina % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à vanilina na *Solução referência*;
$A_a$ = área sob o pico correspondente à vanilina na *Solução amostra*;
*m* = massa da tintura utilizada, determinada a partir da densidade; e
5 = fator de diluição.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz, do calor.

# BELADONA, tintura
## *Atropa beladona tinctura*

A tintura é preparada a partir das folhas de *Atropa belladonna* Solanaceae, contendo entre 0,025 e 0,033 % de atropina ($C_{17}H_{23}NO_3$, 289,37).

PREPARAÇÃO

A tintura é obtida a partir de 10% (p/v) por maceração ou percolação utilizando etanol a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, de cor castanho-esverdeada. Observa-se turvação após diluição em três volumes de água.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1).**

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: tolueno, acetato de etila e dietilamina (7:2:1).

*Solução amostra*: transferir, com pipeta volumétrica, 30 mL da tintura para balão de fundo redondo de 50 mL. Eliminar o solvente em evaporador rotatório sem a temperatura ultrapassar 40 ºC. Transferir o extrato seco para funil de separação de 125 mL, utilizando uma alíquota de 10 mL e duas alíquotas de 5 mL de ácido clorídrico a 5%, com auxílio de ultrassom. Reunir os extratos aquosos ácidos e lavar com três porções de 10 mL de cloreto de metileno, usando os primeiros 10 mL para limpar o resíduo do balão de fundo redondo de 50 mL. Desprezar as fases orgânicas das lavagens. Alcalinizar o extrato aquoso com hidróxido de amônio a 25% até pH 10. Extrair os alcaloides com seis porções de 10 mL de cloreto de metileno. Reunir as fases orgânicas e secá-las com 10 g de sulfato de sódio anidro. Filtrar em papel filtro para uma cápsula de porcelana, lavar o sulfato de sódio do papel filtro com 5 mL de cloreto de metileno. Evaporar o solvente até secura em banho maria, sem a temperatura ultrapassar 40 °C. Solubilizar o extrato seco de alcaloides em 0,5 mL álcool metílico.

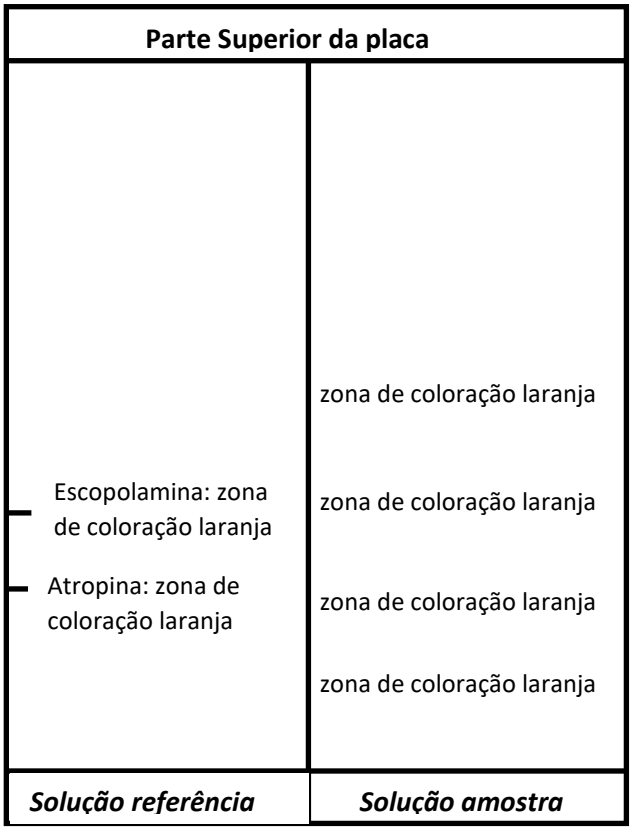
*Solução referência 1:* solução a 10 mg/mL de atropina em álcool metílico.

*Solução referência 2:* solução a 3 mg/mL de bromidrato de escopolamina em álcool metílico.

*Revelador:* Misturar volumes iguais de solução de iodeto de potássio a 40% (p/v) em água e de solução preparada dissolvendo 0,85 g de subnitrato de bismuto em mistura de 10 mL de ácido acético glacial e 40 mL de água. Diluir 1 volume dessa mistura com 2 volumes de ácido acético glacial e 10 volumes de água imediatamente antes do uso. (solução de iodeto de potássio e subnitrato de bismuto SR - Reagente de Dragendorff)

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 15 µL da *Solução amostra* e das *Soluções referência 1 e 2*. Desenvolver o cromatograma por 10 cm. Remover a cromatoplaca, deixar secar ao ar por 15 minutos. Após, deixar em estufa, em temperatura entre 100 °C e 105 °C durante 15 minutos. Deixar esfriar e nebulizar com o *Revelador* até o aparecimento de manchas alaranjadas.

*Resultados*: no esquema a seguir há as zonas obtidas com as *Soluções de referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, estar presentes.




**B.** Proceder conforme descrito em *Doseamento* para atropina

*Procedimento*: Injetar 10 µL da *Solução amostra*.

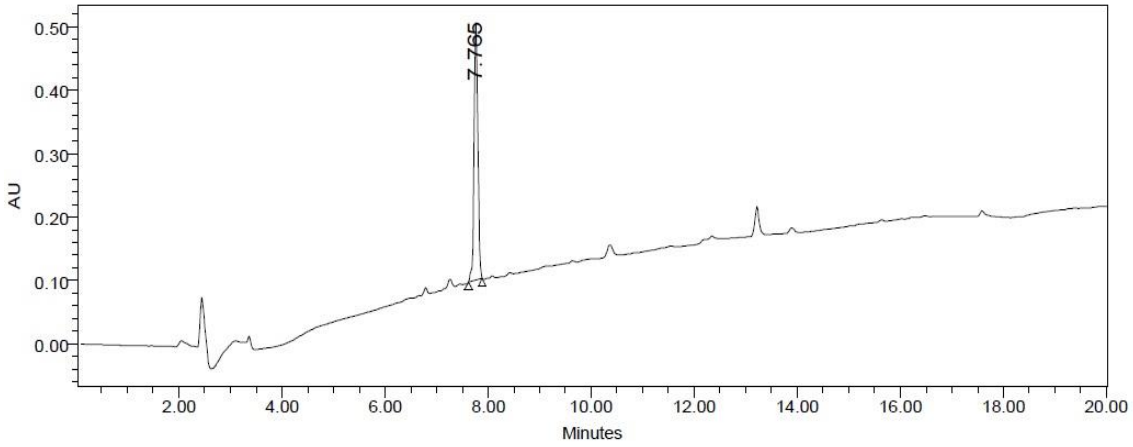



**Figura 1 – Perfil ilustrativo da *Solução amostra* de *Atropa beladona* tintura.**

TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,8900 a 0,9600.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** Entre 64 e 69% (v/v). Proceder conforme descrito em *Método por destilação*, *Tratamentos especiais, Líquidos com mais de 30% de álcool.*

**Álcool metílico e 2-propanol (5.3.3.8).** No máximo, 0,05% (v/v) de álcool metílico e 0,05% (v/v) de 2-propanol.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 2,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Atropina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 210 nm; pré-coluna empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano, coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura ambiente; fluxo da *Fase móvel* de 0,7 mL/minuto.
*Eluente A*: água e ácido trifluoracético (100:0,01, v/v).

*Eluente B*: acetonitrila e ácido trifluoracético (100:0,08, v/v).

*Gradiente de fase móvel*: adotar sistema de gradiente linear, conforme tabela a seguir.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente A (%)*** | ***Eluente B (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 | 95 | 5 | isocrática |
| 15 | 0 | 100 | gradiente linear |
| 20 | 0 | 100 | isocrática |

***Nota:*** *entre as corridas é necessário realizar um equilíbrio de 10 minutos com proporção dos solventes da Fase móvel A:B igual a 95:5 (este equilíbrio deve ser realizado entre as corridas e não inserido no gradiente de fase móvel descrito acima).*

*Solução amostra:* transferir, com pipeta volumétrica, 5 mL da tintura para balão de fundo redondo de 25 mL. Eliminar o solvente em evaporador rotatório sem a temperatura ultrapassar 40 ºC. Transferir o extrato seco do balão para funil de separação de 50 mL, utilizando três alíquotas de 5 mL de ácido clorídrico a 5%, com auxílio de ultrassom. Reunir os extratos aquosos e lavar com três porções de 10 mL de cloreto de metileno, usando os primeiros 10 mL para limpar o resíduo do balão de fundo redondo de 25 mL. Desprezar as fases orgânicas das lavagens. Alcalinizar o extrato aquoso com hidróxido de amônio a 25%até pH 10. Extrair os alcaloides com cinco porções de 10 mL de cloreto de metileno. Reunir as fases orgânicas e secá-las com 10 g de sulfato de sódio anidro. Filtrar em papel filtro para uma cápsula de porcelana, lavar o sulfato de sódio do papel filtro com 5 mL de cloreto de metileno. Evaporar o solvente até secura em banho maria, sem a temperatura ultrapassar 40 °C. Solubilizar o resíduo da cápsula de porcelana contendo os alcaloides com álcool metílico transferindo-o para balão volumétrico de 10 mL. Filtrar através de membrana 0,45 µm.

*Solução referência:* dissolver 12,5 mg de atropina em álcool metílico, e completar o volume para 25 mL com o mesmo solvente. Pipetar, 1,25 mL desta solução e completar o volume para 5 mL com o mesmo solvente.

*Procedimento:* injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e da *Solução amostra* em triplicata, registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção para a atropina é de cerca de 7,7 minutos. O resultado é expresso pela média das determinações em porcentagem e em gramas de droga vegetal, considerando a determinação de água, segundo a expressão:

$$\%\ atropina = \frac{\text{Cp x Aa}}{\text{Ap x m}}\ \text{x FD x } 100$$

em que,

Cp = concentração de atropina na *Solução referência*, em g/mL, considerando pureza do padrão;
Aa = área sob o pico correspondente à atropina no cromatograma obtido com a *Solução amostra*;
Ap = área sob o pico correspondente à atropina no cromatograma obtido com a *Solução referência*;
m = massa da amostra, em gramas, utilizada na preparação da *Solução amostra* considerando a densidade; e
FD = Fator de diluição da amostra (10).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# BENJOIM, tintura
## *Benzoe sumatranus tinctura*

A tintura é obtida a partir da resina balsâmica, obtida por incisões no tronco de *Styrax benzoin* Dryand., contendo, no mínimo, 4,0% (p/p) de ácidos totais, expressos como ácido benzoico ($C_7H_6O_2$, 122,12).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 20% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 80% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de cor castanho-amarelado ou castanho-avermelhado.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: hexano, éter isopropílico e ácido acético glacial (3:1:0,5).

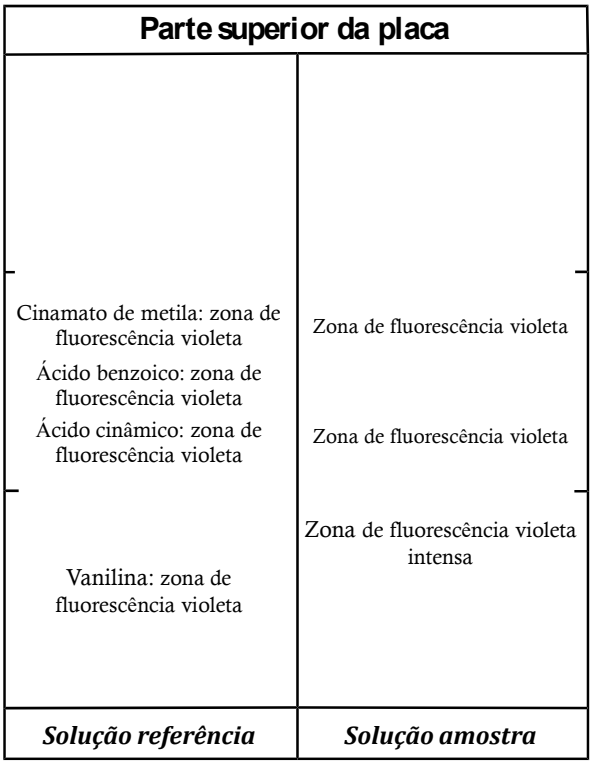
*Solução amostra*: diluir 50 µL da tintura em 950 µL de álcool etílico.

*Solução referência (1)*: preparar uma solução etanólica contendo 2,5 mg/mL de vanilina e 5 mg/mL de ácido benzoico.

*Solução referência (2)*: preparar uma solução etanólica contendo 2,5 mg/mL de ácido cinâmico e 2,5 mg/mL de cinamato de metila.

*Procedimento*: saturar previamente a cuba com papel de filtro de 15×15 cm impregnado com a *Fase móvel* por 20 minutos. Aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra*, 10 µL da *Solução referência (1) e* 10 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, a *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,8480 a 0,9060.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Tratamentos especiais*, *Líquidos com mais de 30% de álcool etílico.* 76% (v/v) a 84% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1)**. Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 4,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Ácidos totais expressos em ácido benzoico**

Em balão de boca esmerilhada de 250 mL, introduzir 3,50 g da tintura e 15 mL de solução de hidróxido de potássio 0,5 *M* em álcool etílico SV. Aquecer, sob refluxo, em banho-maria, durante 30 minutos. Deixar esfriar, lavar o condensador com 20 mL de álcool etílico a 96%. Titular o excesso de hidróxido de potássio com ácido clorídrico *M* SV. Determinar o ponto final potenciometricamente. Realizar ensaio em branco e fazer as correções necessárias. Cada mL de solução de hidróxido de potássio 0,5 *M* em álcool etílico SV equivale a 61,05 mg de ácido benzoico ($C_7H_6O_2$).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# BOLDO, tintura
## *Boldus tinctura*

A tintura é obtida a partir de folhas secas de *Peumus boldus* Molina, contendo, no mínimo, 0,01% de alcaloides totais expressos em boldina.

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 60% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, castanho-esverdeado escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

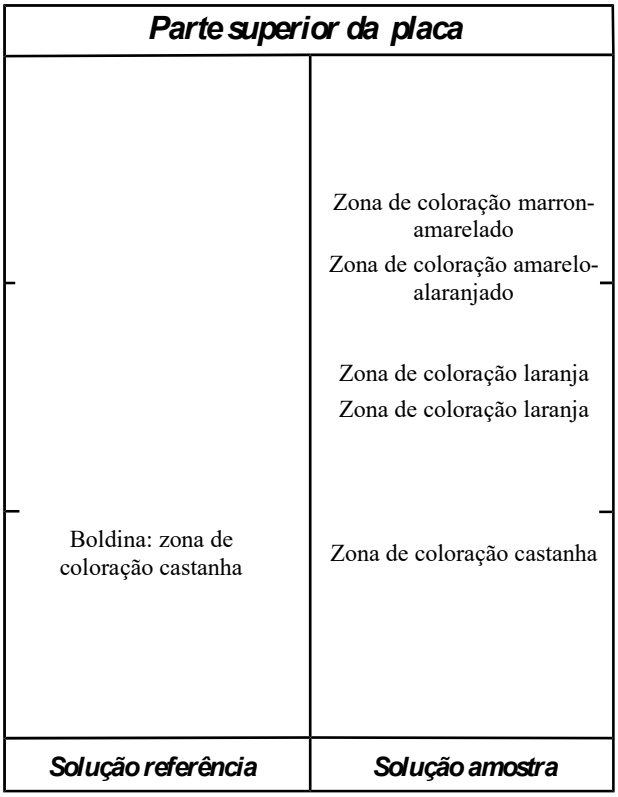
*Fase móvel*: tolueno, álcool metílico e dietilamina (80:10:10).

*Solução amostra*: evaporar 25 mL da tintura em banho-maria até a consistência de extrato mole. Extrair, com auxílio de bastão de vidro, o resíduo ainda quente, duas vezes, com 10 mL de ácido clorídrico 2 *M* em cada vez. Filtrar e alcalinizar o filtrado em pH 9,0 com hidróxido de amônio 6 *M*. Extrair o filtrado duas vezes, em funil de separação, com 20 mL de éter etílico em cada vez, com agitação moderada para evitar a formação de emulsão. Reunir as fases orgânicas e evaporar o solvente em banho-maria. Dissolver o resíduo em 0,5 mL de álcool metílico.

*Solução referência*: dissolver 2 mg de boldina SQR em 5 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Nebulizar a placa com solução de iodobismutato de potássio aquoacético. Deixar secar ao ar durante cinco minutos. Nebulizar a placa com nitrito de sódio SR. Examinar sob a luz visível após 30 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método por destilação*, *Tratamentos especiais, Líquidos com mais de 30% de álcool etílico*. 60 ± 5% (v/v).

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 2,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Alcaloides totais**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 304 nm; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura ambiente; fluxo da *Fase móvel* de 1,5 mL/minuto.

*Fase móvel*: mistura da *Eluente A* e *Eluente B* (16:84), preparadas como descrito a seguir.

*Eluente (A)*: mistura de 0,2 mL de dietilamina e 99,8 mL de acetonitrila.

*Eluente (B)*: mistura de 0,2 mL de dietilamina e 99,8 mL de água, ajustar o pH para 3,0 utilizando ácido fórmico anidro.

*Solução amostra*: pipetar uma alíquota de 10 mL da tintura, que equivale a 1 g da droga vegetal, evaporar, em banho-maria, a 80 °C até a consistência de extrato mole. Extrair, com auxílio de bastão

de vidro, o resíduo ainda quente com 50 mL de ácido clorídrico 2 *M* durante cinco minutos. Filtrar e repetir o procedimento mais uma vez com o resíduo obtido. Filtrar. Combinar os filtrados resfriados em funil de separação e agitar com 100 mL de uma mistura de hexano e acetato de etila (1:1). Descartar a fase orgânica. Ajustar o pH da fase aquosa para 9,0 utilizando hidróxido de amônio 6 *M*. Extrair a fase aquosa com porções de 100 mL, 50 mL e 50 mL de cloreto de metileno. Combinar as fases orgânicas e evaporar em rotaevaporador até a secura. Transferir o resíduo para balão volumétrico de 10 mL utilizando *Fase móvel* como diluente. Completar o volume com *Fase móvel* e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: pesar, com exatidão, cerca de 12 mg de boldina SQR. Dissolver essa quantidade em balão volumétrico de 100 mL utilizando *Fase móvel* como dissolvente. Completar o volume com *Fase móvel* e homogeneizar. Transferir 1 mL da solução obtida, utilizando pipeta volumétrica, para balão volumétrico de 10 mL. Completar o volume com *Fase móvel* e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução amostra*, mínimo 1,0 entre os picos referentes a isoboldina e a boldina.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos referentes a boldina e aos seis alcaloides descritos a seguir. Os tempos de retenção relativos à boldina, cujo tempo de retenção é de cerca de seis minutos, são, aproximadamente, 0,9 para isoboldina, 1,0 para boldina, 1,8 para *N*-óxido de isocoridina, 2,2 para laurotetanina, 2,8 para isocoridina e 3,2 para *N*-metil laurotetanina. Calcular o teor de alcaloides totais, expressos em boldina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{(\sum \mathrm{A}\ ) \times m_\mathrm{r}}{\mathrm{A_r}}$$

em que,

TA = teor de alcaloides totais expressos em boldina % (p/p);
ΣA = soma das áreas sob os picos correspondentes aos seis alcaloides identificados no cromatograma obtido com a *Solução amostra*;
$m_r$ = massa em gramas de boldina SQR na *Solução referência*, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à boldina na *Solução referência*.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CALÊNDULA, tintura
## *Calendulae tinctura*

A tintura é obtida a partir de flores secas de *Calendula officinalis* L., contendo, no mínimo, 0,04% de flavonoides totais, expressos como hiperosídeo ($C_{21}H_{20}O_{12}$, 464,38).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração marrom escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estácionária* sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico anidro e água (80:10:10).

*Solução amostra*: secar 1 mL da tintura até resíduo, em banho maria, em temperatura máxima de 60 °C. Adicionar 2 mL de álcool metílico e filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

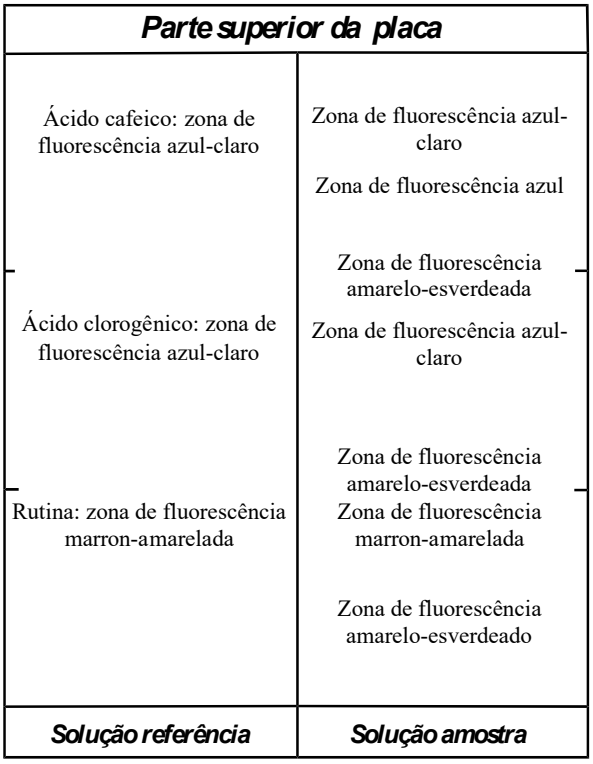
*Solução referência (1)*: dissolver uma quantidade, exatamente pesada, de rutina em álcool metílico, para obter a concentração de 250 µg/mL.

*Solução referência (2)*: dissolver uma quantidade, exatamente pesada, de ácido clorogênico em álcool metílico, para obter a concentração de 100 µg/mL.

*Solução referência (3)*: dissolver uma quantidade, exatamente pesada, de ácido cafeico em álcool metílico, para obter a concentração de 100 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra*, 20 µL da *Solução referência (1)*, 20 µL da *Solução referência (2)* e 20 µL da *Solução referência (3)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de difenilborato de aminoetanol a 1% (p/v) em álcool metílico, seguido de uma solução de macrogol 400 a 5% (p/v) em álcool etílico, aquecer a placa entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente cinco minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, a *Solução referência (2)*, a *Solução referência (3)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9122 a 0,9500.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método II*. 60% (v/v) a 64% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 7,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Flavonoides totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: em um balão de fundo redondo, adicionar 8,0 mL da tintura de calêndula. Acrescentar 1 mL de solução aquosa de metenamina 5 g/L, 20 mL de acetona e 7 mL de ácido clorídrico. A seguir, refluxar em banho-maria durante 30 minutos. Filtrar em papel de filtro, transferir para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com acetona e homogeneizar. Transferir 20 mL da solução para um funil de separação e adicionar 20 mL de água. Extrair com uma quantidade de 15 mL e, a seguir, com três quantidades de 10 mL de acetato de etila. Após o processo de extração reunir as fases de acetato de etila, transferir para outro funil de separação e lavar com duas quantidades de 50 mL de água. Transferir a fase acetato de etila para balão volumétrico de 50 mL, completar o volume com acetato de etila e homogeneizar.

*Solução amostra*: transferir 10 mL da *Solução estoque* para um balão volumétrico de 25 mL, adicionar 1 mL da solução de cloreto de alumínio a 2% (p/v) em solução de ácido acético a 5% (v/v) em álcool metílico. Completar o volume do balão volumétrico de 25 mL com a solução de ácido acético a 5% (v/v) em álcool metílico e homogeneizar.

*Solução branco*: transferir 10 mL da *Solução estoque* para um balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com a solução de ácido acético a 5% (v/v) em álcool metílico e homogeneizar.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* em 425 nm, após exatamente 30 minutos, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular o teor de flavonoides totais expressos em hiperosídeo, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TF} = \frac{\mathrm{A} \times 1{,}25}{m}$$

em que,

TF = teor de flavonoides totais expressos em hiperosídeo % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*; e
m = massa em gramas da tintura utilizada, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CAMOMILA, tintura
## *Matricariae flos tinctura*

A tintura é obtida a partir de capítulos florais secos de *Matricaria chamomilla* L., contendo, no mínimo, 0,025% de apigenina-7-*O*-glicosídeo ($C_{21}H_{20}O_{10}$, 432,38).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de cor laranja-amarelada ou castanho-esverdeado, com odor característico.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (97:3).

*Solução amostra*: diluir 500 µL da tintura em 500 µL de álcool etílico.

*Solução referência*: diluir 2 µL de camazuleno, 5 µL de levomenol e 10 mg de acetato de bornila em 5 mL de tolueno.

*Revelador*: dissolver 1 g de vanilina em 100 mL de álcool metílico. Adicionar 4 mL de ácido clorídrico e 5 mL de ácido sulfúrico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de vanilina sulfúrica SR, aquecer a 105 °C durante um minuto.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Camazuleno: zona de coloração vermelho-rosada | Zona de coloração vermelho-rosada |
| Acetato de bornila: zona de coloração azul-violácea | Zona de coloração azul-violeta |
| Levomenol: zona de coloração violácea | Zona de coloração violácea |
| | Zona de coloração violácea |
| | Zona de coloração amarelo-esverdeada |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Densidade relativa (5.2.5)**. 0,9010 a 0,9500.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1)**. 60% (v/v) a 70% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 2,5%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Apigenina-7-*O*-glicosídeo**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia líquida de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 340 nm; pré-coluna empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm); fluxo da *Fase móvel* de 0,6 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido fórmico (99,5:0,5).

*Eluente (B)*: álcool metílico e ácido fórmico (100:0,08).

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) %*** | ***Eluente (B) %*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|

| | | | |
|---|---|---|---|
| 0 – 3 | 75 → 50 | 25 → 50 | gradiente linear |
| 3 - 20 | 50 | 50 | isocrática |
| 20 - 23 | 50 → 0 | 50 → 100 | gradiente linear |
| 23 -30 | 0 | 100 | isocrática |
| 30 - 31 | 0 → 75 | 100 → 25 | gradiente linear |
| 31 - 40 | 75 | 25 | isocrática |

*Diluente*: mistura do *Eluente (A)* e *Eluente (B)* (75:25).

*Solução amostra*: diluir 25 µL da tintura em 975 µL do *Diluente*. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência:* dissolver 1,0 mg de apigenina-7-glicosídeo em 10,0 mL de álcool metílico. Diluir 250 µL até 2 mL com o *Diluente*. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Calcular o teor, em porcentagem, de apigenina-7-*O*-glicosídeo total, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{\mathrm{A}_a \times m_r \times \mathrm{FD}_a}{\mathrm{A}_r \times m_a \times \mathrm{FD}_r} \times 100$$

em que,

TA = teor de apigenina-7-*O*-glicosídeo % (p/p);
$A_a$ = área sob o pico correspondente à apigenina-7-*O*-glicosídeo na *Solução amostra*;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à apigenina-7-*O*-glicosídeo na *Solução referência*;
$m_a$ = massa em gramas da tintura, determinada a partir da densidade;
$m_r$ = massa em gramas de apigenina-7-*O*-glicosídeo na *Solução referência*, considerando a pureza da substância de referência;
$FD_a$ = fator de diluição da *Solução amostra* (1);
$FD_r$ = fator de diluição da *Solução referência* (80); e
100 = fator de conversão para teor em % (g/ 100 g).

*Adequabilidade do sistema*: preparar uma solução contendo 50 µg/mL de rutina em álcool metílico. Misturar 250 µL da solução de rutina e 250 µL da *Solução referência* de apigenina-7-*O*-glicosídeo descrita acima. Completar o volume a 1 mL. Injetar 10 µL dessa solução. O cromatograma obtido deve apresentar resolução mínima de dois minutos entre os picos de apigenina-7-*O*-glicosídeo e rutina.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CANELA-DO-CEILÃO, tintura
## *Cinnamomi corticis tinctura*

A tintura é obtida a partir de cascas secas de *Cinnamomum verum* J.Presl (syn. *Cinnamomum zeylanicum* Blume), contendo, no mínimo, 0,25% (p/p) de aldeído *trans*-cinâmico.

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 20% (p/v), por percolação, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS
Líquido límpido, vermelho acastanhado.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* (**5.2.17.1**).

*Fase estacionária*: sílica gel $F_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: cloreto de metileno.

*Solução amostra*: transferir 10 mL da amostra, 10 mL de solução saturada de cloreto de sódio e 5 mL de tolueno para um tubo de vidro com rolha esmerilhada. Misturar durante dois minutos e centrifugar durante 10 minutos. Utilizar a camada orgânica.

*Solução referência*: diluir 5 µL de eugenol, 25 µL de aldeído *trans*-cinâmico e 5 µL de *trans-2*-metoxicinamaldeído em tolueno, completar o volume para 10 mL como mesmo solvente e homogeneizar.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *solução amostra* e 20 µL da *solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Nebulizar a placa com solução de ácido fosfomolíbdico a 200 g/L em álcool etílico, examinar à luz do dia e aquecer entre 100 °C e 105 °C durante cinco a 10 minutos.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *solução referência* e a *Solução amostra*, após o exame sob a luz ultravioleta e após nebulização com solução de ácido fosfomolíbdico, na ordem. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| *trans*-2-Metoxi-cinamaldeido: zona de fluorescência azul-clara | Zona de fluorescência azul-clara<br>Zona de fluorescência azul |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

| **Parte superior da placa** | |
|---|---|
| Eugenol: zona de coloração azul<br>Aldeido *trans*-cinamico: zona de coloração azul-escuro | Zona de coloração azul de fraca intensidade<br>Zona de coloração azul-escuro |
| *trans*-2-Metoxi-cinamaldeido: zona de coloração esverdeada fraca | Zona de coloração acastanhada<br>Zona de coloração azul acinzentado |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,87 a 0,092.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Tratamentos especiais*, *Líquidos com mais de 30% de álcool etílico*. 64% (v/v) a 70% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo, 1,5% (p/p). Determinar em 5,0 g de tintura.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Aldeído *trans*-cinâmico**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4).** Utilizar cromatógrafo provido de detector de ultravioleta a 292 nm; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com C-18 (5 µm); fluxo da *Fase móvel* de 1,0 mL/minuto.

*Fase móvel*: água e álcool metílico (1:1).

*Solução amostra*: transferir analiticamente, 1,0 mL da tintura de canela-do-ceilão para balão volumétrico de 25 mL, completa o volume com álcool metílico e homogeneizar. Transferir 1,0 mL da solução para um balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com álcool metílico e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de aldeído *trans*-cinâmico (cerca de 13 mg) em álcool metílico para obter solução a 0,520 mg/mL (em balão volumétrico de 25 mL).

*Soluções para curva analítica*: diluir 2,0 mL da *Solução referência* em balão volumétrico de 50 mL completando o volume com álcool metílico, obtendo solução a 20,8 µg/mL. Transferir 2,0, 3,0, 4,0, 5,0, 6,0, 7,0 e 8,0 mL dessa solução para balões volumétricos de 10 mL, completar os volumes com álcool metílico e homogeneizar, obtendo-se as concentrações de 4,16 µg/ mL, 6,24 µg/ mL, 8,32 µg/ mL, 10,4 µg/ mL, 12,48 µg/ mL, 14,56 µg/ mL e 16,64 µg/ mL. Filtrar as soluções em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente 20,0 µL das *Soluções para curva analítica* e 20,0 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos correspondentes ao aldeído *trans*-cinâmico. Calcular o teor de aldeído *trans*-cinâmico, a partir da equação da reta obtida com a curva analítica, e, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \mathrm{C}_a \times \frac{25}{m}$$

em que,

TA = teor de aldeído *trans*-cinâmico % (p/p);
$C_a$ = concentração de aldeído *trans*-cinâmico na *Solução amostra*, determinado a partir da curva analítica em µg/mL; e
*m* = massa em miligramas da tintura utilizada, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CÁSCARA-SAGRADA, tintura
## *Rhamni purshianae tinctura*

A tintura é obtida a partir de cascas secas de *Frangula purshiana* (DC.) A. Gray (syn. *Rhamnus purshiana* DC.), contendo, no mínimo, 0,75% de glicosídeos hidroxiantracênicos, dos quais, no mínimo, 60% são cascarosídeos, expressos como cascarosídeo A ($C_{27}H_{32}O_{14}$, 580,54).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração marrom escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estácionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico e água (100:17:13).

*Soluções amostra*: secar 0,5 mL da tintura até resíduo, em banho-maria, em temperatura máxima de 60°C. Adicionar 5 mL de álcool metílico e filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (1)*: dissolver uma quantidade, pesada com exatidão, de aloína em álcool metílico, para obter a concentração de 1000 µg/mL.

*Solução referência (2)*: dissolver uma quantidade, pesada com exatidão, de emodina em álcool metílico, para obter a concentração de 1000 µg/mL.

*Procedimento:* aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra*, 20 µL da *Solução referência (1)* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a placa e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de hidróxido de potássio 5% em álcool etílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Aquecer a placa entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente cinco minutos. Examinar sob a luz visível.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, a *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*, após nebulização com solução de hidróxido de potássio 5% e exame sob a luz ultravioleta e após o aquecimento e exame sob a luz visível, na ordem. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Emodina: zona de fluorescência escura | Zona de fluorescência escura<br>Zona de fluorescência azul<br>Zona de fluorescência azul<br>Zonas de fluorescência amarelada<br>Zonas de fluorescência alaranjada |
| Aloina: zona de fluorescência amarelada | Zona de fluorescência amarelada<br>Zonas de fluorescência azulada<br>Zonas de fluorescência amarelada |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Emodina: zona de coloração avermelhada | Zona de coloração avermelhada<br>Zona de coloração amarelada<br>Zona de coloração vermelha |
| Aloina: zona de coloração amarelada | Zona de coloração amarelada<br>Zona de coloração rosa<br>Zona de coloração alaranjada |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9044 a 0,9115.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método II*. 60% (v/v) a 64% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 3,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

*Solução estoque*: medir 10,0 mL da tintura e transferir para um balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com água e homogeneizar. Filtrar a amostra, descartar os primeiros 20 mL. Transferir 10 mL do filtrado para um funil de separação e adicionar 0,1 mL de ácido clorídrico *M*. Extrair com duas quantidades de 20 mL cada, de uma mistura hexano e éter etílico (3:1). Após separar as fases, reservar a fase aquosa. Lavar a fase orgânica com 5 mL de água. Descartar a fase orgânica e reunir as fases aquosas com as águas de lavagem. Extrair a fase aquosa com quatro quantidades, cada uma de 30 mL, de acetato de etila saturado com água preparado no momento da análise (150 mL de acetato de etila e 15 mL de água, misturados durante três minutos). Combinar as frações acetato de etila. Utilizar a fase aquosa para o doseamento de cascarosídeos e a fase orgânica para o doseamento de glicosídeos hidroxiantracênicos sem os cascarosídeos.

**Glicosídeos hidroxiantracênicos sem os cascarosídeos**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução amostra*: transferir a fase orgânica da *Solução estoque* para uma cápsula de porcelana. Evaporar o solvente em banho-maria até resíduo. Dissolver o resíduo em 0,3 mL a 0,5 mL de álcool metílico e transferir para um balão volumétrico de 50 mL. Lavar a cápsula com água quente e transferir os resíduos para o balão volumétrico de 50 mL, diluir com água, completar o volume e homogeneizar. Em seguida, transferir 20 mL da solução para um balão de fundo redondo de 100 mL, adicionar 2 g de cloreto férrico hexaidratado e 12 mL de ácido clorídrico. Aquecer a mistura sob refluxo durante quatro horas. Após o resfriamento transferir a solução para um funil de separação. Lavar o balão com 3 a 4 mL de hidróxido de sódio *M*, em seguida, com 3 a 4 mL de água. Transferir a água de lavagem para o funil de separação. Extrair com três quantidades, cada uma com 30 mL, de uma mistura de hexano e éter etílico (3:1). Transferir a fase orgânica para outro funil de separação e lavá-la duas vezes, utilizando 10 mL de água em cada lavagem. Descartar a fase aquosa. Após esse procedimento diluir a fase orgânica para 100 mL com a mistura de hexano e éter etílico (3:1). Em seguida, transferir 20 mL e evaporar até resíduo em banho-maria. Dissolver o resíduo com 10 mL de uma solução de acetato de magnésio 5 g/L em álcool metílico.

*Solução branco*: álcool metílico.

*Procedimento*: medir a absorvância em 440 nm e 515 nm, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. A razão entre os valores de absorvância em 515 nm e 440 nm, menor que 2,4, invalida o ensaio. Calcular o teor de glicosídeos hidroxiantracênicos sem os cascarosídeos (HAC), em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{THAC} = \frac{\mathrm{A} \times 6{,}95}{m}$$

em que,

THAC = teor de glicosídeos hidroxiantracênicos sem cascarosídeo % (p/p);
A = absorvância medida em 515 nm para a *Solução amostra*; e
*m* = massa em gramas da tintura utilizada, determinada a partir da densidade.

**Cascarosídeos**

*Solução amostra*: diluir a fase aquosa da *Solução estoque* em um balão volumétrico de 50 mL com água e homogeneizar. Utilizar 20 mL dessa solução.

*Solução branco*: álcool metílico.

*Procedimento*: medir a absorvância em 440 nm e em 515 nm, utilizando *Solução branco* para ajuste do zero. A razão entre os valores de absorvância em 515 nm e 440 nm, menor que 2,4, invalida o ensaio. Calcular o teor de cascarosídeos, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TC} = \frac{\mathrm{A} \times 6{,}95}{m}$$

em que,

TC = teor de cascarosídeos % (p/p);
A = absorvância medida em 515 nm para a *Solução amostra;*
*m* = massa em gramas da tintura utilizada, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CASTANHA-DA-ÍNDIA, tintura
## *Hippocastani tinctura*

A tintura é obtida a partir das sementes secas de *Aesculus hippocastanum* L., contendo, no mínimo, 0,3% de glicosídeos triterpênicos expressos em escina anidra.

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração marrom escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

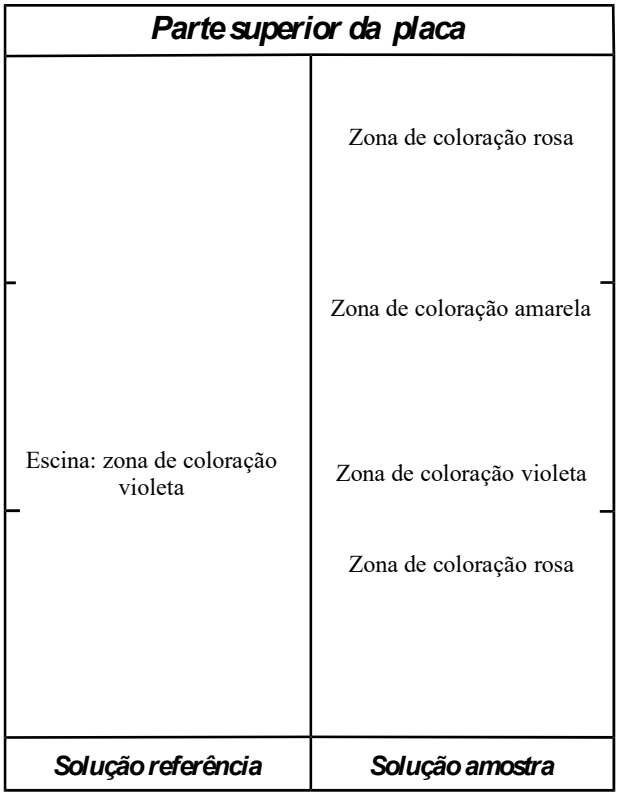
*Fase móvel*: álcool butílico, água e ácido acético glacial (50:10:40).

*Solução referência*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de escina em álcool metílico, para obter a concentração de 5000 µg/mL.

*Solução amostra*: secar 1 mL da tintura até resíduo, em banho-maria, em temperatura máxima de 60 °C. Adicionar 5 mL de álcool metílico e filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar com anisaldeído SR, aquecer a placa entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente cinco minutos. Examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9267 a 0,9434.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 60% (v/v) a 63% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 3,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Escina**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar soluções como descrito a seguir.

*Solvente A*: clorofórmio, ácido clorídrico 0,1 *M* e álcool *n*-propílico (50:30:20). Usar fase inferior.

*Solução amostra*: transferir 10,00 mL da tintura para um balão de fundo redondo. Evaporar até resíduo em rotaevaporador com a temperatura não superior a 60 ºC. Dissolver o resíduo em 20 mL de ácido clorídrico 0,1 *M* e transferir para um funil de separação. Lavar o balão de fundo redondo com duas porções de 5 mL de ácido clorídrico 0,1 *M* e transferir os líquidos para o funil de separação. Adicionar 20 mL de álcool *n*-propílico e 50 mL de clorofórmio ao funil de separação, agitar vigorosamente, por dois minutos. Separar a fase orgânica (fase inferior). Adicionar 50 mL do *Solvente*

*A* à fase superior remanescente no funil de separação**.** Agitar vigorosamente o funil de separação por mais dois minutos e separar a fase orgânica separada (fase inferior). Reunir as fases orgânicas em um balão de fundo redondo e evaporar até resíduo, em rotaevaporador. Lavar o resíduo do balão com três porções de 10 mL de éter etílico e filtrar em papel de filtro. Lavar o papel de filtro com 10 mL de éter etílico. Um resíduo, insolúvel em éter etílico, constituído das saponinas e outros glicosídeos, fica retido no papel de filtro. Após a eliminação de todo o éter etílico por secagem (tanto do balão quanto do papel de filtro), adicionar 10 mL de ácido acético glacial ao balão de fundo redondo, sendo esse vertido sobre o papel de filtro contendo o resíduo de saponinas. Transferir a solução para um balão volumétrico de 50 mL. Realizar esse procedimento mais duas vezes com 10 mL de ácido acético glacial, completando o volume para 50 mL com o mesmo solvente.

*Reagente de cor*: dissolver 75 mg de cloreto férrico hexaidratado, em 50 mL de ácido acético glacial. A seguir acrescentar 50 mL de ácido sulfúrico sobre a solução. Transferir a solução para um balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume e homogeneizar. A solução deve ser preparada para uso imediato.

*Soluções para curva analítica*: pesar 25 mg de escina, transferir para balão volumétrico de 25,0 mL e diluir com ácido acético glacial. Pipetar, separadamente, 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL e 5 mL dessa solução para cinco balões volumétricos de 10 mL e diluir com ácido acético glacial.

*Solução branco*: ácido acético glacial.

*Procedimento*: transferir 1 mL de cada uma das *Soluções para curva analítica*, da *Solução amostra* e da *Solução branco*, separadamente, para tubos de ensaio, com tampa. Adicionar 4 mL do *Reagente de cor*, em cada tubo de ensaio. A seguir, levar os tubos em banho-maria, a temperatura de 60 °C, durante 25 minutos, agitando os tubos ocasionalmente. Medir as absorvâncias das soluções em 540 nm. Após a leitura, construir a curva analítica de escina em mg/mL e determinar a concentração em mg/mL de escina na *Solução amostra*. Calcular o teor de glicosídeos triterpênicos expressos em escina anidra, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TE} = \frac{\mathrm{C} \times 50}{m \times 3}$$

em que,

TE = teor de glicosídeos triterpênicos expressos em escina anidra % (p/p);
C = concentração de escina em mg/mL determinada para a *Solução amostra* a partir da curva analítica; considerando a pureza da substância de referência; e
*m* = massa em gramas da tintura utilizada, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CÚRCUMA, tintura
## *Curcumae longae tinctura*

A tintura é obtida a partir de rizomas secos de *Curcuma longa* L., contendo, no mínimo, 0,25% de derivados do dicinamoilmetano expressos em curcumina ($C_{21}H_{20}O_6$, 368,39).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por maceração ou percolação, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de cor amarelo-alaranjado.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: mistura de clorofórmio, álcool etílico e ácido acético glacial (95:5:0,5).

*Solução amostra*: diluir 1 mL de tintura de cúrcuma em 1 mL de álcool metílico.

*Solução referência*: dissolver 5 mg de curcumina SQR, demetoxicurcumina SQR e bisdemetoxicurcumina SQR em 5 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm e 254 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Curcumina: zona de coloração verde-fluorescente | Zona de coloração verde-fluorescente |
| Demetoxicurcumina: zona de coloração verde-fluorescente | Zona de coloração verde-fluorescente |
| Bisdemetoxicurcumina: zona de coloração verde-fluorescente | Zona de coloração verde-fluorescente |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,883 a 0,898.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método por destilação*, *Método II*. 63% (v/v) a 66% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 1,2% (p/p). Determinar em 2.0 g da tintura.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Derivados do dicinamoilmetano**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no ultravioleta* **(5.2.14)**. Preparar soluções como descrito a seguir.

*Solução amostra*: introduzir 80 mg da amostra em béquer de 50 mL, adicionar 6 mL de ácido acético glacial e cobrir com papel filme perfurado. Aquecer em banho-maria a temperatura de 90 °C durante 60 minutos. Adicionar 0,2 g de ácido bórico e 0,2 g de ácido oxálico e aquecer em banho-maria temperatura de 90 °C durante 10 minutos. Esfriar e transferir o sobrenadante para balão volumétrico de 10 mL. Lavar o resíduo do béquer com pequenas alíquotas de ácido acético glacial até que esse não apresente mais cor. Completar o volume do balão com o mesmo solvente e homogeneizar. Transferir 1 mL dessa solução para outro balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com ácido acético glacial e homogeneizar.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* em 530 nm, logo após o seu preparo, utilizando ácido acético glacial para o ajuste do zero. Calcular o teor de derivados de dicinamoilmetano expressos em curcumina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TC} = \frac{0{,}0426 \times \mathrm{A}}{m}$$

em que,

TC = teor de derivados de dicinamoilmetano expressos em curcumina % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*; e
m = massa em gramas da amostra, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# GENCIANA, tintura
## *Gentianae tinctura*

A tintura é obtida a partir de rizomas e raízes secas de *Gentiana lutea* L., contendo, no mínimo, 0,3% de gentiopicrosídeo ($C_{16}H_{20}O_9$, 356,33).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de cor castanho-amarelada ou castanho-avermelhada.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico e água (77:15:8).

*Solução amostra*: diluir 1 mL da tintura em 1 mL de álcool metílico.

*Solução referência (1)*: preparar uma solução a 280 µg/mL de gentiopicrosídeo em álcool metílico.

*Solução referência (2)*: preparar uma solução a 1200 µg/mL de amarogentina em álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência (1)* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a cromatoplaca com solução de anisaldeído e aquecer entre 100 °C e 105 °C durante um minuto e examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, a *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Amarogentina: zona de coloração castanho-enegracida | Zona de coloração castanho-enegracida |
| Gentiopicrosídeo: zona de coloração castanho-enegracida | Zona de coloração castanho -enegrecida |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Densidade relativa** (**5.2.5**)**.** 0,910 a 0,9200.

**Álcool etílico** (**5.3.3.8.1**)**.** 95 (v/v) a 105% (v/v).

**Índice de amargor (5.4.1.10).** No mínimo 1000.

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco** (**5.4.2.2.2**)**.** No mínimo, 5,0% (p/p). Determinar em 2,0 g da amostra.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Gentiopicrosídeo**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 272 nm; coluna de 150 mm de comprimento e 3,9 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (4 μm), mantida a temperatura de (22 ± 2) °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,7 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido trifluoracético (100:0,006).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 10 | 95 → 72 | 5 → 28 | gradiente linear |
| 10 - 14 | 72 → 80 | 28 → 20 | gradiente linear |
| 14 - 16 | 80 → 95 | 20 → 5 | gradiente linear |
| 16 - 20 | 95 | 5 | isocrática |

*Solução amostra*: diluir 1,25 mL da tintura de genciana para 10 mL com uma mistura de álcool metílico e água (1:1). Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de gentiopicrosídeo em álcool metílico de modo a obter solução a 32 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente 5 µL da *Solução referência* e 5 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir a área sob o pico correspondente ao gentiopicrosídeo. O tempo de retenção médio é de aproximadamente nove minutos. Calcular o teor de gentiopicrosídeo, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TG} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a \times 10 \times 100}{\mathrm{A}_r \times m}$$

em que,

TG = teor de gentiopicrosídeo % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência* em gramas/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao gentiopicrosídeo na *Solução referência*;
$A_a$ = área sob o pico correspondente ao gentiopicrosídeo na *Solução amostra*; e
*m* = massa em gramas da tintura utilizada, determinado a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# GUARANÁ, tintura
## *Paulliniae cupanae tinctura*

A tintura é obtida a partir de sementes secas de *Paullinia cupana* Kunth, desprovidas de arilo e tegumento (casquilho), contendo, no mínimo, 0,35% de cafeína ($C_8H_{10}N_4O_2$, 194,19).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por maceração ou percolação, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, de cor castanho-avermelhada. Observa-se turvação após diluição em três volumes de água.

IDENTIFICAÇÃO

**Caracterização da presença de taninos**

**A.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: acetato de etila, tolueno e ácido fórmico (70:30:5).

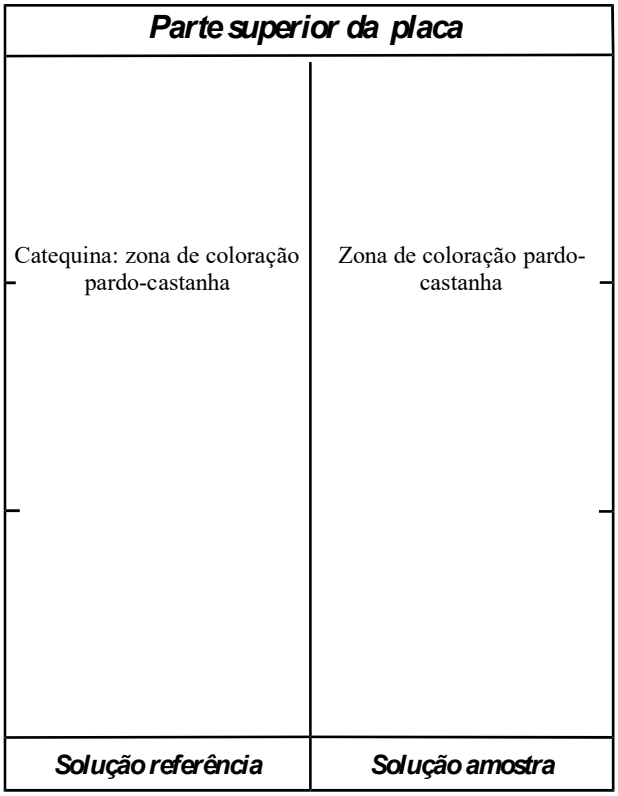
*Solução amostra:* tintura de guaraná.

*Solução referência*: solução a 1 mg/mL de catequina em álcool metílico.

*Revelador*: dissolver 1 g de vanilina em 100 mL de álcool metílico. Adicionar 4 mL de ácido clorídrico e 5 mL de ácido sulfúrico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR e aquecer a 105 ºC durante três minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




**Caracterização da presença de metilxantinas**

**B**. Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico e água (10:1.4:1).

*Solução amostra*: diluir a amostra de tintura de guaraná em álcool metílico na proporção 1:1 (v/v).

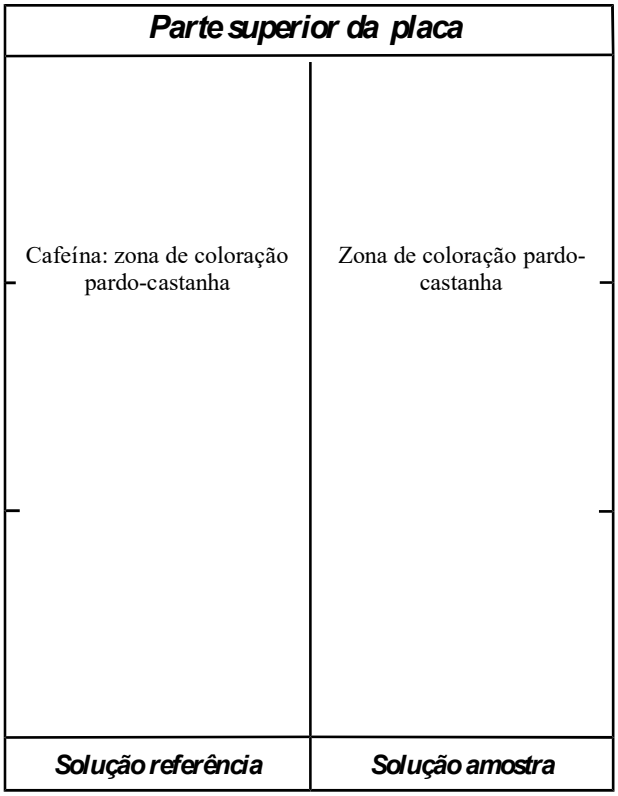
*Solução referência*: solução a 100 µg/mL de cafeína em álcool metílico.

*Revelador (1)*: solução de ácido clorídrico a 25% (v/v) em álcool etílico.

*Revelador (2)*: dissolver 1 g de iodo em 100 mL de água, acrescentar 2 g de iodeto de potássio, agitar, deixar em repouso por algumas horas e filtrar em lã de vidro.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 5 a10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com solução de ácido clorídrico a 25% (v/v) em álcool etílico e, a segui, com iodo SR.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,8990 a 0,9150.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Tratamentos especiais*, *Líquidos com mais de 30% de álcool etílico*. 66% (v/v) a 70% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 2,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Cafeína**

Proceder conforme descrito em C*romatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 272 nm; coluna de 150 mm de comprimento e 3,9 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (4 μm), mantida a temperatura de (22 ± 2) °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,6 mL/minuto. Sistema isocrático.

*Fase móvel*: água, álcool metílico e ácido trifluoracético (70:30:0,005).

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de cafeína em álcool metílico para obter solução a 130 μg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 μm.

*Solução amostra*: diluir 0,3 mL da tintura de guaraná a 10 mL com uma solução de álcool metílico e água (1:1). Filtrar em unidade filtrante de 0,45 μm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 μL da *Solução referência* e 10 μL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção médio para o pico da cafeína é de cerca de 8 minutos e 30 segundos. Calcular o teor de cafeína, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TC} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a \times 10 \times 100}{\mathrm{A}_r \times m}$$

em que,

TC = teor de cafeína % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência* em gramas/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à cafeína na *Solução referência*;
$A_a$ = área sob o pico correspondente à cafeína na *Solução* amostra; e
*m* = massa em gramas da tintura utilizada, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# HAMAMELIS, tintura
## *Hamamelidis tinctura*

A tintura é obtida a partir das folhas de *Hamamelis virginiana* L., contendo, no mínimo, 0,6% de taninos totais, expressos em pirogalol ($C_6H_6O_3$, 126,11).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por maceração ou percolação, utilizando álcool etílico a 65% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração castanho-amarelada.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel* acetato de etila, tolueno, ácido fórmico e água (60:20:15:15).

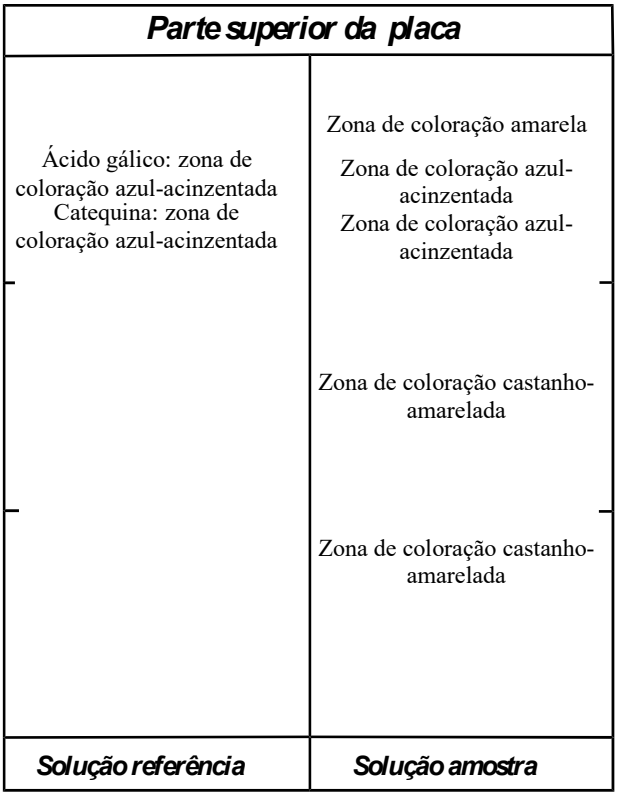
*Solução amostra*: reduzir 5 mL da tintura de hamamelis a resíduo seco em banho-maria. Retomar o resíduo em 10,0 mL de água. Extrair a fase aquosa resultante com três porções de 10 mL de acetato de etila em funil de separação de 125 mL. Deixar em repouso em freezer a -18 °C por 15 minutos, para total separação das fases. Reunir as fases orgânicas e lavar com 20 mL de água.

*Solução referência (1)*: pesar cerca de 1 mg de ácido gálico e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Solução referência (2)*: pesar cerca de 1 mg de catequina e dissolver em 2 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência (1)* e 10 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar em capela de exaustão. A seguir, nebulizar a placa com cloreto férrico a 1% (p/v) em álcool metílico.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1),* a *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,902 a 0,914.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 58% (v/v) a 62% (v/v).

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 1,2%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Taninos totais**

***Nota:*** *proteger as amostras da luz durante a extração e a diluição. Utilizar água isenta de dióxido de carbono em todas as operações.*

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 1,5 g de tintura de hamamelis em um balão volumétrico de 250 mL, completar o volume com água destilada e homogeneizar. Filtrar a mistura em papel de filtro. Rejeitar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir, volumetricamente, 5 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água

para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_1$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*: a 10 mL da *Solução estoque*, adicionar 0,100 g de pó de pele e agitar, mecanicamente, em erlenmeyer de 125 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Diluir 5 mL do filtrado em balão volumétrico de 25 mL com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_2$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, em água, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol, transferir para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL da solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_3$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de taninos totais, expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{(A_1 - A_2) \times m_2 \times 62{,}5}{A_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;
$A_3$ = absorvância medida para a *Solução referência*;
$m_1$ = massa em gramas da tintura; e
$m_2$ = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# JABORANDI, tintura
## *Jaborandi tinctura*

A tintura é obtida a partir de folhas secas de *Pilocarpus microphyllus* Stapf ex Wardlew., contendo, no mínimo, 0,06% de alcaloides totais expressos como pilocarpina ($C_{11}H_{16}N_2O_2$, 208,26).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por maceração ou percolação, utilizando álcool etílico a 65% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

A tintura é de cor amarelo-parda esverdeada.

IDENTIFICAÇÃO

**A.** Evaporar 50 mL da tintura de jaborandi, tratar o resíduo com 10 mL de água e cinco gotas de ácido clorídrico. Filtrar e lavar o filtrado com éter etílico. Alcalinizar com hidróxido de amônio 6 *M* e agitar duas vezes com 5 mL de clorofórmio. Reunir as frações clorofórmicas com 5 mL de água destilada e adicionar uma gota de ácido nítrico. Agitar e separar as fases. Juntar à solução ácida um pequeno cristal de dicromato de potássio, 2 mL de clorofórmio e 1 mL de peróxido de hidrogênio a 3% (p/v). Desenvolve-se coloração azul arroxeado ou azul anilado na fase clorofórmica, evidenciando a presença de núcleo imidazólico ou glioxálico.

**B.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

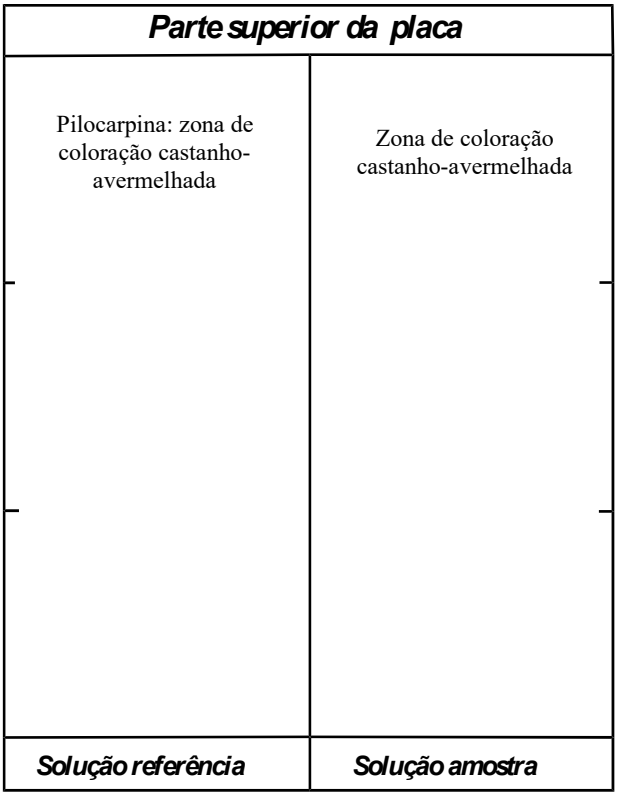
*Fase móvel*: cloreto de metileno, álcool metílico e hidróxido de amônio (85:14:1).

*Solução amostra*: tintura de jaborandi.

*Solução referência*: dissolver 10 mg de cloridrato de pilocarpina em álcool metílico, completar o volume para 2 mL com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, 40 µL da *Solução amostra* e 2 µL da *Solução referência.* Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca, deixar secar em estufa em temperatura entre 100 °C e 105 °C durante 10 minutos e deixar esfriar. Nebulizar a placa com iodobismutato de potássio aquo-acético SR e, a seguir, com solução de nitrito de sódio SR.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método por destilação, Líquidos com mais de 30% de álcool etílico*. (65 ± 5)% (v/v).

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 0,8%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Alcaloides totais**

Evaporar, sob vácuo,100 g da tintura de jaborandi a baixa temperatura, até reduzir à cerca de 20 g. Transferir o resíduo, quantitativamente, para um funil de separação, usando cloreto de metileno. Adicionar 10 mL de hidróxido de amônio 6 *M*. Extrair sucessivamente com frações de 20 mL de cloreto de metileno até que os alcaloides sejam totalmente extraídos, ou seja, quando algumas gotas da fase aquosa não apresentarem mais turvação pela adição de uma gota do solução de iodeto de potássio mercúrio SR. Juntar as camadas orgânicas e então extrair várias vezes utilizando ácido sulfúrico 0,05 *M*. Alcalinizar, lentamente, usando hidróxido de amônio 6 *M* até pH 9 e então extrair com cloreto de metileno até que os alcaloides sejam totalmente extraídos. Lavar as soluções orgânicas reunidas com 20 mL de água. Evaporar a fração orgânica até cerca de 5 mL. Dissolver o resíduo com 20 mL de ácido clorídrico 0,02 *M* SV e secar o restante de cloreto de metileno em banho-maria a 40 °C. Titular o excesso de ácido clorídrico com hidróxido de sódio 0,02 *M* SV, utilizando cinco gotas de vermelho de metila SI, até a cor mudar de rosa para amarelo. Calcular o teor de alcaloides totais expressos em pilocarpina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{AT} = \frac{(V_{ácido} - \mathrm{v}) \times 0{,}4166}{m}$$

em que,

$AT$ = alcaloides totais expressos em pilocarpina % (p/p);
$V_{ácido}$ = volume em mililitros de ácido clorídrico 0,02 *M* utilizado;
v = volume em mililitros de hidróxido de sódio 0,02 *M* utilizado; e
$m$ = massa em gramas da tintura utilizada.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# LARANJA-AMARGA, tintura
## *Aurantii amari exocarpium tinctura*

A tintura é obtida a partir do exocarpo, correspondente ao flavedo do fruto maduro, isento da maior parte do mesocarpo, correspondente ao albedo, de *Citrus aurantium* L. subsp. *aurantium* [syn. *Citrus aurantium* L. subsp. *amara* (L.) Engler], contendo, no mínimo, 0,25% de naringina ($C_{27}H_{32}O_{14}$, 580,54).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de cor castanho-amarelada ou castanho-avermelhada e odor cítrico.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $G_{60}$.

*Fase móvel*: acetato de etila, água e ácido fórmico (75:15:10).

*Solução amostra*: tintura de laranja amarga.

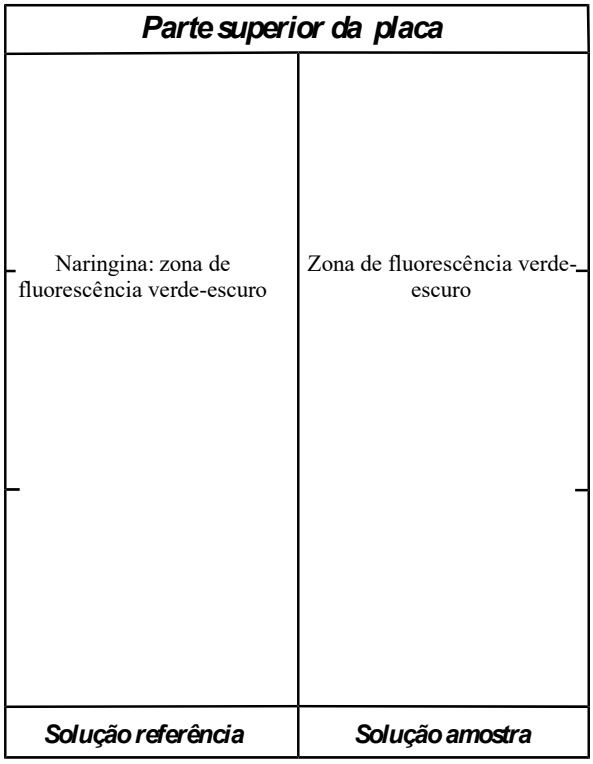
*Solução referência*: preparar uma solução a 10 mg/mL de naringina em álcool metílico.

*Revelador (1)*: dissolver 1 g de difenilborato de aminoetanol em álcool metílico e completar o volume para 100 mL com o mesmo solvente.

*Revelador (2)*: solução de macrogol 400 5% em álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR (reagente natural A) e, a seguir, com solução de macrogol 400 a 5% em álcool metílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm após, no mínimo, duas horas.

*Resultados*: no esquema a seguir estão representadas as zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9030 a 0,9180.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 95% (v/v) a 105% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo, 4,5% (p/p). Determinar em 2,0 g da amostra.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Naringina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 284 nm; coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 μm), mantida à temperatura de (22 ± 2) °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,5 mL/minuto.

*Eluente (A):* água-ácido fórmico (100:0,1)

*Eluente (B):* álcool metílico

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 3 | 80 | 20 | isocrática |

| | | | |
|---|---|---|---|
| 3 - 33 | 80 → 0 | 20 → 100 | gradiente linear |
| 33 - 34 | 0 → 80 | 100 → 20 | gradiente linear |
| 34 - 40 | 80 | 20 | isocrática |

*Solução amostra*: diluir 0,3 mL de tintura de laranja amarga em 5 mL com uma mistura de álcool metílico e água (1:1). Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade pesada, com exatidão, de naringina em solução de álcool metílico e água (1:1), de modo a obter solução com 0,225 mg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir a área sob o pico correspondente a naringina. O tempo de retenção médio é de aproximadamente 17,6 minutos. Calcular o teor de naringina, em percentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TN} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a \times 5 \times 100}{\mathrm{A}_r \times m}$$

em que,

TN = teor de naringina % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à naringina n a *Solução referência*;
$A_a$ = área correspondente à naringina na *Solução amostra*; e
*m* = massa em gramas da tintura, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipientes hermeticamente fechados ao abrigo da luz e do calor.

# NOZ-VÔMICA, tintura
## *Strychni tinctura*

A tintura é obtida de sementes secas de *Strychnos nux-vomica* L., contendo, no mínimo, 0,05% de estriquinina ($C_{21}H_{22}N_2O_2$, 334,42).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração marrom escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: álcool butílico, água e ácido acético glacial (70:20:10).

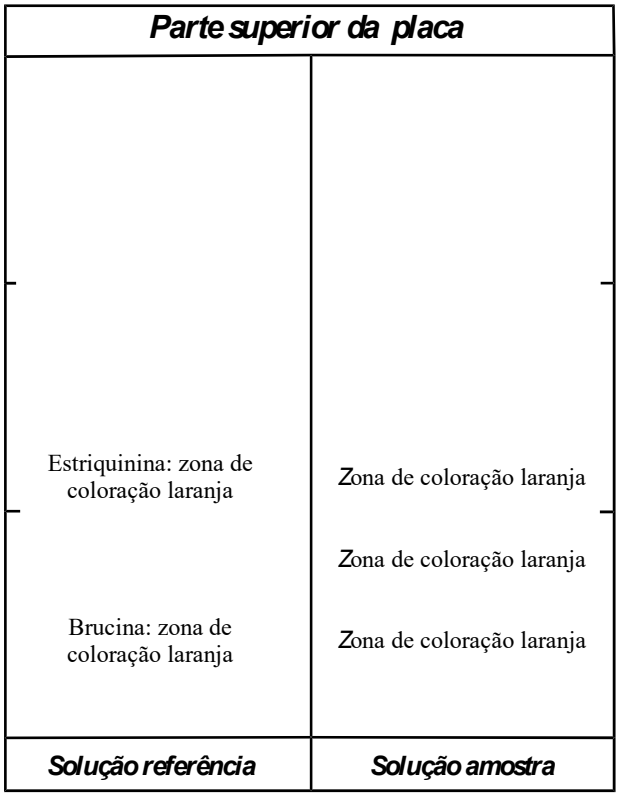
*Solução amostra*: secar 1,0 mL da tintura até resíduo, em banho-maria, em temperatura máxima de 60 °C. Suspender o resíduo em 5 mL álcool metílico, filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência (1)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de estriquinina em álcool metílico, para obter a concentração de 500 µg/mL.

*Solução referência (2)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de brucina em álcool metílico, para obter a concentração de 500 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra*, 20 µL da *Solução referência (1)* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de ácido sulfúrico a 10% em álcool etílico, e, a seguir com reagente de iodeto de potássio e subnitrato de bismuto SR. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por cinco minutos e examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução amostra*, a *Solução referência (1)* e a *Solução referência (2)*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,900 a 0,9170.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método II*. 57% (v/v) a 60% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 2,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Estriquinina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 210 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 μm), mantida à temperatura de 30 °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,3 mL/minuto. Sistema isocrático.

*Fase móvel*: tampão fosfato de potássio dibásico (7 g/L) pH 3,00 ajustado com ácido fosfórico, acetonitrila e dietilamina (90:10:2).

*Solução referência*: pesar 10,0 mg de estriquinina. Transferir para balão volumétrico de 10,0 mL, completar o volume com a *Fase móvel* e homogeneizar. Transferir 1,0 mL dessa solução para um

balão volumétrico de 5 mL, completar o volume com a *Fase móvel* e homogeneizar. Filtrar a solução em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução amostra*: homogeneizar a tintura em banho de ultrassom por cinco minutos, pipetar 1,0 mL da tintura e transferir para balão volumétrico de 5 mL. Enxaguar a ponteira do micropipetador pelo menos duas vezes com a *Fase móvel*. Completar o volume com a *Fase móvel* e homogeneizar. Filtrar a solução em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos referentes à estriquinina. Calcular o teor de estriquinina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TE} = \frac{\mathrm{A}_a \times \mathrm{C}_r}{\mathrm{A}_r \times m_a} \times \mathrm{FD}_a \times 100$$

em que,

TE = teor de estriquinina % (p/p);
Ar = área sob o pico correspondente a estriquinina na *Solução referência*;
Aa = área sob o pico correspondente a estriquinina na *Solução amostra*;
$C_r$ = concentração da estriquinina na *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$m_a$ = massa em gramas da tintura, determinada a partir da densidade;
$FD_a$ = fator de diluição da *Solução amostra* (5); e
100 = fator de conversão para teor em % (g/ 100 g).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# RATÂNIA, tintura
## *Ratanhiae tinctura*

A tintura é obtida a partir das raízes secas de *Krameria lappacea* (Dombey) Burdet & B.B.Simpson (syn. *Krameria triandra* Ruiz & Pav.), contendo, no mínimo, 0,5% de taninos, expressos em pirogalol ($C_6H_6O_3$,126,11).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por maceração ou percolação utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

A tintura possui cor marrom-avermelhada.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,250 mm).

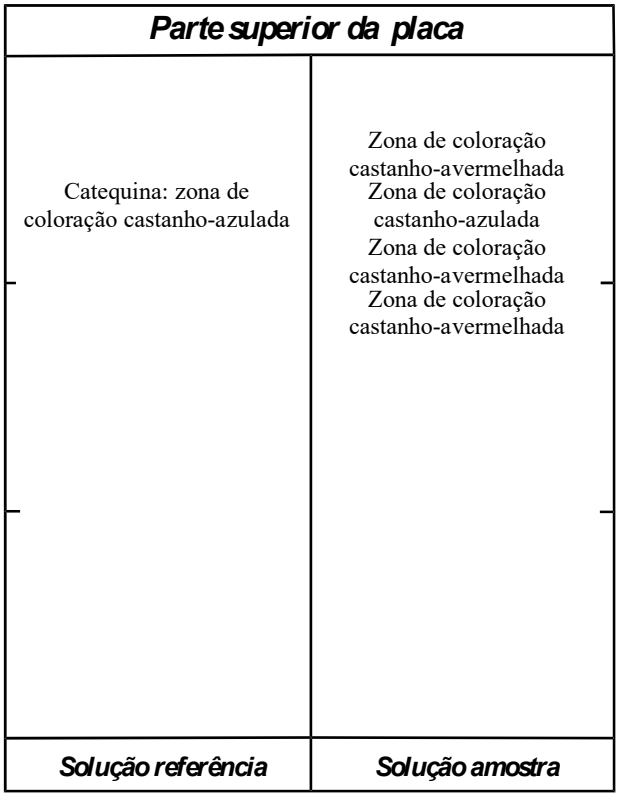
*Fase móvel*: acetato de etila, tolueno, ácido fórmico e água (60:20:15:15).

*Solução amostra*: aquecer 5,0 mL da tintura a resíduo seco em banho-maria. Retomar o resíduo em 10,0 mL de água. Extrair a fase aquosa resultante com três porções de 10,0 mL de acetato de etila em funil de separação. Deixar em repouso em freezer (-18 °C) por 15 minutos, para total separação das fases. Reunir as frações orgânicas e lavar com 20,0 mL de água.

*Solução referência*: pesar cerca de 1 mg de catequina e dissolver em 2 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar em capela de exaustão. A seguir, nebulizar a placa com cloreto férrico 1% em álcool metílico (p/v).

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,891 a 0,906.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 63% a 67%.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 1,9%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Taninos totais**

***Nota*:** *proteger as amostras da luz durante a extração e a diluição. Utilizar água isenta de dióxido de carbono em todas as operações.*

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: transferir, quantitativamente, cerca de 1,5 g de tintura pesada, com exatidão, para um balão volumétrico de 250 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Filtrar a mistura em papel de filtro. Rejeitar os primeiros 50,0 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir, volumetricamente, 5 mL do filtrado da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água

para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar.

*Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*: a 10 mL do filtrado da *Solução estoque* adicionar 0,1 g de pó de pele e agitar, mecanicamente, em erlenmeyer de 125,0 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Transferir, volumetricamente, 5 mL desse filtrado para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio 29% (p/v) e homogeneizar.

*Solução referência*: dissolver, em água, 50,0 mg de pirogalol, transferir, quantitativamente, para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio 29% (p/v) e homogeneizar.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra para polifenóis totais* ($A_1$), *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele* ($A_2$) e *Solução referência* ($A_3$) em 760 nm 30 minutos após o seu preparo, utilizando água para ajuste do zero. Calcular o teor de taninos, expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{(A_1 - A_2) \times m_2 \times 62{,}5}{A_3 \times m_3}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;
$A_3$ = absorvância medida para a *Solução referência*;
$m_1$ = massa em gramas da tintura utilizada; e
$m_2$ = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# VALERIANA, tintura
## *Valerianae tinctura*

A tintura é obtida a partir dos órgãos subterrâneos (raízes, rizomas e estolões), secos, de *Valeriana officinalis* L., contendo, no mínimo, 0,015% (p/p) de ácidos sesquiterpênicos totais, expressos em ácido valerênico ($C_{15}H_{22}O_2$, 234,34).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 20% (p/v), pela maceração ou percolação, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido castanho escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$.

*Fase móvel*: ciclohexano, acetato de etila e ácido acético glacial (60:38:2).

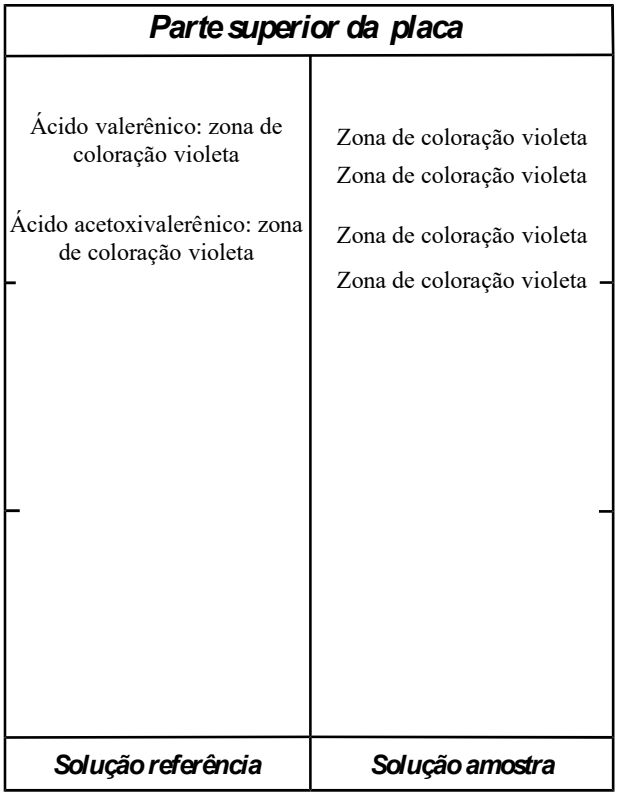
*Solução amostra*: medir 1 mL de tintura e secar até resíduo em banho-maria, em temperatura não superior a 60 °C. Suspender o resíduo em 1 mL de álcool metílico e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência (1)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de ácido valerênico em álcool metílico, para obter a concentração de 100 µg/mL.

*Solução referência (2)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de ácido acetoxivalerênico em álcool metílico, para obter a concentração de 100 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 15 µL da *Solução amostra,* 15 µL da *Solução referência (1)* e 15 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com anisaldeído SR, aquecer entre 100 °C a 105 °C por aproximadamente cinco minutos. Examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, a *Solução referência (2)*, e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9044 a 0,9166.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Tratamentos especiais*, *Líquidos com mais de 50% de álcool etílico*. 62% (v/v) a 64% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 5,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Ácidos sesquiterpênicos**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 220 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 μm), mantida à temperatura de 30 °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,5 mL/minuto.

*Eluente (A)*: solução de ácido fosfórico 5 mL/L e acetonitrila (80:20).

*Eluente (B)*: acetonitrila e solução de ácido fosfórico 5 mL/L (80:20).

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 5 | 55 | 45 | isocrática |
| 5 - 15 | 55 → 20 | 45 → 80 | gradiente linear |
| 15 - 25 | 20 | 80 | isocrática |
| 25 - 28 | 20 → 55 | 80 → 45 | gradiente linear |
| 28 - 30 | 55 | 45 | isocrática |

*Solução amostra*: transferir 5,0 mL da tintura para um balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com álcool metílico e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de ácido valerênico em álcool metílico, para obter uma solução a 50 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O pico do ácido acetoxivalerênico é identificado pelo cálculo do tempo de retenção relativo, utilizando o ácido valerênico como referência. O tempo de retenção relativo do ácido acetoxivalerênico é de aproximadamente 0,6. Calcular o teor de ácidos sesquiterpênicos, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TAST} = \frac{\mathrm{C_r} \times (\mathrm{A_1} + \mathrm{A_2}) \times 10 \times 100}{\mathrm{A_r} \times m}$$

em que,

TAST = teor de ácidos sesquiterpênicos % (p/p);
$C_r$ = concentração do ácido valerênico na *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao ácido valerênico na *Solução referência*;
$A_1$ = área sob o pico correspondente ao ácido acetoxivalerênico na *Solução amostra*;
$A_2$ = área sob o pico correspondente ao ácido valerênico na *Solução amostra*;
*m* = massa em gramas da tintura utilizada, determinada a partir da densidade;
10 = fator de diluição; e
100 = fator de conversão para teor em % (g/ 100 g).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# PREPARAÇÕES VEGETAIS – EXTRATOS FLUIDOS

# ABACATEIRO, extrato fluido
## *Persea extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de folhas secas de *Persea americana* Mill., contendo, no mínimo, 0,11% de flavonoides (p/p) expressos em quercetina ($C_{15}H_{10}O_7$, 302,24).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração verde escura.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: mistura de acetato de etila, álcool isopropílico, água e ácido fórmico (300:17:13:0,1).

*Solução amostra*: diluir 100 µL do extrato fluido em 900 µL de álcool metílico e água (1:1) e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência (1)*: solução de quercetina a 0,25 mg/mL em álcool metílico.

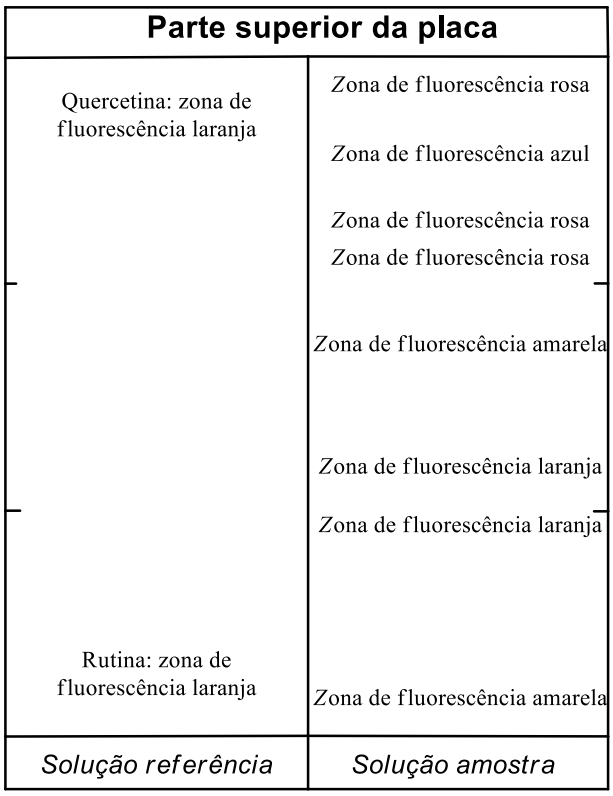
*Solução referência (2)*: solução a 1 mg/mL de rutina em álcool metílico.

*Revelador (1):* difenilborato de aminoetanol SR.

*Revelador (2):* macrogol 4000 a 5% (p/v) em álcool etílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra*, 10 µL da *Solução referência (1)* e 10 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar a placa sob a luz ultravioleta em 254 e 366 nm. Nebulizar a placa com *Revelador (1)*, observar sob luz ultravioleta 366 nm e, logo após, nebulizar com o *Revelador (2)*, examinando sob luz ultravioleta 366 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, *Solução referência (2)*, e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem. As zonas laranjas na região do terço inferior podem aparecer a depender da variedade.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9546 a 1,0374.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método II*, *Líquidos com mais de 30% de álcool*. 34% (v/v) a 48% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo de 13,2% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Quercetina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia Líquida de Alta Eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 371 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm), coluna de 250 mm de comprimento, 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm), mantida à temperatura de 20 °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,0 mL/minuto.

*Eluente A*: água e ácido fosfórico (99,9:0,1).

*Eluente B*: acetonitrila.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente A (%)*** | ***Eluente B (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|

| | | | |
|---|---|---|---|
| 0 – 20 | 75 → 5 | 25 → 95 | gradiente linear |
| 20 – 25 | 5 | 95 | isocrática |
| 25,1 – 35 | 5 → 75 | 95 → 25 | equilibrio |

*Solução amostra:* com o extrato fluido a temperatura ambiente, homogeneizar e deixar em ultrassom por 15 minutos. Transferir 1 mL do extrato fluido para balão de fundo redondo de 250 mL e adicionar 78 mL de uma mistura de álcool etílico a 95%, água destilada e ácido clorídrico (50:20:8 v/v). Aquecer em banho-maria (80-90 °C), sob refluxo e agitação, por 135 minutos. Resfriar a temperatura ambiente, adicionar 20 mL de álcool metílico ao mesmo balão de fundo redondo e submeter a ultrassom por 30 minutos. Filtrar em papel de filtro para um balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com álcool metílico. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência:* dissolver quantidade pesada, com exatidão, de quercetina em álcool metílico, para obter uma solução com concentração de 27 µg/mL e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento:* Injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e da *Solução amostra.* Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob o pico da quercetina. Calcular o teor de flavonoides totais, expressos em quercetina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TF} = \frac{C_r \times A_a}{A_r \times m} \times 100 \times 100$$

em que,

TF = teor de flavonoides totais expressos em quercetina % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução de referência* de quercetina em g/mL, considerando a pureza do padrão;
$A_a$ = área sob o pico correspondente à quercetina no cromatograma obtido com a *Solução amostra*;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à quercetina no cromatograma obtido com a *Solução referência*;
*m* = massa da amostra, em gramas, calculada a partir da densidade do extrato fluido; e
100 = Fator de diluição.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# ALCACHOFRA, extrato fluido
## *Cynarae extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de folhas secas de *Cynara scolymus* L., contendo, no mínimo, 0,7% de ácido clorogênico ($C_{16}H_{18}O_9$, 354,31).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração verde escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária:* sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, água, ácido acético e ácido fórmico (100:26:11:11).

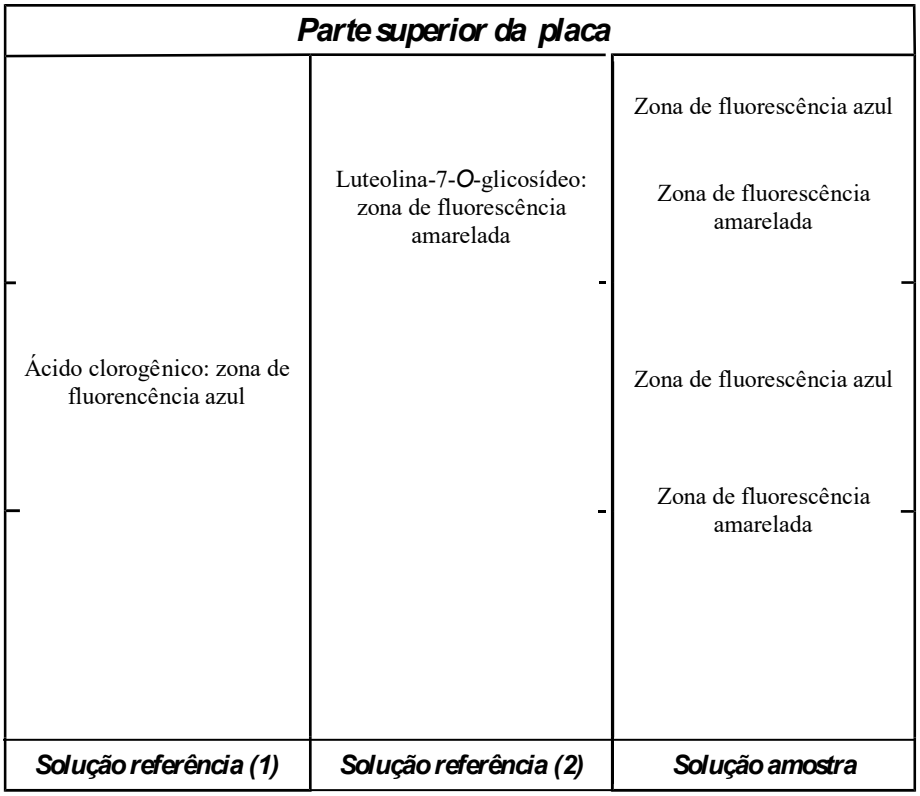
*Solução amostra*: secar 1 mL do extrato fluido até resíduo, em banho-maria, em temperatura não superior a de 60°C. Suspender o resíduo em 5 mL de álcool metílico e filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (1)*: dissolver o ácido clorogênico em álcool metílico, para obter a concentração de 500 µg/mL.

*Solução referência (2)*: dissolver a luteolina-7-*O*-glicosídeo em álcool metílico, para obter a concentração de 500 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra*, 20 µL da *Solução referência (1)* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR, e, a seguir com solução de macrogol 400 a 5% (p/v) em álcool etílico. Aquecer a placa entre 100 ºC e 105 °C por aproximadamente cinco minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,2052 a 1,2316.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método II*. 56% (v/v) a 60% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 16,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Ácido clorogênico**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 330 nm, pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 μm), mantida à temperatura de 40 °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,5 mL/minuto.

*Eluente (A):* mistura de água, acetonitrila e ácido fosfórico (92,6:7:0,4).

*Eluente (B):* mistura de acetonitrila e ácido fosfórico (99,6:0,4).

| *Tempo* | *Eluente (A) %* | *Eluente (B) %* | *Eluição* |
|---|---|---|---|

| ***(minutos)*** | | | |
|---|---|---|---|
| 0 – 17 | 100 | 0 | Isocrática |
| 17 – 50 | 100 → 80 | 0 → 20 | gradiente linear |
| 50 – 51 | 80 → 0 | 20 → 100 | gradiente linear |
| 51 – 61 | 0 | 100 | Isocrática |
| 61 – 62 | 0 → 100 | 100 → 0 | gradiente linear |
| 62 – 72 | 100 | 0 | Isocrática |

*Solução amostra*: homogeneizar a amostra em banho de ultrassom por 10 minutos, pipetar 0,5 mL do extrato fluido e transferir quantitativamente para balão volumétrico de 200 mL. Adicionar 100 mL de álcool metílico e levar novamente ao ultrassom por 10 minutos. Completar o volume com água e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 5,0 mg de ácido clorogênico. Transferir para balão volumétrico de 50 mL e completar o volume com álcool metílico.

*Solução referência*: transferir 5,0 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 20 mL, adicionar 5 mL de álcool metílico e completar o volume com água. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento:* injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos do ácido clorogênico, do ácido cafeico e da cinarina. Os tempos de retenção relativos são cerca de 1,0 para o ácido clorogênico, 1,21 para ácido cafeico, 4,14 para cinarina, identificados na *Solução amostra*. Calcular o teor de ácido clorogênico, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{\mathrm{A}_a \times m_r \times \mathrm{FD}_a}{\mathrm{A}_r \times m_a \times \mathrm{FD}_r} \times 100$$

em que,

TA = teor de ácido clorogênico % (p/p);
$A_a$ = área sob o pico correspondente ao ácido clorogênico na *Solução amostra*;
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao ácido clorogênico na *Solução referência*;
$m_r$ = massa em gramas do ácido clorogênico, considerando a pureza da substância de referência;
$m_a$ = massa em gramas do extrato fluido utilizado, determinada a partir da densidade;
100 = fator de conversão para teor em % (g/ 100 g);
$FD_a$ = fator de diluição da *Solução amostra* (200); e
$FD_r$ = fator de diluição da *Solução referência* (200).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# ALCAÇUZ, extrato fluido
## *Liquiritiae extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de raízes e estolões secos de *Glycyrrhiza glabra* L., contendo, no mínimo, 2,5% (p/p) de ácido glicirrizínico ($C_{42}H_{62}O_{16}$, 822,94).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v) empregando uma mistura de água e álcool etílico a 90% (v/v) suficiente para obter um extrato com concentração final de aproximadamente 20% de álcool etílico.

CARACTERÍSTICAS

Líquido marrom escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$.

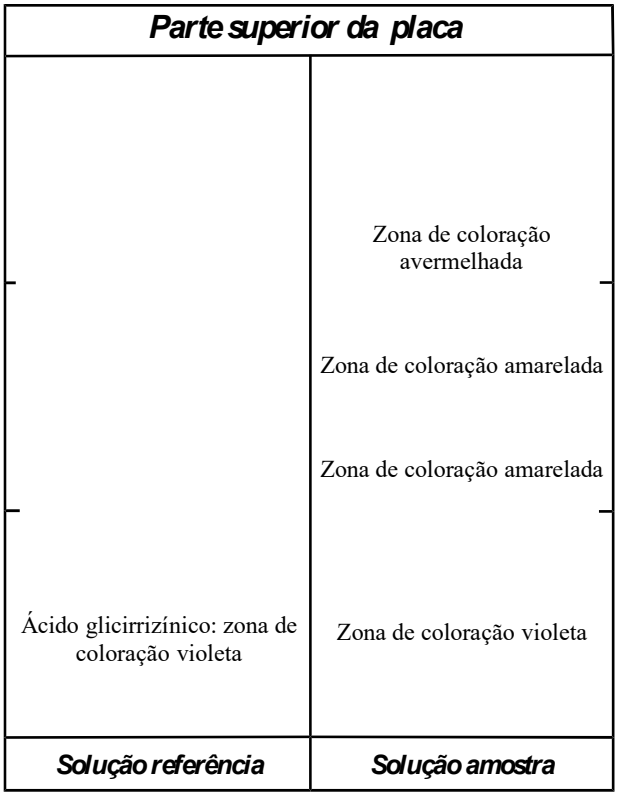
*Fase móvel*: álcool butílico, água e ácido acético glacial (70:20:10).

*Solução amostra*: secar 0,5 mL do extrato fluido até resíduo, em banho-maria, em temperatura não superior a 60 °C. Adicionar 5 mL de álcool metílico e filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de ácido glicirrizínico em álcool metílico a 70%, para obter a concentração de 1000 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa anisaldeído SR, aquecer entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente cinco minutos. Examinar sob a luz visível.

*Resultados* no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,125 a 1,140.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método I*. 20,0 (v/v) a 20,8(v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 40,0% (p/v).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Ácido glicirrizínico**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 254 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 μm), mantida à temperatura de 30 °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,5 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido acético (91,4:8,6).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

Adotar sistema de eluição isocrático com proporção constante de 70% do *Eluente (A)* e 30% do *Eluente (B)*.

*Diluente*: transferir 28,57 mL de hidróxido de amônio a 28% para balão volumétrico de 1000 mL. Completar o volume com água destilada.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,13 g de glicirrizato de amônio, transferir para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com o *Diluente*.

*Solução referência*: transferir 7 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 10 mL e completar o volume com o *Diluente*. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução amostra*: transferir 1 mL de extrato fluido para um balão volumétrico de 100 mL. Adicionar 50 mL do *Diluente*. Levar ao ultrassom por 10 minutos e completar o volume do balão com o *Diluente*. Transferir 1 mL, com auxílio de uma pipeta, para um balão volumétrico de 5 mL e completar o volume com o *Diluente*. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm diretamente para um vial.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Calcular o teor de ácido glicirrizínico, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{\mathrm{A_1} \times \mathrm{C}_r \times \mathrm{FD}_a \times 100 \times 822{,}94}{\mathrm{A_2} \times m \times 839{,}97}$$

em que,

TA = teor de ácido glicirrizínico % (p/p);
$A_1$ = área sob o pico correspondente ao ácido glicirrizínico na *Solução amostra*;
$A_2$= área sob o pico correspondente ao ácido glicirrizínico na *Solução referência*;
$C_r$ = concentração da *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
*m* = massa, em gramas do extrato fluido utilizado, determinada a partir da densidade;
822,94 = massa molecular do ácido glicirrizínico;
839,97 = massa molecular do glicirrizinato de amônio;
$FD_a$ = fator de diluição da *Solução amostra* (500); e
100 = fator de conversão para teor em % (g/ 100 g).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# AMEIXA, extrato fluido
## *Prunus extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de frutos secos de *Prunus domestica* L., contendo, no mínimo, 0,006% de ácido clorogênico (ácido 5-*O*-cafeoilquínico) ($C_{16}H_{18}O_9$, 354,31).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração marrom escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

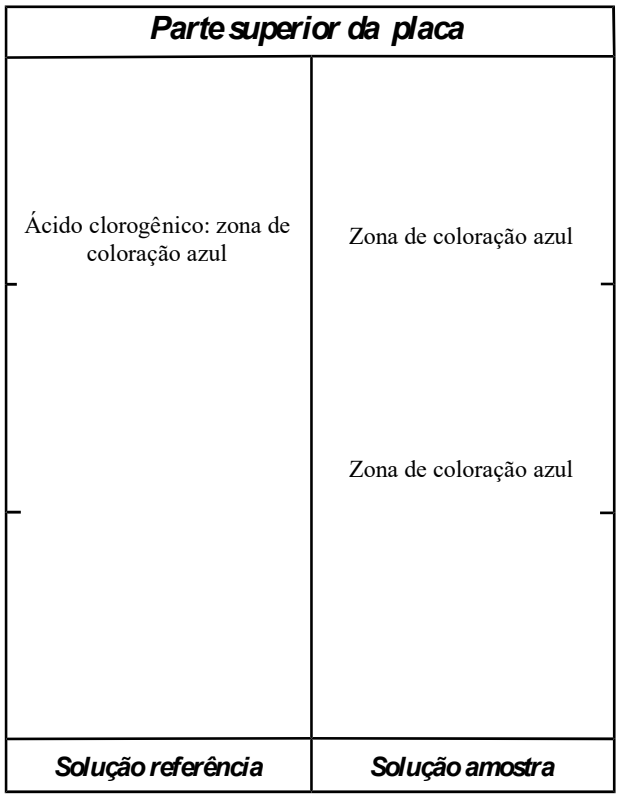
*Fase móvel*: acetato de etila, água, ácido acético e ácido fórmico (100:26:11:11).

*Solução amostra*: secar 1,0 mL do extrato fluido até resíduo em banho-maria, em temperatura não superior a 60°C. Suspender o resíduo em 5 mL álcool metílico e filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de ácido clorogênico, em álcool metílico, para obter concentração de 500 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar com solução de difenilborato de aminoetanol a 1% (p/v) em álcool metílico, e a seguir com solução de macrogol 400 a 5% (p/v) em álcool etílico. Aquecer a placa entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente cinco minutos e deixar a placa secar ao ar por cinco minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,0966 a 1,1222.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método II*. 36% (v/v) a 40% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo, 22,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Ácido clorogênico**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 330 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 μm), mantida à temperatura de 40 °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,2 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido fosfórico (99,5:0,5).

*Eluente (B)*: acetonitrila e ácido fosfórico (99,6:0,4).

*Gradiente da Fase móvel*: adotar o sistema de gradiente descrito na tabela a seguir:

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 – 1 | 92 | 8 | isocrática |
| 1 – 20 | 92 → 75 | 8 → 25 | gradiente linear |
| 20 – 33 | 75 | 25 | isocrática |
| 33 – 35 | 75 → 0 | 25 → 100 | gradiente linear |
| 35 – 36 | 75 → 92 | 100 → 8 | gradiente linear |
| 36 – 40 | 92 | 8 | isocrática |

*Solução amostra*: homogeneizar a amostra em banho de ultrassom por cinco minutos, pipetar 1,0 mL do extrato fluido e transferir para balão volumétrico de 5 mL. Lavar a ponteira do micropipetador pelo menos duas vezes com álcool metílico. Completar o volume com álcool metílico e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: pesar, com exatidão, cerca de 12 mg de ácido clorogênico. Transferir para balão volumétrico de 100 mL e diluir com álcool metílico. Transferir 1,2 mL dessa solução para balão volumétrico de 10 mL e completar o volume com álcool metílico. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos referentes ao ácido clorogênico. Calcular o teor de ácido clorogênico, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TAC} = \frac{\mathrm{A}_a \times m_r \times \mathrm{FD}_a}{\mathrm{A}_r \times m_a \times \mathrm{FD}_r} \times 100$$

em que,

TAC = teor de ácido clorogênico % (p/p);
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao ácido clorogênico na *Solução referência*;
$A_a$ = área sob o pico correspondente ao ácido clorogênico na *Solução amostra*;
$m_a$ = massa em gramas do extrato fluido utilizado, determinada a partir da densidade;
$m_r$ = massa em gramas de ácido clorogênico, considerando a pureza da substância de referência;
$FD_a$ = Fator de diluição da amostra na Solução amostra (5);
$FD_r$ = Fator de diluição do padrão na Solução referência (833,33); e
100 = fator para porcentagem.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado, ao abrigo da luz e do calor.

# ANGICO, extrato fluido
## *Anadenantherae extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de cascas secas de *Anadenanthera colubrina* (Vell.) Brenan, contendo, no mínimo, 5,0% de taninos totais e, no mínimo, 0,13% de catequina ($C_{15}H_{14}O_6$, 290,27).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação, ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, de cor castanho-escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

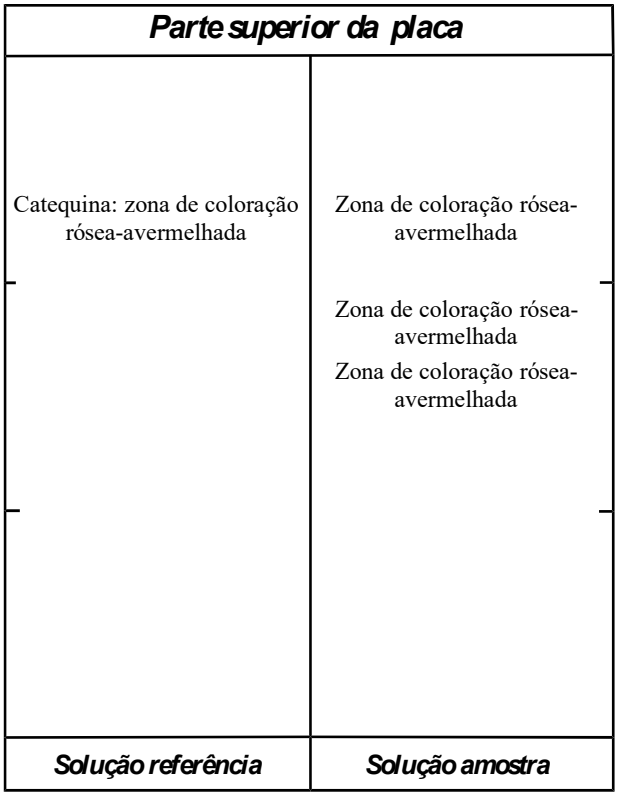
*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico e água (90:5:5).

*Solução amostra*: diluir 0,2 mL do extrato fluido para 10 mL de álcool metílico.

*Solução referência*: pesar cerca de 1 mg de catequina e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a placa e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com vanilina a 1% (p/v) em álcool etílico e, em seguida, nebulizar com ácido clorídrico.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,0353 a 1,0704.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 66% (v/v) a 70% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 18,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Taninos totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 1,0 g do extrato fluido, em balão volumétrico de 250 mL e completar o volume com água. Filtrar em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir, volumetricamente, 5,0 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com água. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de

25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_1$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*: a 10 mL da *Solução estoque*, adicionar 0,1 g de pó de pele e agitar, mecanicamente, em erlenmeyer de 125 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Diluir, em água, 5 mL do filtrado em balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio anidro 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_2$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, em água, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol, transferir para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_3$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de taninos totais expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{(A_1 - A_2) \times m_2 \times 62{,}5}{A_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;
$A_3$ = absorvância medida para a *Solução referência*;
$m_1$ = massa em gramas do extrato fluido utilizado; e
$m_2$ = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

**Catequina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 280 nm; pré-coluna empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura de 23 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido fosfórico a 85% (99:1).

*Eluente (B)*: álcool metílico e ácido fosfórico a 85% (99:1).

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 15 | 70 → 50 | 30 → 50 | gradiente linear |
| 15 - 16 | 50 → 25 | 50 → 75 | gradiente linear |
| 16 - 17 | 25 → 70 | 75 → 30 | gradiente linear |
| 17 - 18 | 70 | 30 | isocrática |

*Solução amostra*: pipetar 50 µL do extrato fluido, transferir para um balão volumétrico de 10 mL e completar o volume com água. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de catequina em água, para obter solução a 7,56 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção da catequina na amostra é de aproximadamente 6,1 minutos. Calcular o teor de catequina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TC} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a}{\mathrm{A}_r \times m} \times 10 \times 100$$

em que,

TC = teor de catequina % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à catequina na *Solução referência*;
$A_a$ = área sob o pico correspondente à catequina na *Solução amostra*;
*m* = massa em gramas do extrato fluido, determinada a partir da densidade; e
10 = fator de diluição.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# AROEIRA, extrato fluido
## *Schinus terebinthifolii extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de cascas secas de *Schinus terebinthifolius* Raddi, contendo, no mínimo, 7,0% de taninos totais, no mínimo, 0,08% de ácido gálico ($C_7H_6O_5$, 170,12) e 0,49% de catequina ($C_{15}H_{14}O_6$, 290,27).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, de cor castanho escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico e água (90:5:5).

*Solução amostra*: diluir 0,2 mL do extrato fluido para 10 mL em álcool metílico.

*Solução referência (1)*: pesar cerca de 1 mg de ácido gálico e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Solução referência (2)*: pesar cerca de 1 mg de catequina e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência (1)*. Em outra cromatoplaca, aplicar, separadamente, em forma de banda,20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver os cromatogramas. Remover as cromatoplacas e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa contendo a *Solução referência (1)* com cloreto férrico a 1% (p/v); e, a placa contendo a *Solução referência (2)* com vanilina a 1% (p/v) em álcool etílico e, em seguida, nebulizar com ácido clorídrico.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução amostra*, a *Solução referência (1)* e a *Solução referência (2)*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Ácido gálico: zona de coloração azul-acinzentado | Zona de coloração azul-acinzentado<br>Zona de coloração azul-acinzentado |
| ***Solução referência (1)*** | ***Solução amostra*** |

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Catequina: zona de coloração rósea-avermelhada | Zona de coloração rósea-avermelhada<br>Zona de coloração rósea-avermelhada<br>Zona de coloração rósea-avermelhada |
| ***Solução referência (2)*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9305 a 1,0160.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 68% (v/v) a 71% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 7,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Taninos totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 0,75 g do extrato fluido em balão volumétrico de 250 mL, adicionar água até completar o volume e homogeneizar. Filtrar em papel de filtro e descartar os primeiros 50 mL.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir, volumetricamente, 5 mL da solução estoque para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água destilada para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_1$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*: a 10 mL da *Solução estoque*, adicionar 0,1 g de pó de pele e agitar mecanicamente em erlenmeyer de 125 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL desta solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_2$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, em água, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol, transferir para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_3$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de taninos totais expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{(A_1 - A_2) \times m_2 \times 62{,}5}{A_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;
$A_3$ = absorvância medida para a *Solução referência*;

$m_1$ = massa em gramas do extrato fluido; e
$m_2$ = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

**Ácido gálico e catequina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 280 nm; pré-coluna empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura de 24 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

*Eluente (A)*: ácido trifluoracético a 0,05%.

*Eluente (B)*: ácido trifluoracético a 0,05% em álcool metílico.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0-10 | 95 → 80,7 | 5 → 19,3 | gradiente linear |
| 10-13,5 | 80,7 → 75 | 19,3 → 25 | gradiente linear |
| 13,5-23 | 75 → 62 | 25 → 38 | gradiente linear |
| 23-25 | 62 → 25 | 38 → 75 | gradiente linear |
| 25-28 | 25 → 95 | 75 → 5 | gradiente linear |
| 28-32 | 95 | 5 | isocrática |

*Solução amostra*: transferir, com auxílio de uma pipeta, 0,080 mL do extrato fluido para um balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (1)*: dissolver quantidade, pesada com exatidão, de ácido gálico em água, para obter solução a 7,2 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (2)*: dissolver quantidade, pesada com exatidão, de catequina em água, para obter solução a 40 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência (1)* 20 µL da *Solução referência (2)* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção do ácido gálico e catequina na amostra é de aproximadamente 12 e 21 minutos, respectivamente. Calcular os teores de ácido gálico e de catequina, em porcentagem, separadamente, segundo a expressão:

$$TC = \frac{C_r \times A_a}{A_r \times m} \times 10 \times 100$$

em que,

TC = teor de ácido gálico ou de catequina % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência (1)* ou *(2)* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao ácido gálico ou à catequina na *Solução referência (1)* ou *(2)*, respectivamente;
$A_a$ = área sob o pico correspondente ao ácido gálico ou à catequina na *Solução amostra*;
$m$ = massa em gramas do extrato fluido, determinado a partir da densidade; e

10 = fator de diluição.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# BOLDO, extrato fluido
## *Boldus extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de folhas secas de *Peumus boldus* Molina, contendo, no mínimo, 0,10% de alcaloides totais expressos em boldina ($C_{19}H_{21}NO_4$, 327,38).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por maceração ou percolação, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido verde escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$.

*Fase móvel*: tolueno, álcool metílico e dietilamina (80:10:10).

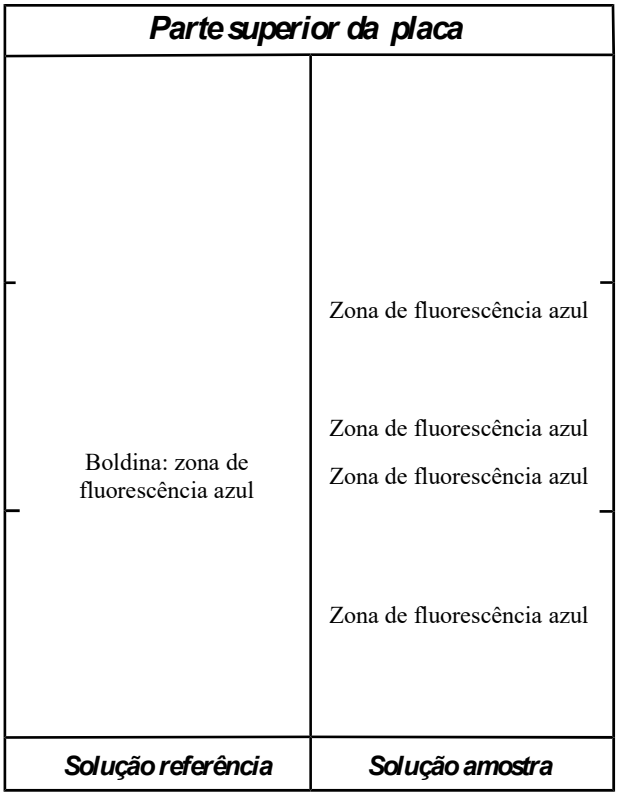
*Solução amostra*: transferir 25 mL do extrato e secar até resíduo em banho-maria, em temperatura não superior a 60 ºC. Suspender o resíduo com duas porções de 10 mL de ácido clorídrico 2 *M*. Filtrar a solução em algodão e alcalinizar com hidróxido de amônio 6 *M* até pH 9. Transferir a solução para um funil de separação. Extrair duas vezes com 20 mL de éter etílico. Reunir a fase orgânica e filtrar em papel de filtro. Secar a fase orgânica até resíduo, em banho-maria, em temperatura não superior a 60 °C. Suspender o resíduo em 1 mL de álcool metílico e proceder à análise cromatográfica.

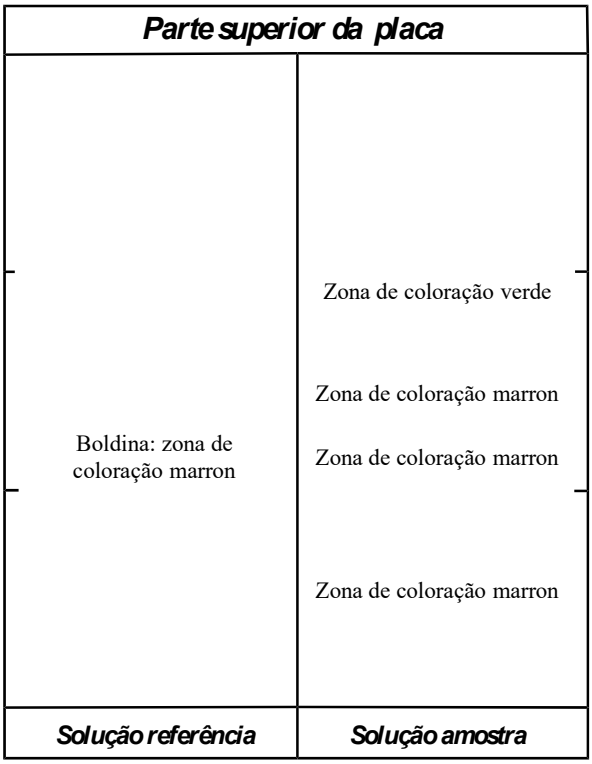
*Solução referência*: dissolver uma quantidade pesada, com exatidão, de boldina em álcool metílico, para obter a concentração de 400 µg/mL.

*Revelador*: iodobismutato de potássio aquo-acético.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL das *Solução amostra e* 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob luz ultravioleta em 365 nm. Nebulizar a placa com iodobismutato de potássio aquo-acético. Deixar secar a placa ao ar por cinco minutos. Nebulizar a placa com nitrito de sódio SR. Após 30 minutos examinar sob a luz visível.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*, após exame sob a luz ultravioleta em 365 nm e sob a luz visível, na ordem. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,0459 a 1,0592.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 39,2% (v/v) a 40,4% (v/v). Proceder conforme descrito em tratamentos especiais, líquidos com menos de 50% de álcool.

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 35,0% (p/v).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Alcaloides totais**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 304 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm), mantida à temperatura ambiente; fluxo da *Fase móvel* de 1,5 mL/minuto.

*Fase móvel*: mistura da *Solução A* e *Solução B* (16:84).

*Solução A*: mistura de 0,2 mL de dietilamina e 99,8 mL de acetonitrila.

*Solução B*: mistura de 0,2 mL de dietilamina e 99,8 mL de água, ajustar o pH para 3,0 com ácido fórmico anidro.

*Solução amostra*: homogeneizar o extrato fluido e transferir, volumetricamente, 1 mL para um béquer de 250 mL. Lavar a pipeta com 3 mL de ácido clorídrico 5,5 *M*, transferindo para o béquer. Adicionar 50 mL de ácido clorídrico 5,5 *M*. Homogeneizar e verificar o pH que deve estar entre 2 e 3. Transferir, quantitativamente, a solução para um funil de separação de 250 mL e lavar o béquer com 10 mL de ácido clorídrico 5,5 *M*. Extrair com 100 mL de uma mistura de hexano e acetato de etila (1:1). Agitar vigorosamente. Após a separação das fases, descartar a fase orgânica. Transferir a fase aquosa para um béquer e adicionar hidróxido de amônio 6 *M*, aproximadamente 150 mL, até obter o pH 9,0. Transferir a amostra para outro funil de separação de 250 mL e extrair quatro vezes com 50 mL de cloreto de metileno. Reunir as fases orgânicas e adicionar 40 g de sulfato de sódio anidro. Agitar com bastão de vidro. Filtrar em papel de filtro para balão de fundo redondo de 250 mL. Lavar o béquer com três porções de 10 mL de cloreto de metileno. Filtrar e reunir as soluções orgânicas. Evaporar a solução até resíduo, em rotaevaporador, com temperatura não superior a 50 ºC. Dissolver o resíduo em 5 mL de *Fase móvel*. Levar ao ultrassom por cinco minutos. Transferir a solução quantitativamente para balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com a *Fase móvel* e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: pesar, com exatidão, cerca de 12 mg de boldina e transferir para um balão volumétrico de 100 mL. Adicionar 50 mL de *Fase móvel*, levar ao ultrassom durante dois minutos, completar o volume com a *Fase móvel* e homogeneizar. Transferir 1 mL da solução obtida para balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com *Fase móvel* e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução amostra*, mínimo 1,0 entre os picos referentes a isoboldina e a boldina.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos referentes a boldina e aos seis alcaloides

descritos a seguir. Os tempos de retenção relativos à boldina são, aproximadamente, 0,9 para isoboldina, 1,0 para boldina, 1,8 para *N*-óxido de isocoridina, 2,2 para laurotetanina, 2,8 para isocoridina e 3,2 para *N*-metil laurotetanina. Calcular o teor de alcaloides totais expressos em boldina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TA} = \frac{\sum \mathrm{A}_1 \times m_r \times \mathrm{FD}_a}{\mathrm{A}_r \times m_a \times \mathrm{FD}_r} \times 100$$

em que,

TA = teor de alcaloides totais expressos em boldina % (p/p);
$\Sigma A_1$ = soma das áreas sob os picos correspondentes aos seis alcaloides identificados no cromatograma obtido com a *Solução amostra*;
$m_a$= massa em gramas do extrato fluido, determinada a partir da densidade;
$m_r$ = massa em gramas de boldina na *Solução referência*, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à boldina na *Solução referência*;
$FD_a$ = fator de diluição da *Solução amostra* (10);
$FD_r$ = fator de diluição da *Solução referência* (1000); e
100 = fator de conversão para teor em % (g/ 100 g).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CALÊNDULA, extrato fluido
## *Calendulae extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de flores secas de *Calendula officinalis* L., contendo, no mínimo, 0,4% de flavonoides totais, expressos como hiperosídeo ($C_{21}H_{20}O_{12}$, 464,38).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração marrom escuro, com odor característico.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$(0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico anidro e água (80:10:10).

*Solução amostra*: secar 0,5 mL do extrato fluido até resíduo, em banho-maria, em temperatura não superior a 60°C. Adicionar 2 mL de álcool metílico e filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (1)*: dissolver uma quantidade pesada, com exatidão, de rutina em álcool metílico, para obter a concentração de 250 µg/mL.

*Solução referência (2)*: dissolver uma quantidade pesada, com exatidão, de ácido clorogênico em álcool metílico, para obter a concentração de 100 µg/mL.

*Solução referência (3)*: dissolver uma quantidade pesada, com exatidão, de ácido cafeico em álcool metílico, para obter a concentração de 100 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra*, 20 µL da *Solução referência (1),* 20 µL da *Solução referência (2)* e 20 µL da *Solução referência (3)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR, e a seguir com solução de macrogol 400 a 5% (p/v) em álcool etílico. Aquecer entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente cinco minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução amostra*, *Solução referência (1)*, *Solução referência (2)*, *Solução referência (3)*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Ácido cafeico: zona de fluorescência azul-claro | Zona de fluorescência azul-claro<br>Zona de fluorescência azul |
| | Zona de fluorescência amarelo-esverdeada |
| Ácido clorogênico: zona de fluorescência azul-claro | Zona de fluorescência azul-claro |
| | Zona de fluorescência amarelo-esverdeada |
| Rutina: zona de fluorescência marron-amarelada | Zona de fluorescência marron-amarelada |
| | Zona de fluorescência amarelo-esverdeado |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9660 a 0,9970.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método II*. 52,0% (v/v) a 56% (v/v).

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 18,0% (p/p).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Flavonoides totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: em um balão de fundo redondo, adicionar 0,8 mL do extrato fluido de calêndula. Acrescentar 1 mL de solução de metenamina a 5 g/L, 20 mL de acetona e 7 mL de ácido clorídrico. A seguir, refluxar em banho-maria durante 30 minutos. Filtrar em papel de filtro, transferir para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com acetona e homogeneizar. Transferir 20 mL da solução para um funil de separação e adicionar 20 mL de água. Extrair com uma quantidade de 15 mL e, a seguir, com três quantidades de 10 mL de acetato de etila. Após o processo de extração reunir as fases de acetato de etila, transferir para outro funil de separação e lavar com duas quantidades de 50 mL de água. Transferir a fase acetato de etila para balão volumétrico de 50 mL, completar o volume com acetato de etila e homogeneizar.

*Solução amostra*: transferir 10 mL da *Solução estoque* para um balão volumétrico de 25 mL, adicionar 1 mL da solução de cloreto de alumínio a 2% (p/v) em solução de ácido acético a 5% (v/v) em álcool metílico. Completar o volume com a solução de ácido acético a 5% (v/v) em álcool metílico e homogeneizar.

*Solução branco*: transferir 10 mL da *Solução estoque* para um balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de ácido acético a 5% (v/v) em álcool metílico e homogeneizar.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* em 425 nm, após exatamente 30 minutos, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular o teor de flavonoides totais expressos em hiperosídeo, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TF} = \frac{\mathrm{A} \times 1{,}25}{m}$$

em que,

TF = teor de flavonoides totais expressos em hiperosídeo % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*; e
*m* = massa em gramas do extrato fluido utilizado, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CANELA-DO-CEILÃO, extrato fluido
## *Cinnamomi zeylanici corticis extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de cascas secas de *Cinnamomum verum* J.Presl (syn. *Cinnamomum zeylanicum* Blume) contendo, no mínimo, 9,5% (p/p) de aldeído *trans*-cinâmico.

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação, utilizando álcool etílico a 70,0% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, vermelho acastanhado.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: tolueno e álcool metílico (97:3).

*Solução amostra*: adicionar 10 mL do extrato fluido, 10 mL de solução saturada de cloreto de sódio e 5 mL de tolueno num tubo de vidro com rolha esmerilhada. Misturar durante dois minutos e centrifugar durante 10 minutos. Utilizar a camada orgânica.

*Solução referência*: diluir 5 µL de eugenol e 25 µL de aldeído *trans*-cinâmico e 5 µL de *trans-2*-metoxicinamaldeído em tolueno, completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante cinco a 10 minutos.

*Resultados*: nos esquemas há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*, após o exame sob a luz ultravioleta e após a nebulização com solução de anisaldeído. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| *trans*-2-Metoxi-cinalamdeido: zona de fluorescência azul-clara | Zona de coloração azul-clara<br>Zona de coloração azul-clara |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Eugenol: zona de coloração violácea | Zona de coloração violacea |
| Aldeído *trans*-cinâmico: zona de coloração acastanhada | Zona de coloração acastanhada |
| *trans*-2-Metoxi-cinalamdeido: zona de coloração acastanhada | Zona de coloração acastanhada<br>Zona de coloração azul-acinzentado |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Densidade relativa (5.2.5)**. 0,89 a 0,94.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método por destilação*, *Tratamentos especiais, Líquidos com mais de 30% de álcool*. 65% (v/v) a 75% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 7,5% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Aldeído *trans*-cinâmico**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector de ultravioleta a 292 nm; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com C-18 (5 µm); fluxo da *Fase móvel* de 1,0 mL/minuto. Um mililitro da tintura deve conter no mínimo 0,3 mg de aldeído *trans*-cinâmico. Sistema isocrático.

*Fase móvel*: água e álcool metílico (1:1).

*Solução amostra*: transferir, analiticamente, 1,0 mL do extrato fluido de canela-do-ceilão para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com álcool metílico e homogeneizar. Transferir 0,20 mL da solução para um balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com álcool metílico e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de aldeído *trans*-cinâmico em álcool metílico para obter solução a 0,520 mg/ mL.

*Soluções para curva analítica*: transferir 2,0 mL da *Solução referência* para balão volumétrico de 50 mL, completar o volume com álcool metílico e homogeneizar, obtendo solução a 20,8 µg/ mL. Transferir 2,0 mL, 3,0 mL, 4,0 mL, 5,0 mL, 6,0 mL, 7,0 mL e 8,0 mL dessa solução para balões volumétricos de 10 mL, completar o volume com álcool metílico e homogeneizar, obtendo soluções a 4,16 µg/mL, 6,24 µg/mL, 8,32 µg/mL, 10,4 µg/mL, 12,48 µg/mL, 14,56 µg/mL e 16,64 µg/mL, respectivamente. Filtrar as soluções em unidade filtrante de 0,45 µm. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL das *Soluções para curva analítica* e 20 µL da *solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir a área sob o pico de aldeído *trans*-cinâmico. Calcular o teor de aldeído *trans*-cinâmico na tintura, a partir da equação da reta obtida com a curva analítica, e, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TA = C_a \times 1{,}25$$

em que,

TA = teor de aldeído *trans*-cinâmico em mg/mL;
$C_a$ = concentração de aldeído *trans*-cinâmico na *Solução amostra* em µg/mL, determinado a partir da curva analítica.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CÁSCARA-SAGRADA, extrato fluido
## *Rhamni purshianae extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de cascas secas de *Frangula purshiana* (DC.) A.Gray (syn. *Rhamnus purshiana* DC.), contendo, no mínimo, 8,0% de glicosídeos hidroxiantracênicos, dos quais, no mínimo, 60% são cascarosídeos, expressos como cascarosídeo A ($C_{27}H_{32}O_{14}$, 580,54).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração marrom escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico e água (100:17:13).

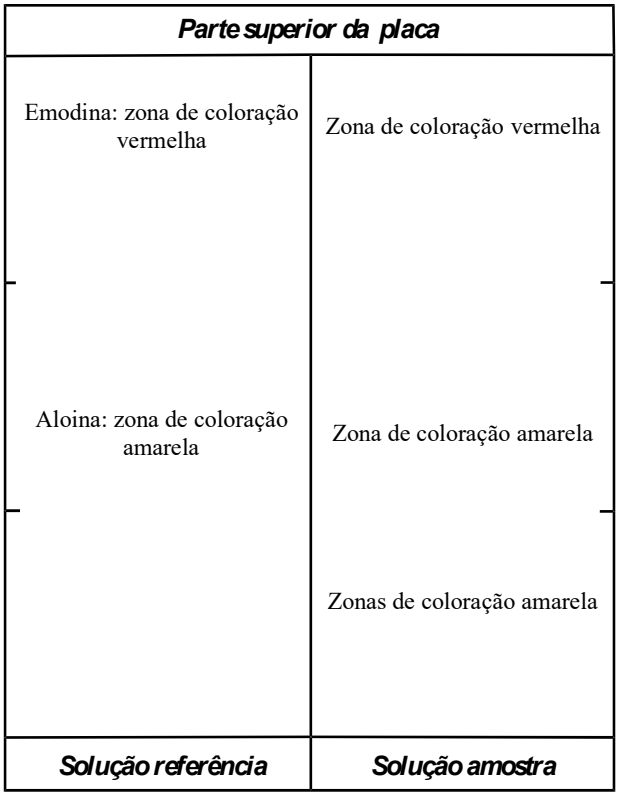
*Solução amostra*: secar 0,5 mL do extrato fluido até resíduo, em banho-maria, em temperatura máxima de 60 °C. Adicionar 5 mL de álcool metílico e filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (1)*: dissolver uma quantidade pesada, com exatidão, de aloína em álcool metílico, para obter a concentração de 1000 µg/mL.

*Solução referência (2)*: dissolver uma quantidade pesada, com exatidão, de emodina em álcool metílico, para obter a concentração de 1000 µg/mL.

*Procedimento:* aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra*, 20 µL da *Solução referência (1)* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a placa e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de hidróxido de potássio a 5% em álcool etílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Aquecer a placa entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente cinco minutos. Examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9198 a 0,9231.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método II.* 57% (v/v) a 62% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 9,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

*Solução estoque*: transferir, volumetricamente, 1,0 mL de extrato fluido para um balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Filtrar a amostra, descartando os primeiros 20 mL. Transferir 10 mL do filtrado para um funil de separação e adicionar 0,1 mL de ácido clorídrico *M*. Extrair com duas quantidades de 20 mL cada, de uma mistura de hexano e éter etílico (3:1). Após separar as fases, reservar a fase aquosa. Lavar a fase orgânica com 5 mL de água. Descartar a fase orgânica e reunir as fases aquosas com as águas de lavagem. Extrair a fase aquosa com quatro quantidades, de 30 mL, de acetato de etila saturado com água preparado no momento da análise (150 mL de acetato de etila e 15 mL de água, misturados durante três minutos). Combinar as frações acetato de etila. Utilizar a fase aquosa para o doseamento de cascarosídeos e a fase orgânica para o doseamento de glicosídeos hidroxiantracênicos sem os cascarosídeos.

**Glicosídeos hidroxiantracênicos sem os cascarosídeos**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução amostra*: transferir a fase orgânica da *Solução estoque* para uma cápsula de porcelana. Evaporar o solvente em banho-maria até resíduo. Dissolver o resíduo em 0,3 a 0,5 mL de álcool metílico e transferir para um balão volumétrico de 50 mL. Lavar a cápsula com água quente e transferir os resíduos para o balão volumétrico de 50 mL. Completar o volume com água e homogeneizar. Em seguida, transferir 20 mL da solução para um balão de fundo redondo de 100 mL, adicionar 2 g de cloreto férrico hexaidratado e 12 mL de ácido clorídrico. Aquecer a mistura sob refluxo durante quatro horas. Após o resfriamento transferir a solução para um funil de separação. Lavar o balão com 3 a 4 mL de hidróxido de sódio *M*, em seguida, com 3 a 4 mL de água. Transferir a água de lavagem para o funil de separação. Extrair com três quantidades, cada uma com 30 mL, de uma mistura de hexano e éter etílico (3:1). Transferir a fase orgânica para outro funil de separação e lavá-la duas vezes, utilizando 10 mL de água em cada lavagem. Descartar a fase aquosa. Após esse procedimento diluir a fase orgânica para 100 mL com a mistura de hexano e éter etílico (3:1). Em seguida, transferir 20 mL e evaporar até resíduo em banho-maria. Dissolver o resíduo com 10 mL de uma solução de acetato de magnésio 5g/L em álcool metílico.

*Solução branco*: álcool metílico

*Procedimento*: medir a absorvância em 440 nm e em 515 nm, utilizando *Solução branco* para ajuste do zero. A razão entre os valores de absorvância em 515 nm e em 440 nm, menor que 2,4, invalida o ensaio. Calcular o teor de glicosídeos hidroxiantracênicos sem os cascarosídeos (HAC), em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{THAC} = \frac{\mathrm{A} \times 6{,}95}{m}$$

em que,

THAC = teor de glicosídeos hidroxiantracênicos sem cascarosídeo % (p/p);
A = absorvância medida em 515 nm para a *Solução amostra*; e
*m* = massa em gramas do extrato fluido utilizado, determinada a partir da densidade.

**Cascarosídeos**

*Solução amostra*: diluir a fase aquosa, com água, num balão volumétrico de 50 mL, completar o volume e homogeneizar. Utilizar 20 mL dessa solução.

*Procedimento*: medir a absorvância em 440 nm e em 515 nm. Utilizar álcool metílico para ajuste do zero. A razão entre os valores de absorvância em 515 nm e em 440 nm, menor que 2,4, invalida o ensaio. Calcular o teor de cascarosídeos, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TC} = \frac{\mathrm{A} \times 6{,}95}{m}$$

em que,

TC = teor de cascarosídeos % (p/p);
A = absorvância medida em 515 nm para a *Solução amostra*; e
*m* = massa em gramas do extrato fluido de cáscara sagrada, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CASTANHA-DA-ÍNDIA, extrato fluido
## *Hippocastani extracta fluida*

O extrato fluido é obtido das sementes secas de *Aesculus hippocastanum* L., contendo no mínimo 3,0% de glicosídeos triterpênicos expressos em escina anidra.

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração marrom escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

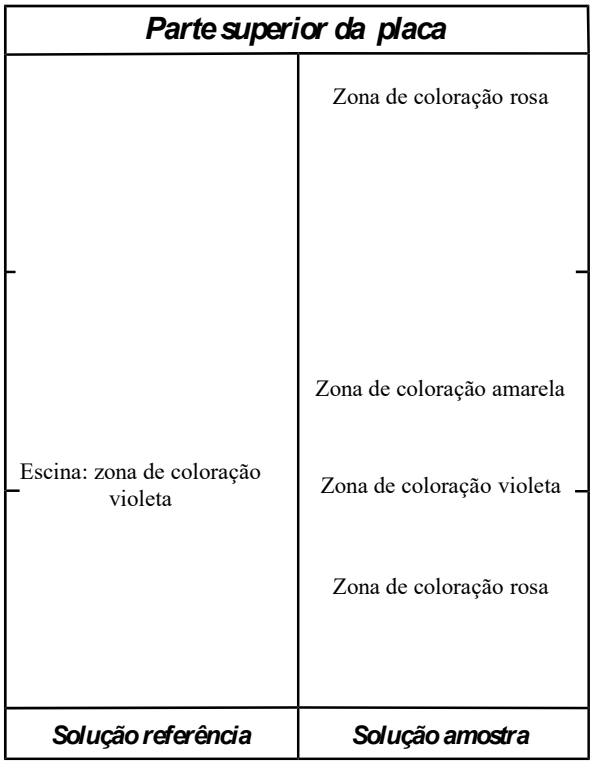
*Fase móvel*: álcool butílico, água e ácido acético glacial (50:40:10).

*Solução amostra*: secar 0,5 mL do extrato fluido até resíduo, em banho-maria, em temperatura máxima de 60 °C. Adicionar 5 mL de álcool metílico e filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver uma quantidade pesada, com exatidão, de escina em álcool metílico, para obter a concentração de 5000 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com anisaldeído SR, aquecer entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente cinco minutos. Examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9930 a 0,9962.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 63% (v/v) a 65% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 9,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Escina**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar soluções como descrito a seguir.

*Solução amostra*: transferir 10,00 mL do extrato fluido para um balão de fundo redondo. Evaporar até resíduo em rotaevaporador com a temperatura não superior a 60 ºC. Dissolver o resíduo com 20 mL de ácido clorídrico 0,1 *M* e transferir para um funil de separação. Lavar o balão de fundo redondo com duas porções de 5 mL de ácido clorídrico 0,1 *M* e transferir os líquidos para o funil de separação. Adicionar 20 mL de álcool *n*-propílico e 50 mL de clorofórmio ao funil de separação, agitar, vigorosamente, por dois minutos. Separar a fase orgânica (fase inferior). Adicionar 50 mL do *Solvente A* à fase superior remanescente no funil de separação. Agitar, vigorosamente, o funil de separação por mais dois minutos e separar a fase orgânica (fase inferior). Reunir as fases orgânicas em um balão de fundo redondo e evaporar até resíduo, em rotaevaporador. Lavar o resíduo do balão com três porções

de 10 mL de éter etílico e filtrar em papel de filtro. Lavar o papel de filtro com 10 mL de éter etílico. Um resíduo insolúvel em éter etílico, constituído das saponinas e outros glicosídeos, fica retido no papel de filtro. Após a eliminação de todo o éter etílico por secagem (tanto do balão quanto do papel de filtro), adicionar 10 mL de ácido acético glacial ao balão de fundo redondo, sendo esse vertido sobre o papel de filtro contendo o resíduo de saponinas. Transferir a solução para um balão volumétrico de 50 mL. Realizar esse procedimento mais duas vezes com 10 mL de ácido acético glacial, completar o volume com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Solvente A*: clorofórmio, ácido clorídrico 0,1 *M* e álcool *n*-propílico (50:30:20). Usar fase inferior.

*Reagente de cor*: dissolver 75 mg de cloreto férrico hexaidratado em 50 mL de ácido acético glacial. A seguir, acrescentar 40 mL de ácido sulfúrico sobre a solução. Transferir a solução para um balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com ácido sulfúrico e homogeneizar. A solução deve ser preparada para uso imediato.

*Soluções para curva de analítica*: pesar 25 mg de escina, transferir para balão volumétrico de 25 mL e dissolver com ácido acético glacial, completar o volume com o mesmo solvente e homogeneizar. Pipetar, separadamente, 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL e 5 mL dessa solução para cinco balões volumétricos de 10 mL, diluir com ácido acético glacial para 10 mL e homogeneizar.

*Solução branco*: ácido acético glacial.

*Procedimento*: transferir 1 mL de cada uma das *Soluções para curva analítica, da Solução amostra* e da *Solução branco*, separadamente, para tubos de ensaio, com tampa. Adicionar 4 mL de *Reagente de cor*, em cada tubo de ensaio. A seguir, levar os tubos ao banho-maria, a temperatura de 60 °C, durante 25 minutos, agitando os tubos ocasionalmente. Medir as absorvâncias das soluções em 540 nm. Após a leitura, construir a curva analítica de escina em mg/mL e determinar a concentração em mg/mL de escina na *Solução amostra*. Calcular o teor de glicosídeos triterpênicos expressos em escina anidra, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TE} = \frac{\mathrm{C} \times 50}{m \times 3}$$

em que,

TE = teor de glicosídeos triterpênicos expressos em escina anidra % (p/p);
C = concentração de escina em mg/mL determinada para a *Solução amostra* a partir da curva analítica; e
*m* = massa em gramas do extrato fluido, determinada a partir da densidade.

## EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CIPÓ-CABELUDO, extrato fluido
## *Mikania hirsutissima extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de folhas secas de *Mikania hirsutissima* DC., contendo, no mínimo, 0,015% de ácido caurenoico ($C_{20}H_{30}O_2$, 302,45).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração verde escura.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: diclorometano, acetato de etila e metanol (500:25:1).

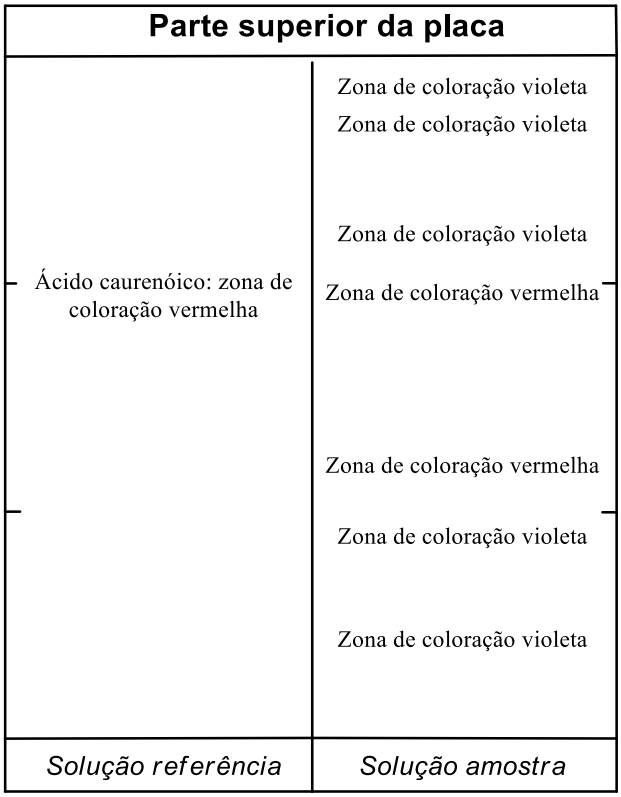
*Solução amostra*: diluir 500 µL do extrato fluido em 500 µL de álcool etílico 70% (v/v) e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência*: solução a 0,77 mg/mL de ácido caurenoico em álcool metílico.

*Revelador:* anisaldeído, solução.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra*, 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com *Revelador* e aquecer entre 100 ºC e 105 ºC durante cinco minutos e examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9253 a 1,0129.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método II*, *Líquidos com mais de 30% de álcool*. 38% (v/v) a 48% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo de 1,60 % (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Ácido caurenoico**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 210 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm), coluna de 250 mm de comprimento, 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm), mantida à temperatura de 20 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,80 mL/minuto.

*Eluente (A):* água e ácido fosfórico (99,9:0,1).

*Eluente (B):* acetonitrila.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 17 | 10 | 90 | isocrática |
| 17 – 17,3 | 10 → 0 | 90 → 100 | gradiente linear |
| 17,3 - 27 | 0 | 100 | isocrática |
| 27 – 30 | 0 → 10 | 100 → 90 | gradiente linear |
| 30 – 40 | 10 | 90 | equilíbrio |

*Solução amostra:* homogeneizar o extrato fluido e levar ao ultrassom por 15 minutos. Transferir 0,5 mL do extrato fluido para tubo de vidro com tampa e adicionar 1 mL de *n*-hexano. Agitar mecanicamente durante um minuto. Adicionar a esta mistura mais 1 mL de *n*-hexano e agitar mecanicamente por um minuto. Transferir a fase orgânica para frasco de vidro e levar em banho-maria (65-75 °C) até a secura. Suspender o resíduo em 1 mL de acetonitrila com auxílio de ultrassom por 90 segundos. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência:* dissolver quantidade pesada, com exatidão, de ácido caurenoico em álcool metílico, de modo a obter uma solução com concentração de 340 µg/mL e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

Injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob o pico referente ao ácido caurenoico. Calcular o teor de ácido caurenoico, em porcentagem, de acordo com a expressão:

$$TA = \frac{C_r \times A_a}{A_r \times m} \times 100$$

em que,

TA = teor de ácido caurenoico % (p/p);
$C_r$ = concentração de ácido caurenoico, em g/mL, na *Solução de referência*, considerando pureza da substância de referência;
$A_a$ = área sob o pico correspondente ao ácido caurenoico na *Solução amostra*;
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao ácido caurenoico na *Solução de referência*; e
m = massa em gramas da amostra utilizada, determinado a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CRATEGO, extrato fluido
## *Crataegi extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de ramos floridos secos de *Crataegus monogyna* Jacq., *Crataegus rhipidophylla* Gand., *Crataegus laevigata* (Poir.) DC., *Crataegus pentagyna* Waldst. & Kit. ex Willd., *Crataegus nigra* Waldst. & Kit. e *Crataegus azarolus* L., ou de híbridos entre elas, contendo, no mínimo, 0,8% de flavonoides totais, expressos como hiperosídeo ($C_{21}H_{20}O_{12}$, 464,38).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração verde escuro, com odor característico.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: acetato de etila, água, ácido acético e ácido fórmico (100:26:11:11).

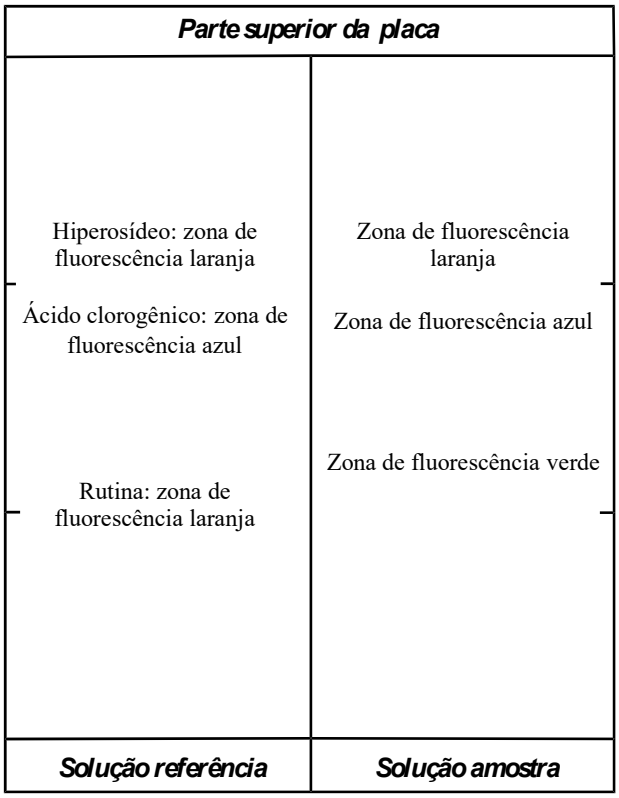
*Solução amostra*: secar 1,0 mL do extrato fluido até resíduo, em banho-maria, em temperatura não superior a 60 °C. Suspender o resíduo em 2 mL de álcool metílico, filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (1)*: dissolver uma quantidade pesada, com exatidão, de ácido clorogênico em álcool metílico, para obter a concentração de 100 µg/mL.

*Solução referência (2)*: dissolver uma quantidade pesada, com exatidão, de hiperosídeo em álcool metílico, para obter a concentração de 250 µg/mL.

*Procedimento*: *aplicar* na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra*, 20 µL da *Solução referência (1)* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa difenilborato de aminoetanol SR, e a seguir com solução de macrogol 400 a 5% (p/v) em álcool etílico. Aquecer entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente cinco minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir, há as sequências de zonas obtidas com a *Solução amostra*, *Solução referência (1)* e *Solução referência (2)*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,0092 a 1,0771.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método II*. 61% (v/v) a 64% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 8,5% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Flavonoides totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução reagente*: ácido bórico a 2,5% (p/v) e ácido oxálico a 2% (p/v) em ácido fórmico anidro. Solubilizar, com aquecimento e agitação, em capela de exaustão.

*Solução estoque*: em um balão volumétrico 100 mL, adicionar 0,5 mL de extrato fluido de cratego e completar o volume com álcool etílico a 60% (v/v).

*Solução amostra*: transferir 5 mL da *Solução estoque* para um balão de fundo redondo de 50 mL e secar em rotaevaporador, em temperatura não superior a 60 °C. Solubilizar o resíduo em 8 mL de

uma mistura de álcool metílico e ácido acético (10:100) e transferir para um balão volumétrico de 25 mL. Lavar o balão de fundo redondo com 3 mL da mistura de álcool metílico e ácido acético (10:100) e adicionar ao balão volumétrico de 25 mL. Acrescentar 10 mL da *Solução reagente*. Levar ao banho de gelo por 10 minutos, não permitindo o congelamento da solução. Completar o volume com ácido acético glacial. Colocar o balão imediatamente em banho de gelo e retirar 10 minutos antes da leitura no espectrofotômetro.

*Solução branco*: transferir 5 mL da *Solução estoque* para um balão de fundo redondo de 50 mL e secar em rotaevaporador, em temperatura não superior a 60 °C. Solubilizar o resíduo em 8 mL da mistura de álcool metílico e ácido acético (10:100) e transferir para um balão volumétrico de 25 mL. Lavar o balão de fundo redondo com 3 mL da mistura de álcool metílico e ácido acético (10:100) e adicionar ao balão volumétrico de 25 mL. Acrescentar 10 mL de ácido fórmico anidro. Levar ao banho de gelo por 10 minutos, não permitindo o congelamento da solução. Completar o volume com ácido acético glacial. Colocar o balão imediatamente em banho de gelo e retirar 10 minutos antes da leitura no espectrofotômetro.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* em 410 nm, após exatamente 30 minutos, utilizando a *Solução branco,* para ajuste do zero. Calcular o teor de flavonoides totais expressos em hiperosídeo, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TF} = \frac{\mathrm{A} \times 1{,}235}{m}$$

em que,

TF = teor de flavonoides totais expressos em hiperosídeo % (p/p);
A = absorvância medida para a *Solução amostra*; e
m = massa em gramas do extrato fluido utilizado, determinado a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# GENCIANA, extrato fluido
## *Gentianae extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de rizomas e raízes secas de *Gentiana lutea* L., contendo, no mínimo, 1,5% de gentiopicrosídeo ($C_{16}H_{20}O_9$, 356,33).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de cor castanho-amarelada escura ou castanho-avermelhada escura.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico e água (77:15:8).

*Solução amostra*: diluir 0,1 mL de extrato fluido em 1 mL de álcool metílico.

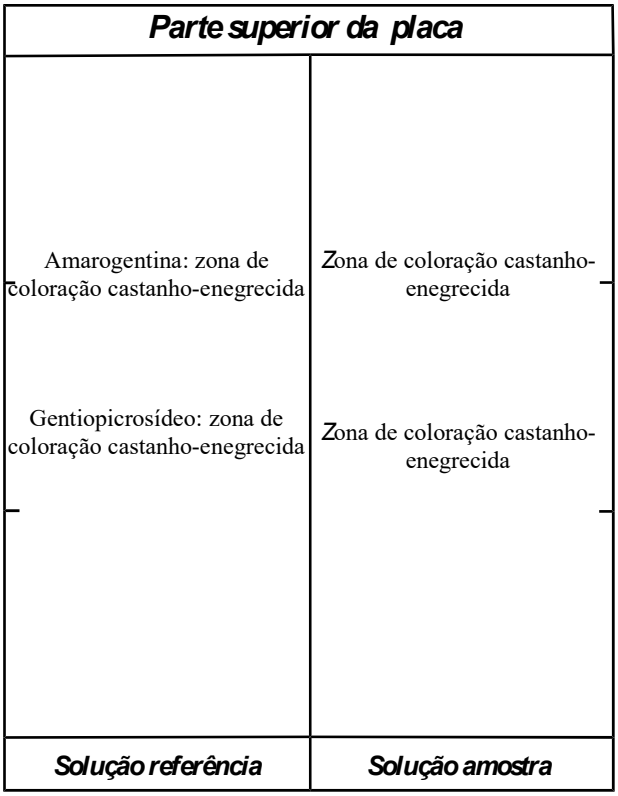
*Solução referência (1)*: preparar uma solução a 280 µg/mL de gentiopicrosídeo em álcool metílico.

*Solução referência (2)*: preparar uma solução a 1200 µg/mL de amarogentina em álcool metílico.

*Revelador*: misturar, na ordem, 0,5 mL de anisaldeído, 10 mL de ácido acético glacial, 85 mL de álcool metílico e 5 mL de ácido sulfúrico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra*, 20 µL da *Solução referência (1)* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a cromatoplaca com o *Revelador*, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante um minuto e examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,049 a 1,080.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 24% a 28% (v/v).

**Índice de amargor (5.4.1.10).** No mínimo 10 000.

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 30,0% (p/p). Determinado em 3,0 g da amostra.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Gentiopicrosídeo**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 272 nm; coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada ao grupo octadecilsilano (5 μm), mantida a temperatura de (22 ± 2) °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,7 mL/min.

*Eluente (A)*: água e ácido trifluoracético (100:0,006).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 10 | 95 → 72 | 5 → 28 | gradiente linear |
| 10 - 14 | 72 → 80 | 28 → 20 | gradiente linear |
| 14 - 16 | 80 → 95 | 20 → 5 | gradiente linear |
| 16 - 20 | 95 | 5 | isocrática |

*Solução amostra*: diluir 150 µL de extrato fluido em 10 mL da mistura de álcool metílico e água (1:1). Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de gentiopicrosídeo em álcool metílico de modo a obter solução na concentração de 0,32 mg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente 5 µL da *Solução referência* e 5 µL da *Solução amostra,*. Registrar os cromatogramas e medir a área sob o pico referente ao gentiopicrosídeo. O tempo de retenção médio é de aproximadamente nove minutos. Calcular o teor de gentiopicrosídeo, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TG} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a \times 10 \times 100}{\mathrm{A}_r \times m}$$

em que,

TG = teor de gentiopicrosídeo % (p/p);
Cr = concentração da *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
Ar = área sob o pico correspondente ao gentiopicrosídeo na *Solução referência*;
Aa= área sob o pico correspondente ao gentiopicrosídeo na *Solução amostra*;
*m* = massa em gramas do extrato fluido, determinado a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# GUARANÁ, extrato fluido
## *Paulliniae cupanae extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de sementes secas de *Paullinia cupana* Kunth, desprovidas de arilo e tegumento (casquilho), contendo, no mínimo, 3,5% de cafeína ($C_8H_{10}N_4O_2$, 194,19).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por maceração ou percolação, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido turvo de cor castanho-avermelhada. Diluído em igual volume de água produz mistura turva.

IDENTIFICAÇÃO

**Caracterização da presença de taninos**

**A.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: acetato de etila, tolueno e ácido fórmico (7:3:0,5).

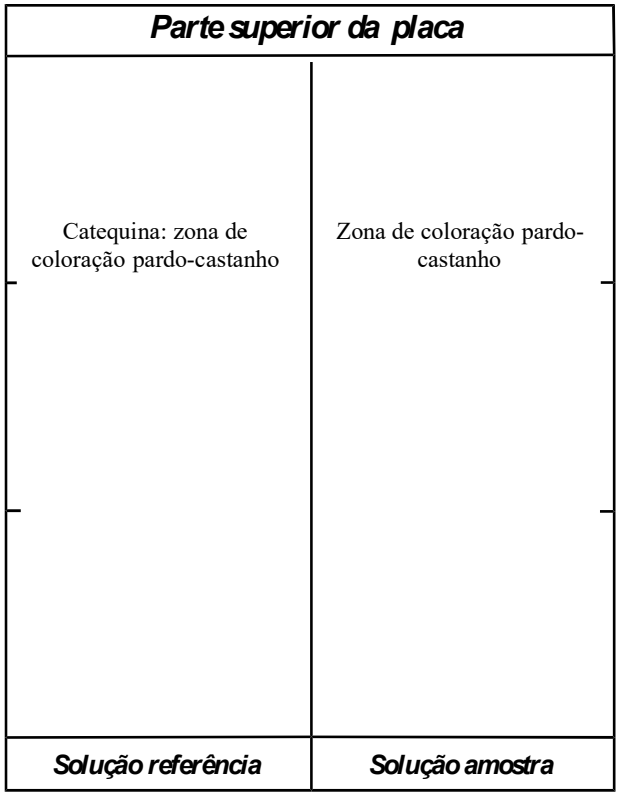
*Solução amostra*: diluir o extrato fluido em álcool etílico absoluto na proporção de 1:10 (v/v).

*Solução referência*: solução a 1 mg/mL de catequina em álcool metílico.

*Revelador*: dissolver 1 g de vanilina em 100 mL de álcool metílico. Adicionar 4 mL de ácido clorídrico e 5 mL de ácido sulfúrico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR, aquecer a 105 ºC durante três minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




**Caracterização da presença de metilxantinas**

**B**. Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico e água (10:1,4:1).

*Solução amostra*: diluir a amostra de extrato fluido de guaraná em álcool metílico na proporção 1:10 (v/v)**.**

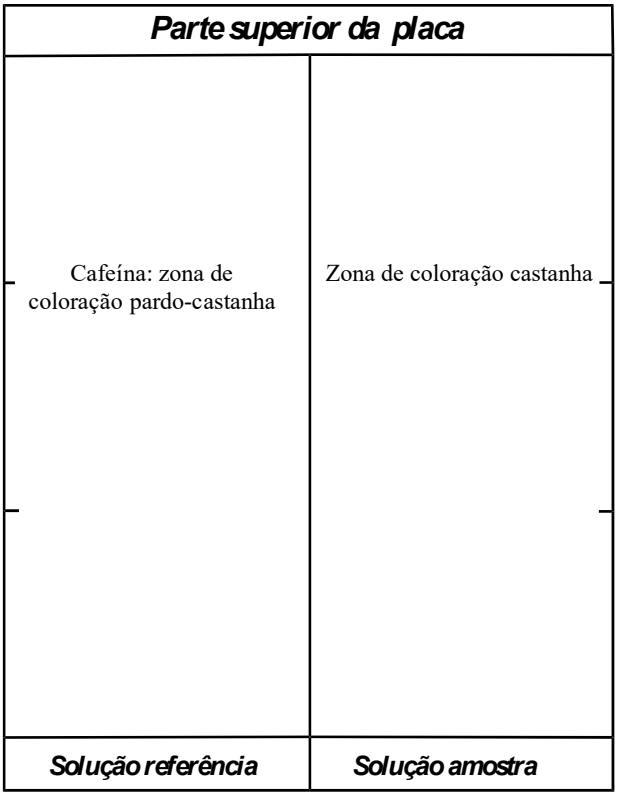
*Solução referência***:** solução a 100 µg/mL de cafeína em álcool metílico.

*Revelador (1)*: solução de ácido clorídrico a 25% (v/v) em álcool etílico.

*Revelador (2)*: dissolver 1 g de iodo em 100 mL de água, acrescentar 2 g de iodeto de potássio, agitar, deixar em repouso por algumas horas e filtrar em lã de vidro.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 5 a 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com solução de ácido clorídrico a 25% em álcool etílico e, a seguir, com iodo SR.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9920 a 1,020.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Tratamentos especiais*, *Líquidos com mais de 30% de álcool etílico.* 55% (v/v) a 65% (p/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 18,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Cafeína**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 272 nm; coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura de 22 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,6 mL/minuto. Sistema isocrático.

*Fase móvel*: água, álcool metílico e ácido trifluoracético (70:30:0,005).

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de cafeína em álcool metílico, para obter solução a 130 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução amostra*: diluir 30 µL de extrato fluido para 10 mL com uma mistura de álcool metílico e água (1:1). Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção relativo para o pico da cafeína é de cerca de 8 minutos e 30 segundos. Calcular o teor de cafeína, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TC} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a \times 10 \times 100}{\mathrm{A}_r \times m}$$

em que,

TC = teor de cafeína % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_a$ = área sob o pico correspondente à cafeína na *Solução amostra*;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à cafeína na *Solução referência*; e
*m* = massa em gramas do extrato fluido, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# HAMAMELIS, extrato fluido
## *Hamamelidis extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de folhas secas de *Hamamelis virginiana* L., contendo, no mínimo, 3,0% de taninos (p/p) expressos em pirogalol ($C_6H_6O_3$, 126,11).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por maceração ou percolação, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração verde escura.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$.

*Fase móvel*: acetato de etila, tolueno, ácido fórmico e água (60:20:20:15).

*Solução amostra*: tomar 1 mL do extrato e secar até resíduo em banho-maria, em temperatura não superior a 60ºC. Suspender o resíduo em 1 mL de álcool metílico e proceder à análise cromatográfica.

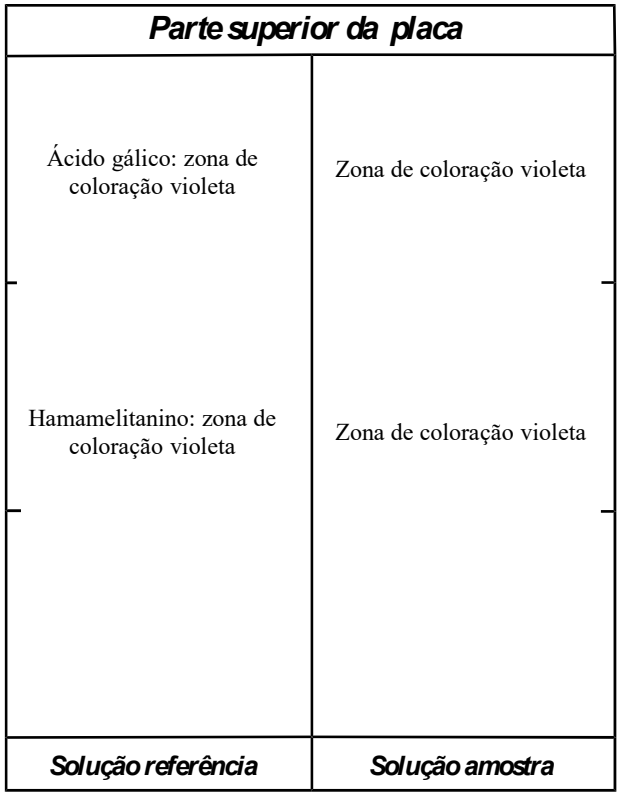
*Solução referência (1)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de ácido gálico em álcool metílico, para obter a concentração de 1000 µg/mL.

*Solução referência (2)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de hamamelitanino em álcool metílico, para obter a concentração de 1000 µg/mL.

*Revelador*: cloreto férrico a 1% (p/v).

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra*, 10 µL da *Solução referência (1)* e 10 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com cloreto férrico a 1% (p/v), aquecer entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente cinco minutos. Examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, *Solução referência (2)*, e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,0394 a 1,0409.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método II*, *Líquidos com mais de 30% de álcool etílico*. 38% (v/v) a 44% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo de 30,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Taninos totais**

***Nota:*** *proteger as amostras da luz durante a extração e a diluição. Utilizar água isenta de dióxido de carbono em todas as operações.*

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução estoque*: pipetar 750 µL de extrato fluido de hamamelis e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar a pipeta com água destilada, completar o volume para 250 mL com água e homogeneizar. Deixar a solução em repouso para que os sólidos precipitem. Filtrar em papel de filtro de 125 mm de diâmetro. Descartar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: diluir 5 mL da *Solução estoque* em balão volumétrico de 25 mL com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução carbonato de sódio SR e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_1$) após 30 minutos, protegido da luz, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*: a 10 mL da *Solução estoque*, adicionar 0,10 g de pó de pele e agitar vigorosamente durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro com 125 mm de diâmetro. Diluir 5 mL desse filtrado em balão volumétrico de 25 mL com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio SR e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_2$) após 30 minutos, protegido da luz, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol em água, em balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio SR e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_3$) após 30 minutos, protegido da luz, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de taninos totais expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{(A_1 - A_2) \times m_2 \times 62{,}5}{A_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;
$A_3$ = absorvância medida para a *Solução referência*;
$m_1$ = massa em gramas do extrato fluido utilizado, determinada a partir da densidade; e
$m_2$ = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# LARANJA-AMARGA, extrato fluido
## *Aurantii amari exocarpium extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de porções secas do exocarpo, correspondente ao flavedo do fruto maduro, isento da maior parte do mesocarpo, correspondente ao albedo de *Citrus aurantium* L. subsp. *aurantium* [syn. *Citrus aurantium* L. subsp. *amara* (L.) Engler], contendo, no mínimo, 2,0% de naringina ($C_{27}H_{32}O_{14}$, 580,54).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de cor castanho-amarelada ou castanho-avermelhada e odor cítrico.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $G_{60}$.

*Fase móvel*: acetato de etila, água e ácido fórmico (75:15:10).

*Solução amostra*: diluir 0,3 mL de extrato fluido de laranja-amarga em 0,7 mL de álcool etílico.

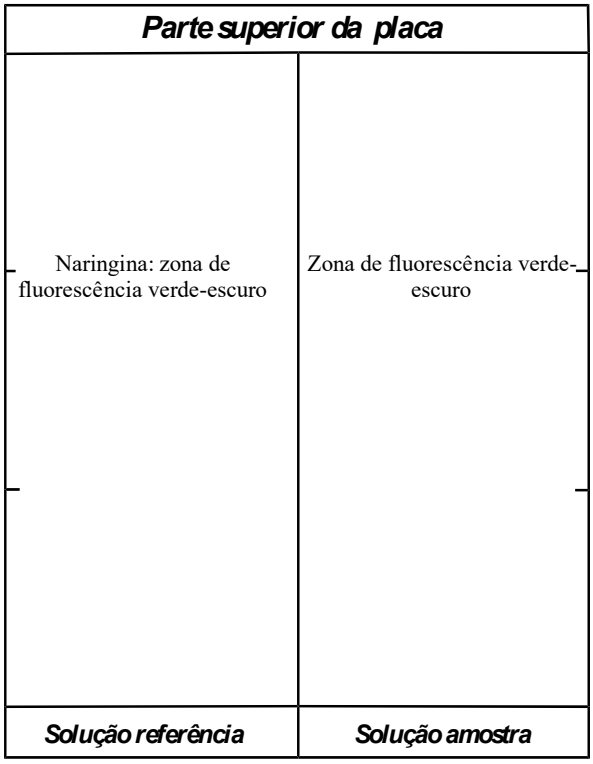
*Solução referência*: preparar uma solução a 10 mg/mL de naringina em álcool metílico.

*Revelador (1)*: dissolver 1 g de difenilborato de aminoetanol em álcool metílico e completar o volume para 100 mL com o mesmo solvente.

*Revelador (2)*: solução de macrogol 400 a 5% em álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR (reagente natural A) e, a seguir, com solução de macrogol 400 a 5% em álcool metílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm após, no mínimo, duas horas.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,0500 a 1,0850.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 25% (v/v) a 40% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo, 30,0% (p/p). Determinar em 2,0 g da amostra.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Naringina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 284 nm; coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 μm), mantida à temperatura ambiente de (22 ± 2) °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,5 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água e ácido fórmico (100:0,1).

*Eluente (B)*: álcool metílico.

| ***Tempo (minutos)*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|
| 0 - 3 | 80 | 20 | isocrática |

| | | | |
|---|---|---|---|
| 3 - 33 | 80 → 0 | 20 → 100 | gradiente linear |
| 33 - 34 | 0 → 80 | 100 → 20 | gradiente linear |
| 34 - 40 | 80 | 20 | isocrática |

*Solução amostra*: diluir 0,200 mL de extrato fluido de laranja-amarga para 25 mL com uma mistura de álcool metílico e água (1:1). Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade pesada, com exatidão, de naringina em solução de álcool metílico e água (1:1), de modo a obter solução com concentração de 0,250 mg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir a área sob o pico correspondente a naringina. O tempo de retenção médio é de aproximadamente 17,6 minutos. Calcular o teor de naringina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TN} = \frac{\mathrm{C}_r \times \mathrm{A}_a \times 25 \times 100}{\mathrm{A}_r \times m}$$

em que,

TN = teor de naringina % (p/p);
$C_r$ = concentração da *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente à naringina na *Solução referência*;
$A_a$ = área sob o pico correspondente à naringina na *Solução amostra*; e
*m* = massa em gramas do extrato fluido utilizado, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# NOZ-DE-COLA, extrato fluido
## *Colae semen extractum fluidum*

O extrato fluido é obtido a partir de cotilédones secos de *Cola nitida* (Vent.) Schott & Endl. (syn. *Cola vera* K.Schum.), contendo, no mínimo, 0,6% (p/v) de cafeína ou, no mínimo, 1,0% (p/v) de metilxantinas, expressos como cafeína ($C_8H_{10}N_4O_2$, 194,19).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido, castanho escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: acetato de etila, álcool metílico e água (77:13:10).

*Solução amostra*: extrato fluido

*Solução referência (1)*: dissolver 25 mg de cafeína em 10 mL de álcool etílico a 60%.

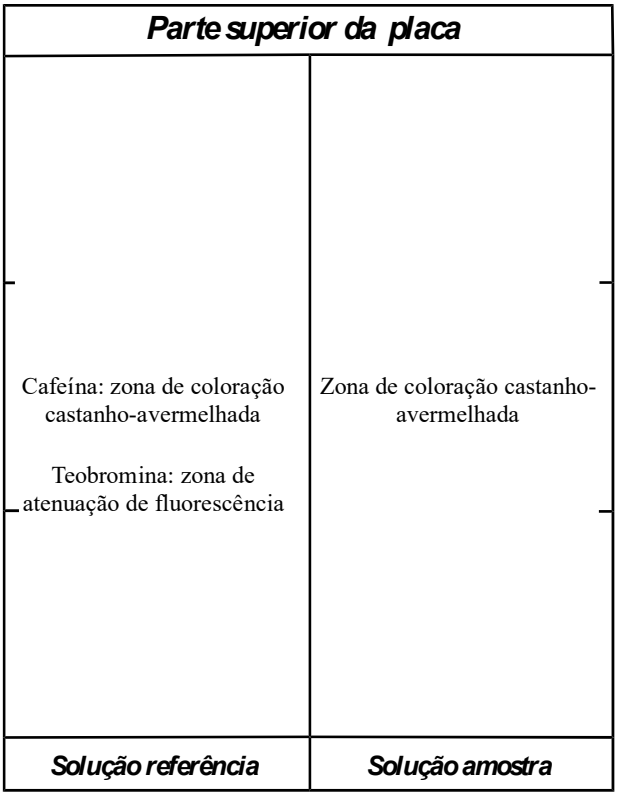
*Solução referência (2)*: dissolver 10 mg de teobromina em 10 mL de uma mistura de água, álcool metílico e álcool etílico (1:2:2), aquecendo se necessário.

*Revelador (1)*: álcool etílico e ácido clorídrico concentrado (1:1).

*Revelador (2)*: dissolver 1 g de iodo e 1 g de iodeto de potássio em 100 mL de álcool etílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com o *Revelador (1)*. A seguir, nebulizar a placa com o *Revelador (2)*.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9755 a 0,9785

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 65% a 75% (p/v). *Método por destilação*, *Tratamentos especiais, Líquidos com mais de 30% de álcool.*

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 5,0%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Metilxantinas**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no ultravioleta* **(5.2.14)**. Preparar as soluções como descrito a seguir.

*Solução amostra*: transferir 1,0 mL da amostra de extrato fluido de noz-de-cola para um balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com solução de ácido sulfúrico a 2,5% (v/v) e homogeneizar. Transferir 3,0 mL da solução obtida, diluir para 100 mL utilizando solução de ácido sulfúrico a 2,5% (v/v) e homogeneizar. Preparar um branco com 1,0 mL de álcool etílico a 70% submetido às mesmas condições de diluição da amostra diluente e subtrair o valor encontrado na leitura da *Solução amostra*.

*Solução referência*: dissolver 25 mg de cafeína com ácido sulfúrico a 2,5% (v/v) em balão volumétrico de 100 mL, completar o volume e homogeneizar para obter solução a 250 µg/ mL. Diluir 5 mL dessa solução para 50 mL utilizando o mesmo diluente obtendo-se uma solução a 25 µg/ mL de cafeína.

*Soluções para curva analítica*: transferir alíquotas de 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL, 5 mL, 6 mL e 7 mL da *Solução referência*, diluir com ácido sulfúrico a 2,5% (v/v) em balão volumétrico de 25 mL, completar o volume e homogeneizar, obtendo-se soluções com as concentrações respectivas de 1 µg/mL, 2 µg/mL, 3 µg/mL, 4 µg/mL, 5 µg/mL, 6 µg/mL e 7 µg/mL.

*Solução branco*: ácido sulfúrico a 2,5% (v/v).

*Procedimento*: determinar a absorvância das *Soluções para curva analítica* e da *Solução amostra* em 271 nm utilizando cubetas de 1 cm e *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular o teor de metilxantinas, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TM = C \times 0{,}3333$$

em que,

TM = teor de metilxantinas % (p/v); e
C = concentração de metilxantinas (cafeína) em µg/mL obtida a partir da curva analítica.

**Cafeína**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector de ultravioleta a 273 nm; pré-coluna contendo fase reversa C-18 e coluna de 250 mm de comprimento e 4,9 mm de diâmetro interno, empacotada com C-18 (5 µm); fluxo da *Fase móvel* de 1,50 mL/minuto. Sistema isocrático.

*Fase móvel*: *Eluente (A)* e *Eluente (B)* (70:30).

*Eluente (A)*: água contendo 1% de ácido acético.

*Eluente (B)*: álcool metílico.

*Solução amostra*: transferir, analiticamente, 1,0 mL do extrato fluido de noz-de-cola para balão volumétrico de 50 mL, completar o volume com a *Fase móvel* e homogeneizar. Transferir 3,0 mL dessa solução para balão volumétrico de 50 mL, completar o volume com a *Fase móvel* e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (1)*: dissolver quantidade exatamente pesada de cafeína em *Fase móvel* para obter solução a 0,400 mg/mL.

*Solução referência (2)*: solução contendo teobromina e cafeína à 16 µg/mL.

*Soluções para curva analítica*: diluir 1,0 mL da *Solução referência (1)* com a *Fase móvel* em balão volumétrico de 25 mL, obtendo-se solução de concentração de 16 µg/mL. Transferir, quantitativamente, alíquotas de 1,0 mL, 3,0 mL, 5,0 mL e 7,0 mL dessa solução e diluir com a *Fase móvel* em balões volumétricos de 10 mL, obtendo-se as concentrações de 1,6 µg/mL, 4,8 µg/mL, 8,0 µg/mL e 11,2 µg/mL que juntamente com a solução de concentração de 16 µg/ mL obtida são as *Soluções para curva analítica*. Filtrar as soluções em unidade filtrante de 0,45 µm

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre os picos*: *Solução referência (2)*, no mínimo 2,5 entre os picos referentes à teobromina e à teofilina.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL das *Soluções para curva analítica* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos correspondentes à cafeína. Calcular o teor de cafeína, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TC = C \times 0{,}08333$$

em que,

TC = teor de cafeína % (p/v); e
C = concentração de cafeína em µg/mL obtida a partir da curva analítica.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# NOZ-VÔMICA, extrato fluido
## *Strychni extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de sementes secas de *Strychnos nux-vomica* L., contendo, no mínimo, 0,5% de estriquinina ($C_{21}H_{22}N_2O_2$, 334,42).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração marrom escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: álcool butílico, água e ácido acético glacial (70:20:10).

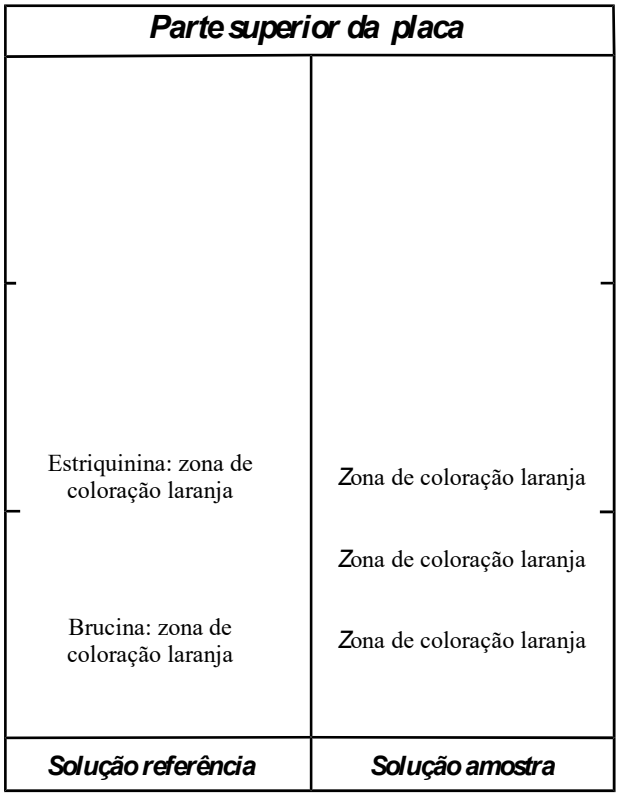
*Solução amostra*: secar 1,0 mL de extrato fluido até resíduo, em banho-maria, em temperatura máxima de 60 °C. Suspender o resíduo em 5 mL álcool metílico e filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência (1)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de estriquinina em álcool metílico, para obter a concentração de 500 µg/mL.

*Solução referência (2)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de brucina em álcool metílico, para obter a concentração de 500 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra*, 20 µL da *Solução referência (1)* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de ácido sulfúrico a 10% em álcool etílico, e a seguir com solução de iodobismutato de potássio aquo-acético. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por cinco minutos e examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, a *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,985 a 1,000.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método II*. 52% (v/v) a 56% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 18,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Estriquinina**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 210 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 μm), mantida à temperatura de 30 °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,3 mL/minuto. Sistema isocrático.

*Fase móvel*: tampão fosfato de potássio dibásico (7 g/L) pH 3,0 ajustado com ácido fosfórico, acetonitrila e dietilamina (900:100:20).

*Solução referência*: pesar 15 mg de estriquinina. Transferir para balão volumétrico de 10 mL, dissolver com a *Fase móvel*, completar o volume com a *Fase móvel* e homogeneizar. Filtrar a solução em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução amostra*: homogeneizar a amostra em banho de ultrassom por cinco minutos, pipetar 1,0 mL do extrato fluido e transferir para balão volumétrico de 5 mL. Limpar a ponteira do micropipetador pelo menos duas vezes com a *Fase móvel*. Completar o volume com a *Fase móvel* e homogeneizar. Filtrar a solução em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos referentes a estriquinina. Calcular o teor de estriquinina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TE} = \frac{\mathrm{A}_a \times \mathrm{C}_r}{\mathrm{A}_r \times m_a} \times \mathrm{FD}_a \times 100$$

em que,

TE = teor de estriquinina % (p/p);
$A_r$ = área sob o pico correspondente à estriquinina na *Solução referência*;
$A_a$ = área sob o pico correspondente à estriquinina na *Solução amostra*;
$C_r$ = concentração da estriquinina na *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$m_a$ = massa em gamas do extrato fluido, determinada a partir da densidade;
$FD_a$ = fator de diluição da *Solução amostra* (5); e
100 = fator de conversão para teor em % (g/ 100 g).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# RATÂNIA, extrato fluido
## *Ratanhieae extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir das raízes de *Krameria lappacea* (Dombey) Burdet & B.B.Simpson (syn. *Krameria triandra* Ruiz & Pav.), contendo, no mínimo, 1,5% de taninos totais, expressos em pirogalol ($C_6H_6O_3$, 126,11).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, de cor castanho escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $F_{254}$ (0,25 mm).

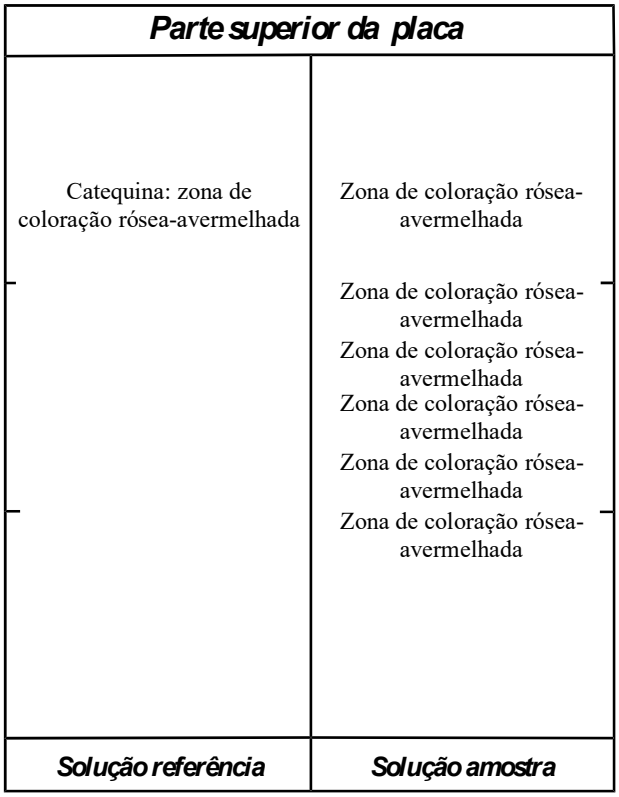
*Fase móvel*: acetato de etila, ácido fórmico e água (90:5:5).

*Solução amostra*: diluir 1 mL do extrato fluido para 5 mL de álcool metílico.

*Solução referência*: pesar cerca de 1 mg de catequina e dissolver em 2 mL de álcool metílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar em capela de exaustão. Nebulizar a placa com vanilina a 1% (p/v) em álcool etílico e, em seguida, nebulizar com ácido clorídrico.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9687 a 0,9688.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 63% (v/v) a 66% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 5,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Taninos totais**

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível* **(5.2.14)**. Preparar soluções descritas a seguir.

*Solução estoque*: pesar, com exatidão, cerca de 1,5 g do extrato fluido, em balão volumétrico de 250 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Filtrar em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

*Solução amostra para polifenóis totais*: transferir, volumetricamente, 5 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água destilada para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio

a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_1$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*: a 10 mL da *Solução estoque*, adicionar 0,1 g de pó de pele e agitar, mecanicamente, em erlenmeyer de 125 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_2$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

*Solução referência*: dissolver, em água, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol, transferir para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm ($A_3$) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de taninos totais expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TT} = \frac{(\mathrm{A}_1 - \mathrm{A}_2) \times m_2 \times 62{,}5}{\mathrm{A}_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);
$A_1$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;
$A_2$ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;
$A_3$ = absorvância medida para a *Solução referência*;
$m_1$ = massa em gramas do extrato fluido utilizado; e
$m_2$ = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# VALERIANA, extrato fluido
## *Valerianae extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de órgãos subterrâneos (raízes, rizomas e estolões), secos, de *Valeriana officinalis* L., contendo, no mínimo, 0,15% de ácidos sesquiterpênicos totais, expressos em ácido valerênico ($C_{15}H_{22}O_2$, 234,34).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por maceração ou percolação, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido castanho escuro, de odor forte e persistente.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: ciclohexano, acetato de etila e ácido acético glacial (60:38:2).

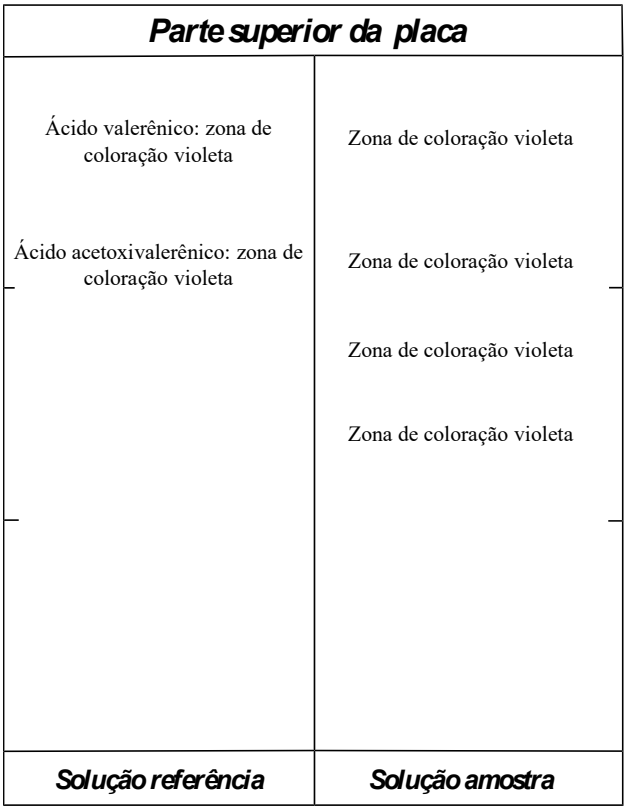
*Solução amostra*: medir 1 mL de extrato fluido e secar até resíduo em banho-maria, em temperatura não superior a 60 ºC. Suspender o resíduo em 1 mL de álcool metílico e proceder à análise cromatográfica.

*Solução referência (1)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de ácido valerênico em álcool metílico, para obter a concentração de 100 µg/mL.

*Solução referência (2)*: dissolver uma quantidade exatamente pesada de ácido acetoxivalerênico em álcool metílico, para obter a concentração de 100 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 15 µL da *Solução amostra*, 15 µL da *Solução referência (1)* e 15 µL da *Solução referência (2)*. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com anisaldeído SR, aquecer entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente cinco minutos. Examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução amostra*, *Solução referência (1)* e *Solução referência (2)*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,0048 a 1,0079.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Método II*, *Líquidos com mais de 50% de álcool*. 51% (v/v) a 53% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 24,0% (p/p).

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

**Ácidos sesquiterpênicos**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* **(5.2.17.4)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 220 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm), mantida à temperatura de 30 °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,5 mL/minuto.

*Eluente (A)*: ácido fosfórico a 5 mL/L e acetonitrila (80:20).

*Eluente (B)*: acetonitrila e ácido fosfórico a 5 mL/L (80:20).

| ***Tempo*** | ***Eluente (A) (%)*** | ***Eluente (B) (%)*** | ***Eluição*** |
|---|---|---|---|

| ***(minutos)*** | | | |
|---|---|---|---|
| 0 - 5 | 55 | 45 | isocrática |
| 5 - 15 | 55 → 20 | 45 → 80 | gradiente linear |
| 15 - 25 | 20 | 80 | isocrática |
| 25 - 28 | 20 → 55 | 80 → 45 | gradiente linear |
| 28 - 30 | 55 | 45 | isocrática |

*Solução amostra*: transferir 5,0 mL do extrato fluido para um balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com álcool metílico e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência*: dissolver quantidade exatamente pesada de ácido valerênico em álcool metílico, para obter uma solução a 50 µg/mL e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O pico do ácido acetoxivalerênico é identificado pelo cálculo do tempo de retenção relativo, utilizando o ácido valerênico como referência. O tempo de retenção relativo do ácido acetoxivalerênico é de aproximadamente 0,6. Calcular o teor de ácidos sesquiterpênicos, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\mathrm{TAST} = \frac{\mathrm{C_r} \times (\mathrm{A_1} + \mathrm{A_2}) \times 10 \times 100}{\mathrm{A_r} \times m}$$

em que,

TAST = teor de ácidos sesquiterpênicos % (p/p);
$C_r$ = concentração do ácido valerênico na *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;
$A_r$ = área sob o pico correspondente ao ácido valerênico na *Solução referência*;
$A_1$ = área sob o pico correspondente ao ácido acetoxivalerênico na *Solução amostra*;
$A_2$ = área sob o pico correspondente ao ácido valerênico na *Solução amostra*; e
*m* = massa em gramas do extrato fluido, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# ÓLEOS, GORDURAS E CERAS

# ALECRIM, óleo
## *Rosmarini aetheroleum*

Óleo volátil obtido, por hidrodestilação, a partir de sumidades floridas de *Rosmarinus officinalis* L.

CARACTERÍSTICAS

Líquido incolor ou de cor levemente amarelo-esverdeado, de odor forte característico.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,25 mm).

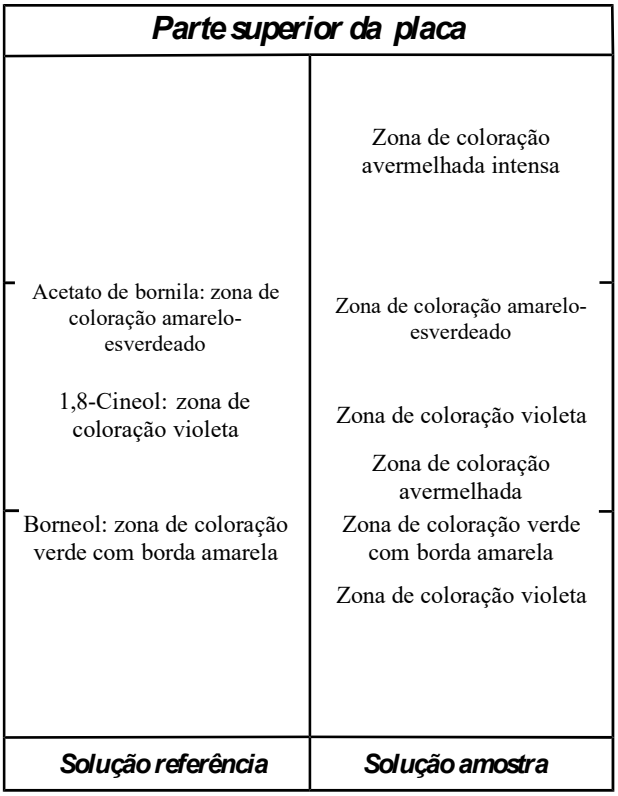
*Fase móvel*: cloreto de metileno.

*Solução amostra*: diluir 0,5 mL da amostra a ser examinada em tolueno e completar o volume com o mesmo solvente para 10 mL.

*Solução referência*: dissolver 50 mg de borneol, 50 mg de acetato de bornila e 100 µL de 1,8-cineol em acetato de etila e completar o volume com o mesmo solvente a 10 mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a palca com uma solução de anisaldeído e aquecer em estufa entre 100 °C e 105 ºC durante 10 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,894 a 0,912.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,460 a 1,476.

**Rotação óptica (5.2.8).** -5° a +8°.

**Índice de acidez (5.2.29.7).** No máximo 1,0%.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em C*romatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chamas, utilizando mistura de nitrogênio, hidrogênio e ar sintético (1:1:10) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 60 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com macrogol, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar hélio purificado como gás de arraste (1 mL/minuto).

*Temperatura:*

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 10 | 50 |
| | 10 – 85 | 50 → 200 |
| | 85 – 110 | 200 |
| Injetor | | 200 |
| Detector | | 240 |

*Solução amostra:* diluir 0,2 mL do óleo volátil de alecrim em 10 mL de hexano. Armazenar sob refrigeração, em frasco hermeticamente fechado e ao abrigo da luz.

*Solução referência:* dissolver 20 µL de α-pineno, 10 mg de canfeno, 20 µL de β-pineno, 10 µL de β-mirceno, 20 µL de limoneno, 50 µL de cineol, 10 µL de *p*-cimeno, 50 mg de cânfora, 30 mg de acetato de bornila, 10 mg de α-terpinol, 10 mg de borneol e 10 µL de verbenona em 10 mL de hexano.

*Procedimento*: injetar volume de 1 µL da *Solução amostra* e 1 µL da *Solução referência (1)* e 1 µL da *Solução referência (2)* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência (1)* e *(2)* ou a identificação confirmada com a cromatografia a gas acoplada a detector seletivo de massas, operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama (Figura 1).

O cromatograma poderá, ainda, apresentar os seguintes compostos: acetato de bornila, borneol, β-pineno, β-mirceno, limoneno, *p*-cimeno, α-terpineol e verbenona.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra* verificar a presença dos componentes conforme segue: α-pineno, no mínimo, 9%; canfeno, no mínimo, 2,5%; cineol, no mínimo, 16%; e cânfora, no mínimo, 5%.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

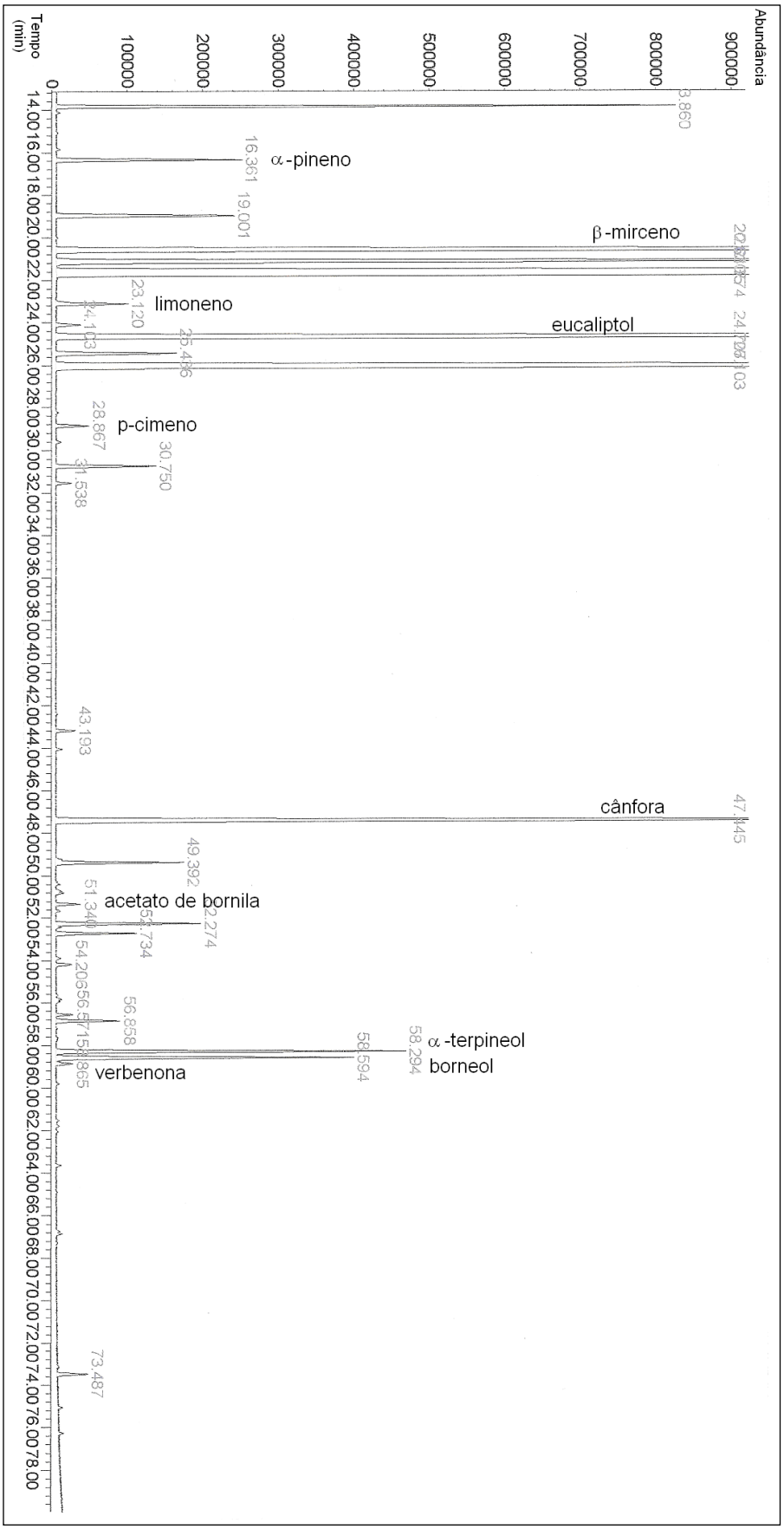



**Figura 1 – Cromatograma ilustrativo obtido com o óleo volátil de *Rosmarinus officinalis* L. por cromatografia gasosa acoplada a detector de massas.**

# ALGODÃO, óleo refinado
## *Gossypii oleum raffinatum*

Óleo obtido a partir de sementes de *Gossypium hirsutum* L., submetido a processo de refino.

CARACTERÍSTICAS

Líquido oleoso amarelo pálido.

TESTES

**Água (5.2.20.1).** *Método culombimétrico*. No máximo, 0,1%. Determinar em 1 g.

**Índice de acidez (5.2.29.7).** No máximo, 0,2.

**Índice de peróxidos (5.2.29.11).** No máximo, 10.

**Substâncias insaponificáveis (5.2.29.14).** *Método II*. No máximo, 1,5%. Determinar em 5 g.

**Impurezas alcalinas (5.2.29.15.2).** Volume inferior a 0,1 mL de ácido clorídrico 0,01 *M*.

**Óleos estranhos em óleos fixos por cromatografia a gás (5.2.29.15.4).** Misturas comerciais de ésteres metílicos também podem ser utilizadas como padrão. A fração do óleo de algodão composta por ácidos graxos apresenta a seguinte composição:

*Ácidos graxos com cadeia inferior a 14 carbonos, com até uma ligação dupla*: no máximo, 0,2%;
*Ácido mirístico*: 0,3% a 1,0%;
*Ácido palmítico*: 18,0% a 26,4%;
*Ácido palmitoleico*: no máximo, 1,2%;
*Ácido esteárico*: 2,1% a 3,3%;
*Ácido oleico*: 14,0% a 21,7%;
*Ácido linoleico*: 46,7% a 58,3%;
*Ácido linolênico e γ-linolênico*: no máximo, 1,0%;
*Ácido araquídico*: no máximo, 1,0%;
*Ácido eicosenoico*: no máximo, 0,5%;
*Ácido behenico*: no máximo, 0,6%;
*Ácido erúcico*: no máximo, 0,5%;
*Ácido lignocérico*: no máximo, 0,5%.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

CATEGORIA

Excipiente farmacotécnico.

# ANIS-DOCE, óleo
## *Anisi aetheroleum*

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de frutos maduros e secos de *Pimpinella anisum* L.

CARACTERÍSTICAS

Líquido fluído, límpido, incolor ou amarelo claro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica gel $F_{254}$ (250 µm).

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (93:7).

*Solução amostra*: diluir 1,0 g do óleo volátil em tolueno e completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente.

*Solução referência*: diluir 10 µL de linalol, 30 µL de anisaldeído e 200 µL de anetol em tolueno e completar o volume para 15 mL com o mesmo solvente. Transferir 1,0 mL dessa solução e completar o volume para 5 mL com tolueno.

*Revelador (1)*: dissolver 0.25 g de 4-acetilbenzoato de metila em uma mistura de 5 mL de ácido sulfúrico e 85 mL de álcool metílico resfriado.

*Revelador (2)*: anisaldeído (0,5% em ácido acético/ácido sulfúrico).

*Procedimento*: aplicar em duas cromatoplacas, separadamente, em forma de banda, 5 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver os cromatogramas. Remover as cromatoplacas e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a primeira placa com *Revelador (1)* e aquecer entre 100 °C e 105 °C durante 5 a 10 minutos. Examinar as cromatoplacas sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a segunda placa com o *Revelador (2)*, aquecer entre 100 ºC e 105 ºC, durante cinco a 10 minutos. Examinar sob a luz visível nos primeiros 10 minutos.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*, para a primeira, após exame sob a luz ultravioleta em 254 nm, e a segunda cromatoplaca, com *Revelador (1 e 2)*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| *trans*-Anetol: zona de atenuação de fluorescência | Zona de muito intensa de atenuação de fluorescência<br>Zona de atenuação de fluorescência |
| Anisaldeído: zona de atenuação de fluorecência | Zona de atenuação de fluorescência |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| *trans*-Anetol: zona de coloração castanha | Zona de coloração castanha<br>Zona de coloração cinzenta |
| Anisaldeído: zona de coloração amarela<br>Linalol: zona de coloração castanha* | Zona de coloração amarela<br>Zona de coloração castanha*<br>Zona de coloração cinzenta |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

* o linalol é visualizado quando é utilizado o *Revelador (2)*.

TESTES

**Temperatura de congelamento (5.2.4).** 15 °C a 19 °C.

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,980 a 0,999.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,552 a 1,561.

**Óleos fixos e óleos voláteis resinificados.** Colocar uma gota da amostra num fragmento de papel de filtro. A gota deve evaporar completamente em 24 horas sem deixar mancha translúcida ou gordurosa.

**Fenchona.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**, utilizando as condições indicadas no ensaio *Perfil cromatográfico* com as alterações a seguir:

*Solução amostra*: diluir 400 µL da amostra em 2 mL de hexano.

*Solução referência (1)*: diluir 10 µL de fenchona em hexano e completar o volume com o mesmo solvente até obter 1,2 g.

*Solução referência (2)*: transferir 100 µL da *Solução referência (1)* para um balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com hexano e homogeneizar.

*Adequabilidade do sistema*
*Relação sinal/ruído*: *Solução referência (2)*, no mínimo 10 para o pico principal.

*Limites:* fenchona, no máximo 0,01%.

**Perfil Cromatográfico.** Proceder conforme descrito em C*romatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização em chama, utilizando mistura de nitrogênio, hidrogênio e ar sintético na razão (1:1:10) como gases auxiliares à chama do detector, coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com macrogol, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar hélio purificado como gás de arraste (1 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 5 | 60 |
| | 5 – 80 | 60 → 210 |
| | 80 – 95 | 210 |
| Injetor | | 220 |
| Detector | | 220 |

*Solução amostra*: diluir 200 µL da amostra em 1,0 mL de hexano.

*Solução referência*: diluir 20 µL de linalol, 20 µL de estragol, 20 µL de α-terpineol, 60 µL de anetol e 30 µL de anisaldeído em 1 mL de hexano.

*Procedimento*: injetar volume de 0,2 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:100. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência*.

*Ordem de eluição*: ordem de preparação da *Solução referência*. Registre os tempos de retenção das substâncias.

*Adequabilidade do sistema Resolução entre picos*: *Solução referência*, no mínimo 1,5 entre os picos devidos do estragol e α-terpineol.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra* verificar a presença dos componentes conforme segue: linalol, no máximo 1,5%; estragol, 0,5 a 5,0%; α-terpineol, no máximo 1,2%; *cis*-anetol, 0,1 a 0,4%; *trans*-anetol, 87 a 94%; anisaldeído, 0,1 a 1,4%; 2-metilbutirato de pseudo-isoeugenilo, 0,3 a 2,0%.

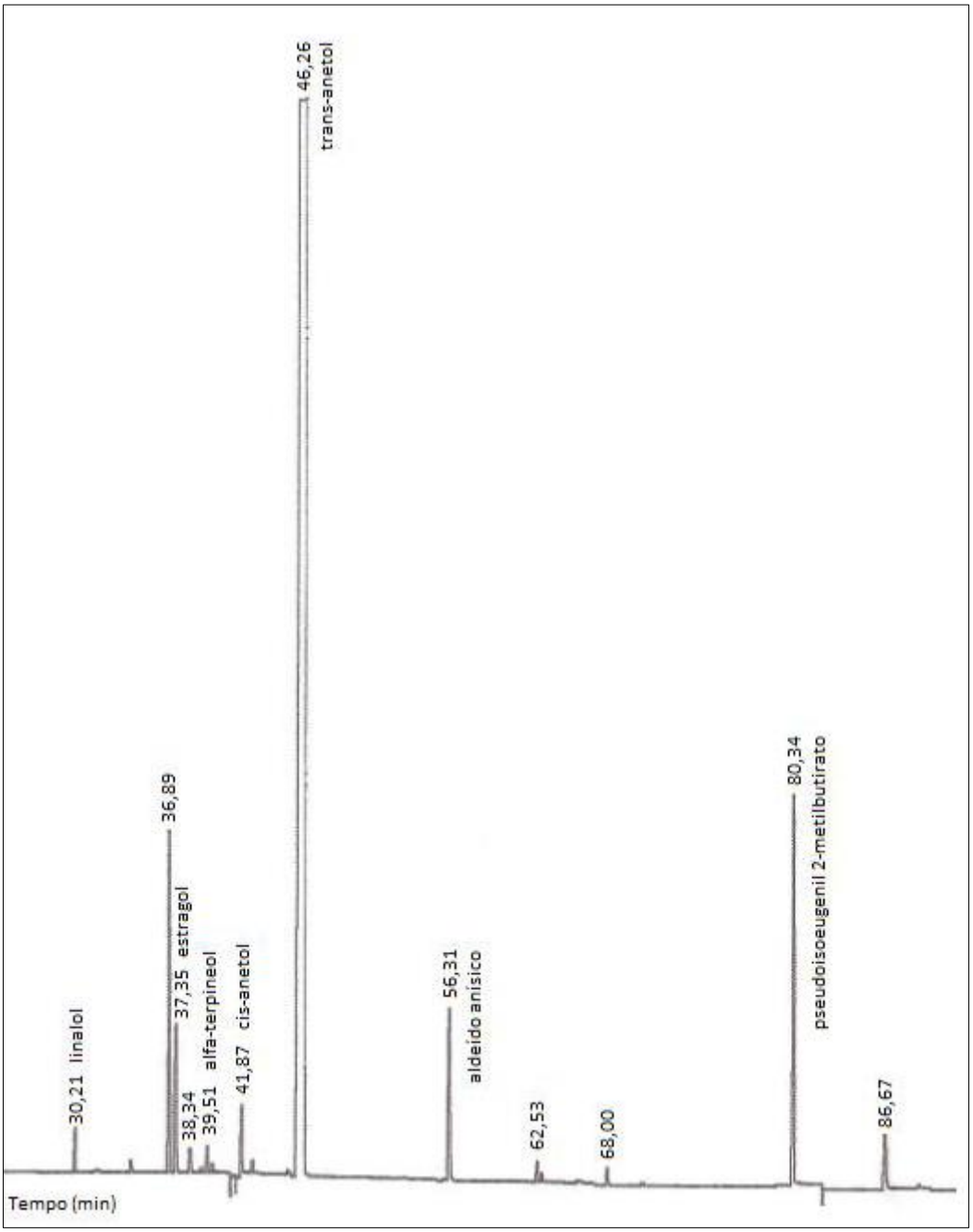



**Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Pimpinella anisum* L. por cromatografia a gás acoplada a detector por ionização de chama.**

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CAMOMILA, óleo
## *Matricariae aetheroleum*

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de inflorescências frescas ou secas de *Matricaria chamomilla* L. São encontrados dois tipos de óleos voláteis de camomila que diferem por apresentar teores elevados de óxidos de bisabolol ou α-bisabolol.

CARACTERÍSTICAS

Líquido viscoso límpido com cor azul intensa com odor forte e característico.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

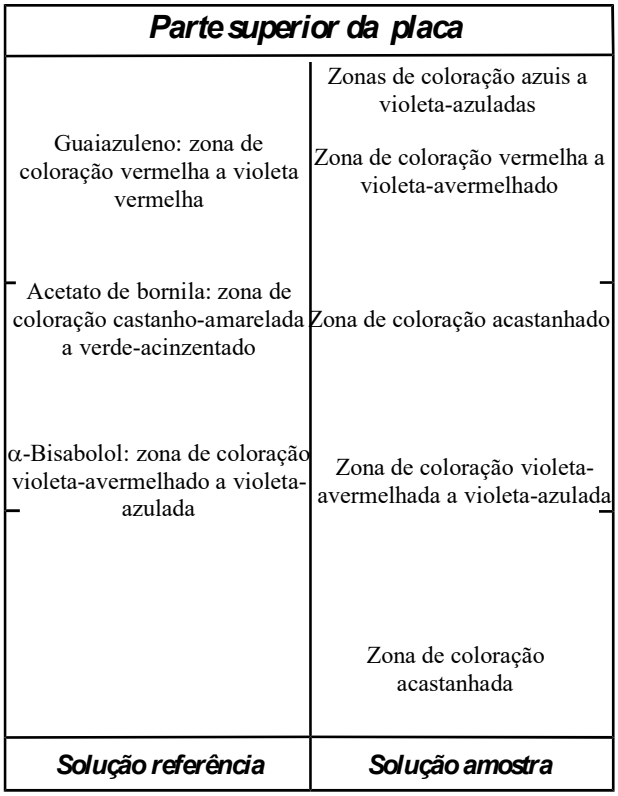
*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (95:5).

*Solução amostra*: diluir 2 mg da amostra em 1 mL de tolueno.

*Solução referência*: dissolver 2 mg de guaiazuleno, 5 µL de α-bisabolol e 10 mg de acetato de bornila em 5 mL de tolueno.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído e aquecer entre 100 °C e 105 °C durante cinco a 10 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, utilizando mistura de hidrogênio e ar sintético (1:45) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com macrogol, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio ultrapuro como gás de arraste (1 mL/minuto).

*Temperatura:*

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 40 | 70 → 230 |
| | 40 – 50 | 230 |
| Injetor | | 250 |
| Detector | | 250 |

*Solução amostra*: diluir 20 µL do óleo volátil de camomila em cicloexano e completar o volume para 5 mL com o mesmo solvente.

*Solução referência*: dissolver 20 µL de α-bisabolol, 5 mg de camazuleno e 6 mg de guaiazuleno em cicloexano e completar o volume para 5 mL com o mesmo solvente.

*Procedimento*: injetar volume de 1 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:20. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

*Ordem de eluição*: ordem descrita na preparação da *Solução referência*. Registrar os tempos de retenção das substâncias.

*Adequabilidade do sistema*

*Resolução entre picos*: *Solução referência*, mínimo 1,5 entre os picos referentes ao camazuleno e guaiazuleno.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma obtido com a *Solução Referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia localizar os compostos no cromatograma obtido com a solução amostra. Desconsiderar o pico do cicloexano. Os cromatogramas obtidos não devem apresentar pico no tempo de retenção do guaiazuleno.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra*, verificar a presença dos componentes conforme segue:

| | **óleo volátil rico em óxidos de bisabolol (%)** | **óleo volátil rico em α-bisabolol (%)** |
|---|---|---|
| óxidos de bisabolol | 29-81 | |
| α-bisabolol | | 10-65 |
| camazuleno | ≥1,0 | ≥1,0 |
| total de óxidos de bisabolol e α-bisabolol | | ≥20 |

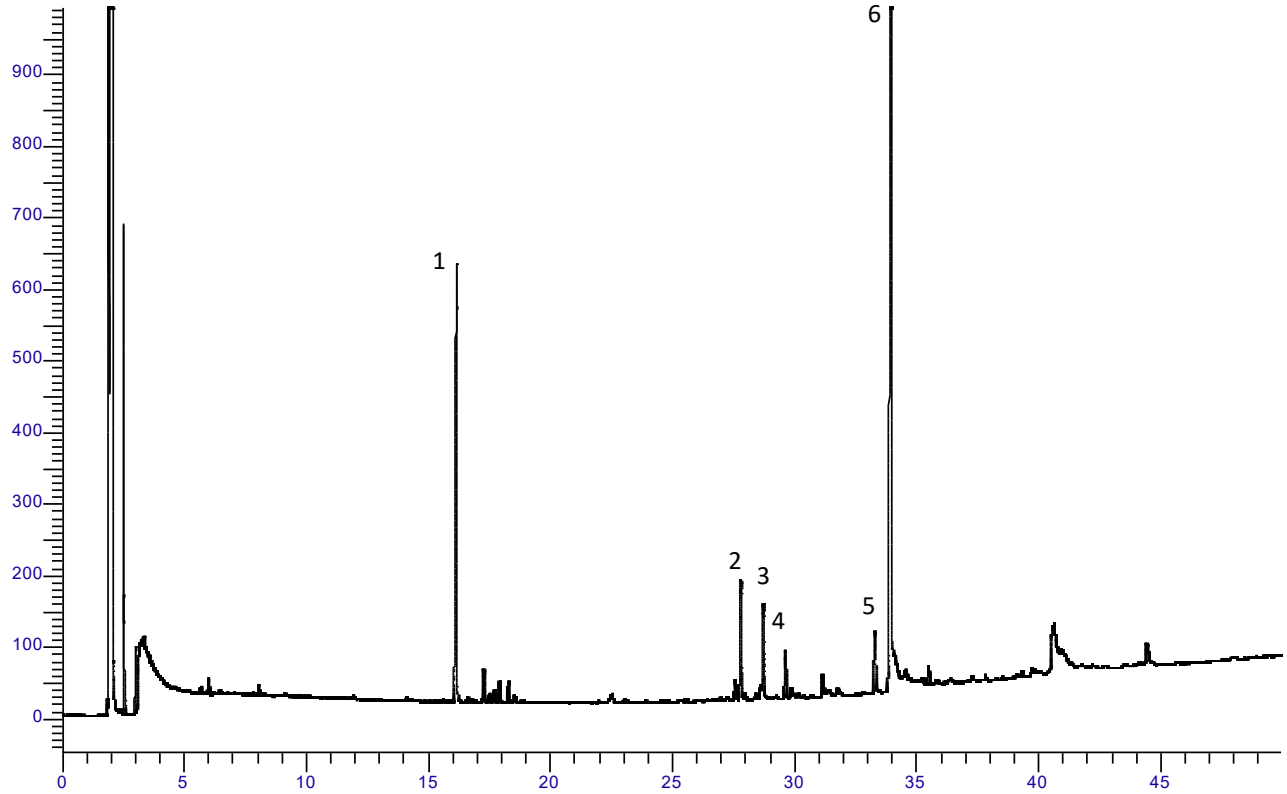



**Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Matricaria chamomilla* L. por cromatografia a gás acoplada a detector por ionização de chama. 1-(*Z*)-β-farneseno, 2- óxido de bisabolol B, 3- bisabolona, 4- α-bisabolol, 5- camazuleno, 6- óxido de bisabolol A.**

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CANELA-DA-CHINA, óleo
## *Cinnamomi cassiae aetheroleum*

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de folhas e ramos jovens de *Cinnamomum cassia* (L.) J.Presl (syn. *Cinnamomum aromaticum* Nees).

CARACTERÍSTICAS

Líquido fluído, límpido, incolor ou amarelo-claro, com cheiro característico.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica gel $GF_{254}$(0,25 mm).

*Fase móvel*: tolueno e álcool metílico (90:10).

*Solução amostra*: diluir 0,5 mL do óleo volátil em 1,0 mL de acetona e completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente.

*Solução referência*: dissolver 50 µL de aldeído *trans*-cinâmico, 10 µL de eugenol, 50 mg de cumarina em acetona e completar o volume para 5 mL com o mesmo solvente.

*Procedimento*: aplicar em duas cromatoplacas, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução referência* e 2 µL da *Solução amostra*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar a primeira placa sob a luz ultravioleta em 254 nm, nebulizar a placa com solução de anisaldeído e aquecer entre 100 °C e 105 °C durante cinco a 10 minutos. Nebulizar a segunda placa com solução de hidróxido de potássio a 10% em álcool metílico, deixar secar a temperatura ambiente e examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*, com a primeira placa após o exame sob a luz ultravioleta em 254 nm, nebulização com solução de anisaldeído e com a segunda placa após a nebulização com solução de hidróxido de potássio a 10% em álcool metílico, na ordem. A zona de cumarina pode estar visível em 254 nm dependendo da concentração na amostra. A zona do eugenol no cromatograma na *Solução amostra* é visualizada apenas após revelação com solução de anisaldeído e é de fraca intensidade para amostras autênticas.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Aldeído *trans*-cinâmico: zona de coloração cinza-escuro<br>Cumarina: zona de coloração cinza-escuro | Zona de fluorescência azul intensa |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Aldeído *trans*-cinâmico: zona de coloração azul intensa<br>Eugenol: zona de coloração verde | Zona de coloração azul intensa<br>Zona de coloração verde |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Rotação óptica (5.2.8).** -1° a +1º.

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,052 a 1,070.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,600 a 1,614.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em C*romatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, utilizando nitrogênio, hidrogênio e ar sintético (1:1:10) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 60 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com macrogol, com espessura do filme de 0,20 µm. Utilizar hélio purificado como gás de arraste (1,5 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 10 | 60 |
| | 10 – 75 | 60 → 190 |
| | 75 – 160 | 190 |
| Injetor | | 200 |
| Detector | | 240 |

*Solução amostra*: diluir 200 µL da amostra em acetona e completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente.

*Solução referência*: dissolver 100 µL de aldeído *trans*-cinâmico, 10 µL de acetato de cinamilo, 10 µL de eugenol, 10 mg de *trans*-2-metoxi cinamaldeído e 20 mg de cumarina em 1 mL de acetona.

*Procedimento*: injetar volume de 1,0 µL da *Solução referência* e da *Solução amostra* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:100. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência*.

*Ordem de eluição*: ordem de preparação da *Solução referência*. Registre os tempos de retenção das substâncias.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução referência*, no mínimo, 1,5 entre os picos referentes ao *trans*-2-metoxi cinamaldeído e cumarina.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra* verificar a presença dos componentes conforme segue: aldeído *trans*-cinâmico, 70,0% a 90,0%; acetato de cinamilo, 1,0% a 6,0%; eugenol, no máximo 0,5%; *trans*-2-metoxi cinamaldeído, 3,0% a 15%; cumarina, 1,5% a 4,0%.

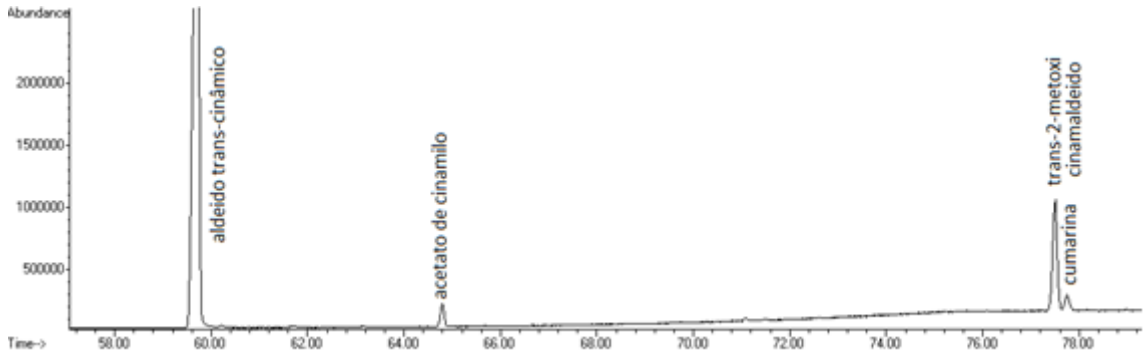



**Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Cinnamomum cassia* (L.) J. Presl por cromatografia a gás acoplada a detector de massas.**

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CANELA-DO-CEILÃO, óleo
## *Cinnamomi zeylanici folium aetheroleum*

O óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de folhas de *Cinnamonum verum* J.S.Presl (syn. *Cinnamomum zeylanicum* Blume).

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, vermelho-acastanhado a castanho-escuro, com odor característico lembrando o eugenol.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica gel $F_{254}$ (250 µm).

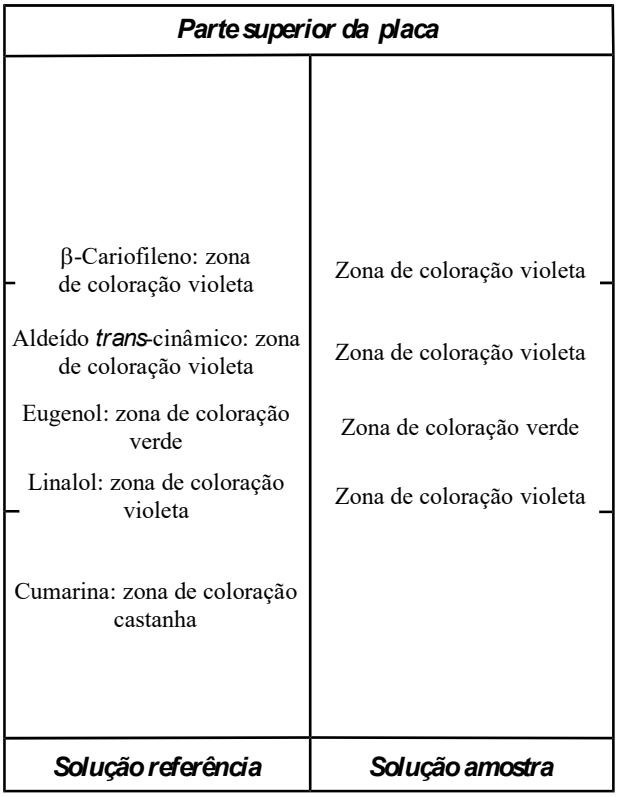
*Fase móvel*: tolueno e álcool metílico (90:10).

*Solução amostra*: diluir 1 g da amostra em acetona, completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Solução referência*: dissolver 50 µL de aldeído *trans*-cinâmico, 10 µL de eugenol, 10 µL de linalol, 10 µL de β-cariofileno, 50 mg de cumarina em acetona, completar o volume para 5 mL com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Procedimento*: aplicar em duas cromatoplacas, em forma de banda, separadamente, 2 µL da *Solução amostra* e 10 µL da Solução referência. Desenvolver os cromatogramas. Remover as cromatoplacas e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a primeira placa com solução de anisaldeído, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante cinco a 10 minutos. Nebulizar a segunda placa com solução de hidróxido de potássio 10% em álcool metílico, secar a temperatura ambiente e examinar sob a luz UV em 365 nm.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução amostra* e com a *Solução referência*. Na segunda cromatoplaca nenhuma banda fluorescente para a *Solução amostra* deve ser visualizada. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




**TESTES**

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,030 a 1,059.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,527 a 1,540.

**Rotação óptica (5.2.8).** -2,5° a +2,0°.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, utilizando mistura de hélio, hidrogênio e ar sintético (1:1:10) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 60 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com propilenoglicol, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar hélio purificado como gás de arraste (1,5 mL/minuto).

*Temperatura:*

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 10 | 45 |
| | 10 – 77,5 | 45 → 180 |
| | 77,5 – 87,5 | 180 |
| | 87,5 – 92,5 | 180 → 190 |
| | 92,5 – 125,5 | 190 |
| Injetor | | 200 |
| Detector | | 240 |

*Solução amostra*: óleo de canela-do-ceilão.

*Solução referência*: dissolver 10 µL de cineol, 10 µL de linalol, 10 µL β-cariofileno, 10 µL de safrol, 10 µL de aldeído *trans*-cinâmico, 10 µL acetato de cinamilo, 100 µL eugenol e 10 mg de cumarina em 1 mL de acetona.

*Procedimento*: injetar volume de 0,2 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:100. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia a gás acoplada a detector seletivo de massas operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama.

*Ordem de eluição*: ordem descrita na preparação da *Solução referência*. Registrar os tempos de retenção das substâncias.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução referência*, no mínimo, 1,5 entre os picos referentes ao linalol e ao β-cariofileno.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra*, verificar a presença dos componentes conforme segue: cineol, no máximo 1,0%; linalol, 1,5 a 3,5%; β-cariofileno, 1,5 a 7,0%; safrol, no máximo 3,0%; aldeído *trans*-cinâmico, no máximo 3,0%; acetato de cinamilo, no máximo 2,0%; eugenol, 70,0 a 85,0%; e cumarina, no máximo 1,0%.

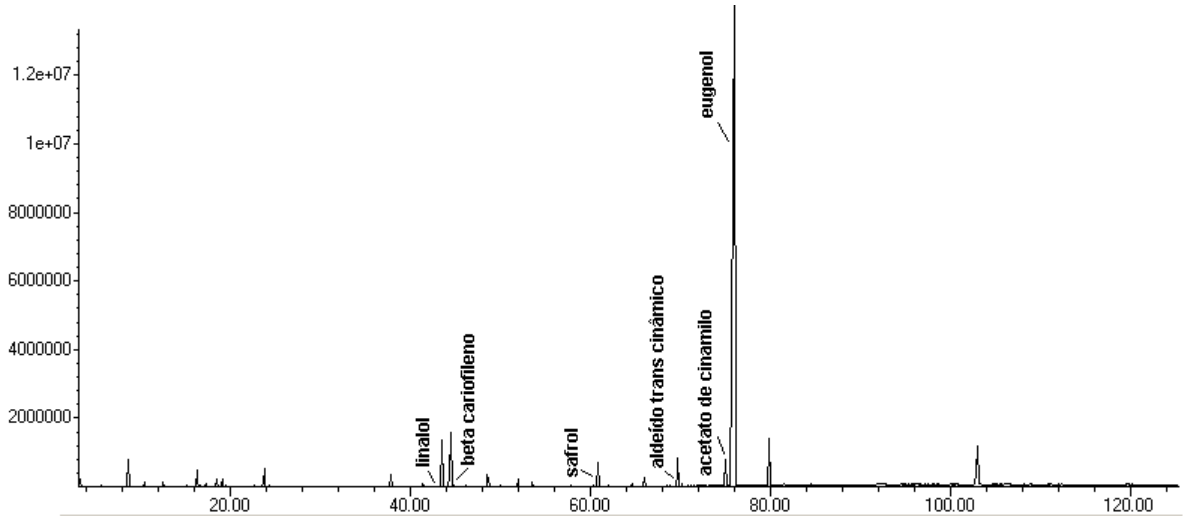



**Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Cinnamonum verum* J.S.Presl por cromatografia a gás acoplada a detector por ionização de chama.**

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechados ao abrigo da luz e do calor.

# CAPIM-LIMÃO, óleo
## *Cymbopogonis citrati aetheroleum*

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de folhas frescas de *Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf, contendo, no mínimo, 60,0% de citral A (*trans*-citral ou geranial) e citral B (*cis*-citral ou neral).

CARACTERÍSTICAS

Líquido amarelo pálido, com odor de citronela.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: cromatoplaca de sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (93:7).

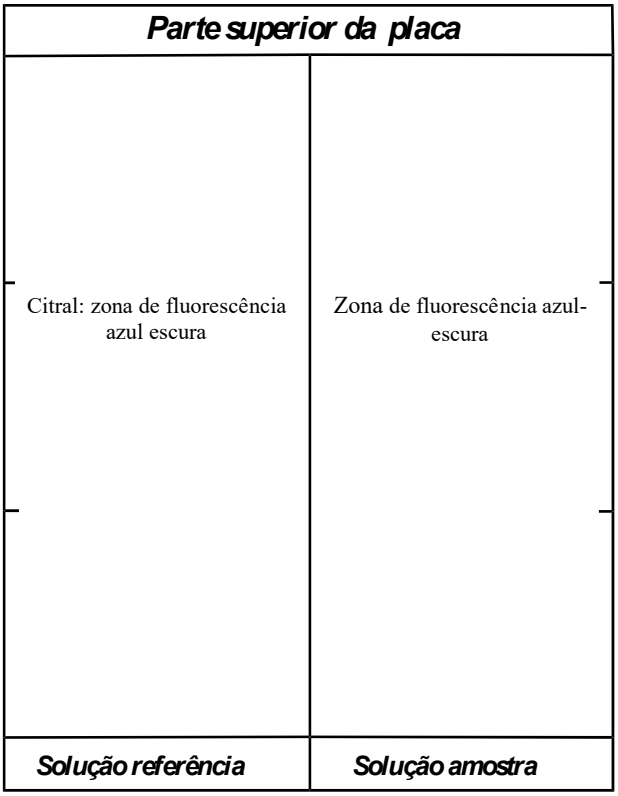
*Solução amostra*: diluir 2 µL da amostra a ser examinada em 1 mL de tolueno.

*Solução referência*: diluir 2 µL de citral em 1 mL de tolueno.

*Revelador*: dissolver 1 g de vanilina em 100 mL de álcool metílico. Adicionar 4 mL de ácido clorídrico e 5 mL de ácido sulfúrico e homogeneizar.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante cinco a 10 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,875 a 0,930.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,480 a 1,493.

**Rotação óptica (5.2.8).** -3,10° a -1,10°.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com polidifenildimetilsiloxano, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio ultrapuro como gás de arraste (1 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 63,3 | 60 → 250 |
| Injetor | | 220 |
| Detector | | 250 |

*Solução amostra*: diluir 5 µL do óleo volátil de capim-limão em 1 mL de hexano.

*Solução referência*: diluir 1 µL de citral em 1 mL de hexano.

*Procedimento*: injetar volume de 1 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o

cromatograma da *Solução referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia à gás acoplada a detector seletivo de massas operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução referência*, mínimo 3 entre os picos referentes ao citral B e citral A.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra* verificar a presença dos componentes conforme segue: soma das porcentagens dos compostos citral A (*trans*-citral) e citral B (*cis*-citral), mínimo de 60,0%.

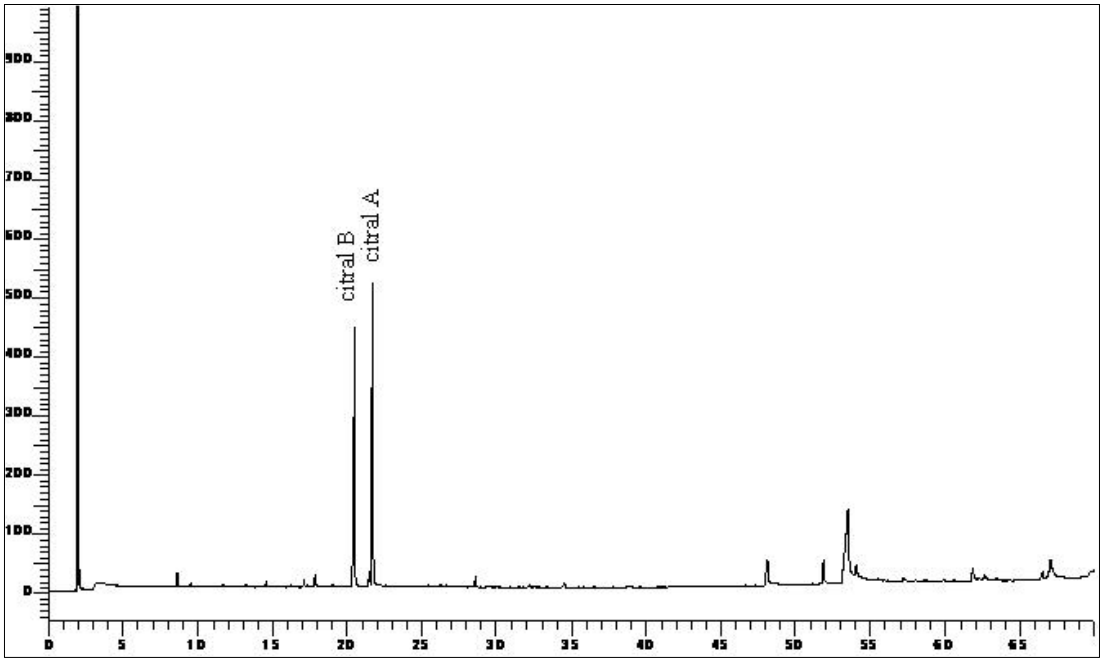



**Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf, por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama.**

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CERA DE CARNAÚBA
## *Carnaubae cera*

Cera obtida das folhas de *Copernicia prunifera* (Mill.) H.E.Moore [syn. *Copernicia cerifera* (Arruda) Mart.].

CARACTERÍSTICAS

Sólido, em pó, escamas ou massa sólida e de coloração amarelo pálida.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica gel G (0,25 mm).

*Fase móvel*: clorofórmio e acetato de etila (98:2).

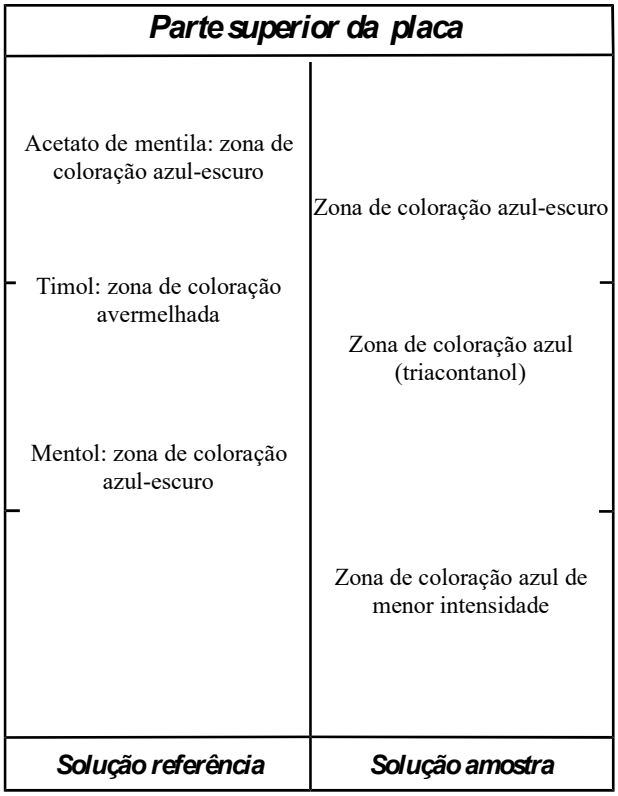
*Solução amostra*: dissolver, a quente, 0,10 g de amostra em 5 mL de clorofórmio. Aplicar a solução ainda quente.

*Solução referência*: dissolver 5 mg de acetato de mentila, 5 mg de mentol e 5 mg de timol em 10 mL de tolueno.

*Revelador*: solução de ácido fosfomolíbdico a 20% em álcool etílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma por 10 cm. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com o *Revelador* e aquecer a 100 °C – 105 ºC durante dois a cinco minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Solubilidade.** Praticamente insolúvel em água e álcool etílico. Muito solúvel, à quente, em acetato de etila e xileno.

**Cor de líquidos (5.2.12).** Dissolver, à quente, 0,10 g da amostra em 10 mL de clorofórmio. A cor da solução é menos intensa do que a de uma solução de dicromato de potássio a 50 mg/L.

**Turbidez (5.2.16).** Dissolver, à quente, 0,10 g da amostra em 10 mL de clorofórmio. A preparação é límpida.

**Índice de acidez (5.2.29.7).** 2 a 7.
Em balão de fundo redondo de 250 mL, pesar, com exatidão, cerca de 2 g de amostra, adicionar 40 mL de xileno e algumas pérolas de vidro. Aquecer, com agitação frequente, até que a substância esteja completamente dissolvida. Adicionar 20 mL de álcool etílico a 95% e 1 mL de solução de azul de bromotimol. Titular, imediatamente, à quente, com solução de hidróxido de potássio 0,5 *M* em álcool etílico SV até coloração esverdeada persistente por pelo menos 10 segundos. Proceder ao ensaio em branco. O índice de acidez é calculado conforme a expressão:

$$I_S = \frac{28{,}05\ (n_1 - n_2)}{m}$$

em que,

$n_1$ = volume corrigido de titulante;
$n_2$ = volume corrigido de titulante no ensaio em branco; e
$m$ = massa pesada de amostra.

**Ponto de fusão (5.2.2).** *Método II*. 80 °C a 88 °C.

**Índice de saponificação (5.2.29.8).** 78 a 95.
Em balão de fundo redondo de 250 mL pesar, com exatidão, cerca de 2 g de amostra, adicionar 40 mL de xileno e algumas pérolas de vidro. Aquecer, com agitação frequente, até que a substância esteja completamente dissolvida. Adicionar 20 mL de álcool etílico a 95% e 20 mL de solução de hidróxido de potássio 0,5 *M* em álcool etílico. Adaptar o balão ao condensador de refluxo e aquecer em banho-maria, por três horas, com agitação frequente. Adicionar 1 mL de solução de fenolftaleína e titular imediatamente com solução de ácido clorídrico 0,5 *M* SV até desaparecimento da cor vermelha. Repetir o aquecimento e a titulação até que não seja observada restauração da cor sob aquecimento. Proceder ao ensaio em branco. O índice de saponificação é calculado conforme a expressão:

$$I_s = \frac{28{,}05\ (n_4 - n_3)}{m}$$

em que,

$n_3$ = volume corrigido de titulante;
$n_4$ = volume corrigido de titulante no ensaio em branco; e
$m$ = massa de amostra pesada.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 0,25%. Determinar em 2,0 g.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

CATEGORIA

Excipiente farmacotécnico.

# COENTRO, óleo
## *Coriandri aetheroleum*

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de frutos secos de *Coriandrum sativum* L., contendo, no mínimo, 65,0% de linalol ($C_{10}H_{18}O$, 154,25).

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, incolor a amarelo-claro com odor característico de especiarias.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: acetato de etila e tolueno (5:95).

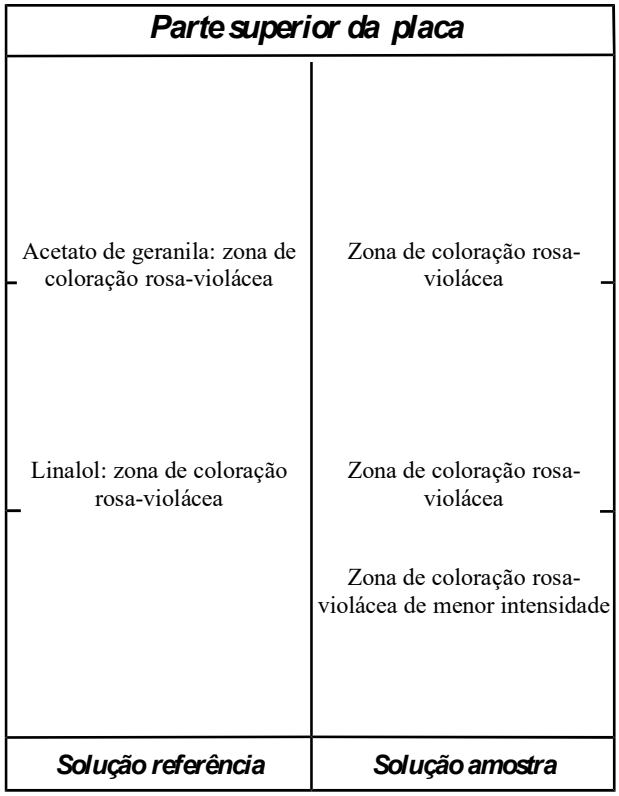
*Solução amostra*: diluir 10 µL da amostra a ser examinada em 1 mL de tolueno.

*Solução referência*: diluir 10 µL de linalol e 2 µL de acetato de geranila em 1 mL de tolueno.

*Revelador*: misturar, na ordem, 0,5 mL de anisaldeído, 10 mL de ácido acético glacial, 85 mL de álcool metílico e 5 mL de ácido sulfúrico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com o *Revelador*, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante 10 a 15 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,860 a 0,880.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,462 a 1,470.

**Rotação óptica (5.2.8).** +7° a +13°.

**Índice de acidez (5.2.29.7).** No máximo 3. Determinar em 5 g de amostra.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, coluna capilar de 60 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com macrogol, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio ultrapuro como gás de arraste (1 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 10 | 60 |
| | 10 – 75 | 60 → 190 |
| | 75 – 120 | 190 |
| Injetor | | 220 |
| Detector | | 240 |

*Solução amostra*: óleo volátil de coentro.

*Solução referência (1)*: dissolver 10 µL de α-pineno, 10 µL de limoneno, 10 µL de γ-terpineno, 10 µL de *p*-cimeno, 10 mg de cânfora, 20 µL de linalol, 10 µL de α-terpineol, 10 µL de acetato de geranila e 10 µL de geraniol em 1 mL de hexano. Armazenar, sob refrigeração, em frasco hermeticamente fechado e ao abrigo da luz.

*Solução referência (2)*: diluir 5 µL de geraniol em hexano e diluir para 10 mL com o mesmo solvente.

*Procedimento*: injetar volume de 0,2 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:65. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia a gás, acoplada a detector seletivo de massas, operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução referência (1)*, mínimo 1,5 entre os picos referentes ao linalol e cânfora.
*Limite de exclusão:* área sob o pico do cromatograma obtido com a *Solução referência (2)* (0,05%).

No cromatograma obtido com a *Solução amostra*, verificar a presença dos componentes conforme segue: α-pineno, 3,0 a 7,0%; limoneno, 1,5 a 5,0%; γ-terpineno, 1,5 a 8,0%; *p*-cimeno, 0,5 a 4,0%; cânfora, 3,0 a 6,0%; linalol, 65,0 a 78,0%; α-terpineol, 0,1 a 1,5%; acetato de geranila, 0,5 a 4,0%; e geraniol, 0,5 a 3,0%.

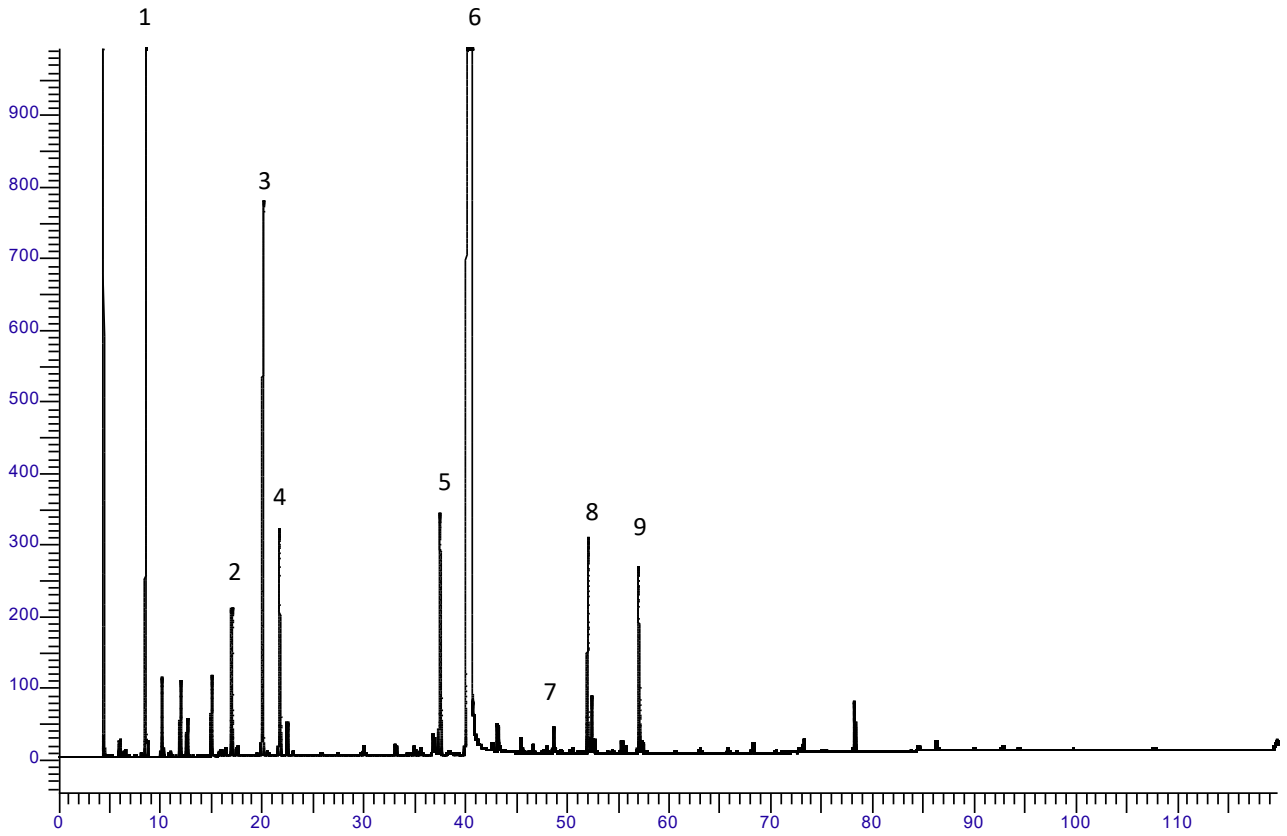



**Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Coriandrum sativum* L., por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama. 1- α-pineno, 2- limoneno, 3- γ-terpineno, 4- *p*-cimeno, 5- cânfora, 6- linalol, 7- α-terpineol, 8- acetato de geranila, 9- geraniol.**

**Determinação da pureza quiral.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, coluna capilar de 30 m de

comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com β-ciclodextrina modificada, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio ultrapuro como gás de arraste (1,3 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 65 | 50 → 180 |
| Injetor | | 230 |
| Detector | | 230 |

*Solução amostra*: dissolver 0,02 g da amostra em pentano e completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente.

*Solução referência*: dissolver 10 µL de linalol e 5 mg de borneol em pentano e completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente.

*Procedimento*: injetar volume de 1,0 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:30.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução referência*, mínimo 5,5 entre os picos referentes ao (*R*)-linalol (1º pico) e (*S*)-linalol (2º pico) e, no mínimo, 2,9 entre os picos do (*S*)-linalol e borneol (3º pico).

*Limite*: no máximo 14% de (*R*)-linalol. Calcular o teor de (*R*)-linalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\text{TRL} = \frac{A_R}{A_S + A_R} \times 100$$

em que,

TRL = teor de (*R*)-linalol %;
$A_S$ = área sob o pico correspondente ao (*S*)-linalol; e
$A_R$= área sob o pico correspondente ao (*R*)-linalol.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# CRAVO-DA-ÍNDIA, óleo
## *Caryophylli flos aetheroleum*

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de botões florais secos de *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & L.M.Perry, contendo, no mínimo, 75,0% de eugenol ($C_{10}H_{12}O_2$, 164,20).

CARACTERÍSTICAS

Líquido amarelo intenso que se torna marrom quando exposto ao ar, com odor de eugenol.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

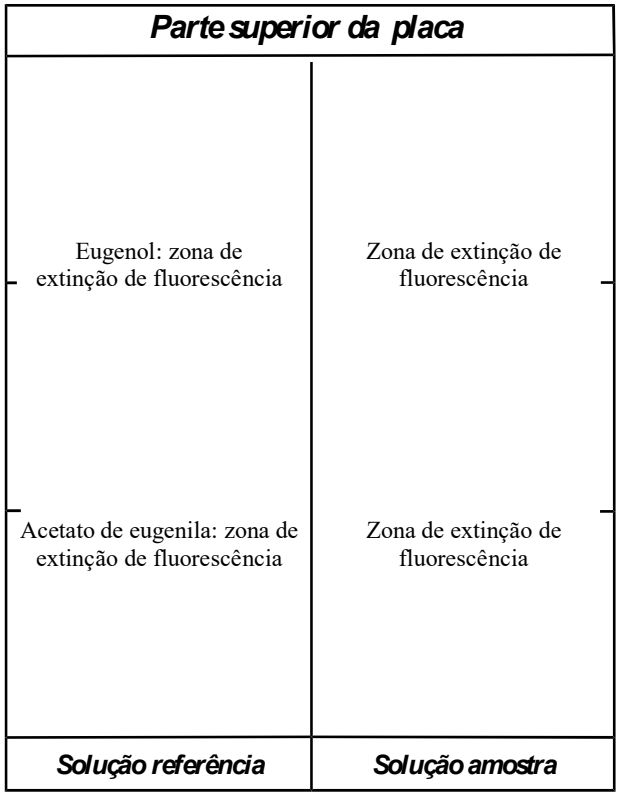
*Fase móvel*: tolueno.

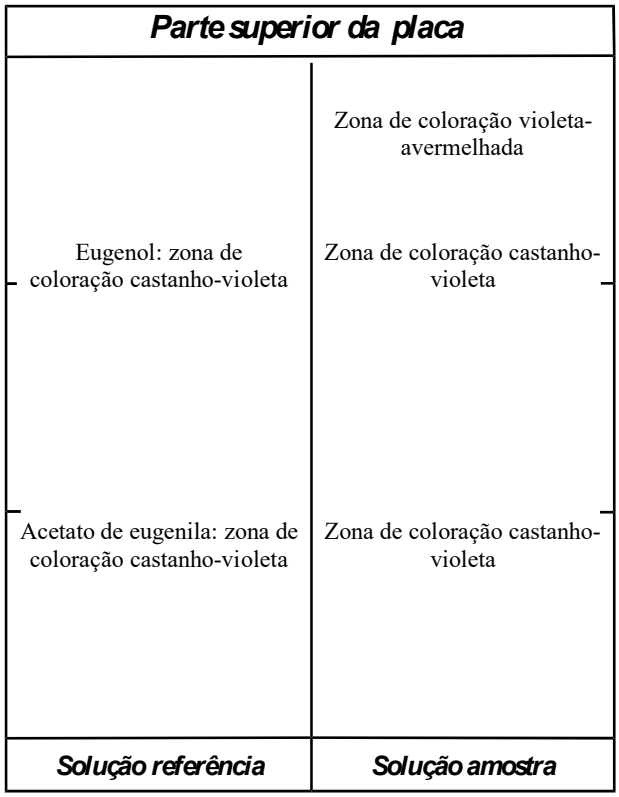
*Solução amostra*: diluir 3 µL da amostra a ser examinada em 300 µL de tolueno.

*Solução referência*: dissolver 1,5 µL de eugenol e 2 mg de acetato de eugenila em 200 µL de tolueno.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 15 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Deixar em repouso por cinco minutos. Desenvolver novamente o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante cinco a 10 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,030 a 1,063.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,528 a 1,537.

**Rotação óptica (5.2.8).** -2° a 0°.

**Solubilidade em álcool etílico.** Transferir 1 mL de amostra a ser analisada para uma proveta de 25 mL com rolha esmerilhada e adicionar, com auxílio de uma bureta, frações de 0,1 mL de álcool etílico a 70%, até completa dissolução do óleo. A seguir, continuar a adição de álcool etílico a 70% com frações de 0,5 mL até completar 20 mL, agitando energicamente a cada adição de álcool etílico. A amostra é solúvel em dois volumes de álcool etílico a 70%.

**Óleos fixos e óleos voláteis resignificados.** Colocar uma gota da amostra num fragmento de papel de filtro. A gota deve evaporar completamente em 24 horas sem deixar mancha translúcida ou gordurosa.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chamas; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com macrogol 20 000, com espessura de filme de 0,25 μm. Utilizar nitrogênio ultra puro como gás de arraste (1 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 8 | 60 |
| | 8 – 48 | 60 → 180 |
| | 48 – 53 | 180 |
| Injetor | | 270 |
| Detector | | 270 |

*Solução amostra*: dissolver 0,2 g do óleo volátil em 10 g de hexano.

*Solução referência*: dissolver 7 mg de β-cariofileno, 80 mg de eugenol e 4 mg de acetato de eugenila em 10 g de hexano.

*Procedimento*: injetar volume de 1 μL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência* ou a identificação confirmada por cromatografia à gás acoplada a detector seletivo de massas, operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução referência*, no mínimo 1,5 entre os picos referentes ao eugenol e acetato de eugenila.
*Número de pratos teóricos*: no mínimo 30 000, calculados para o pico referente ao β-cariofileno a 110 ºC.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra* verificar a presença dos componentes conforme segue: β-cariofileno, 5,0% a 14,0%; eugenol, 75,0% a 88,0% e acetato de eugenila, 4,0% a 15,0%.

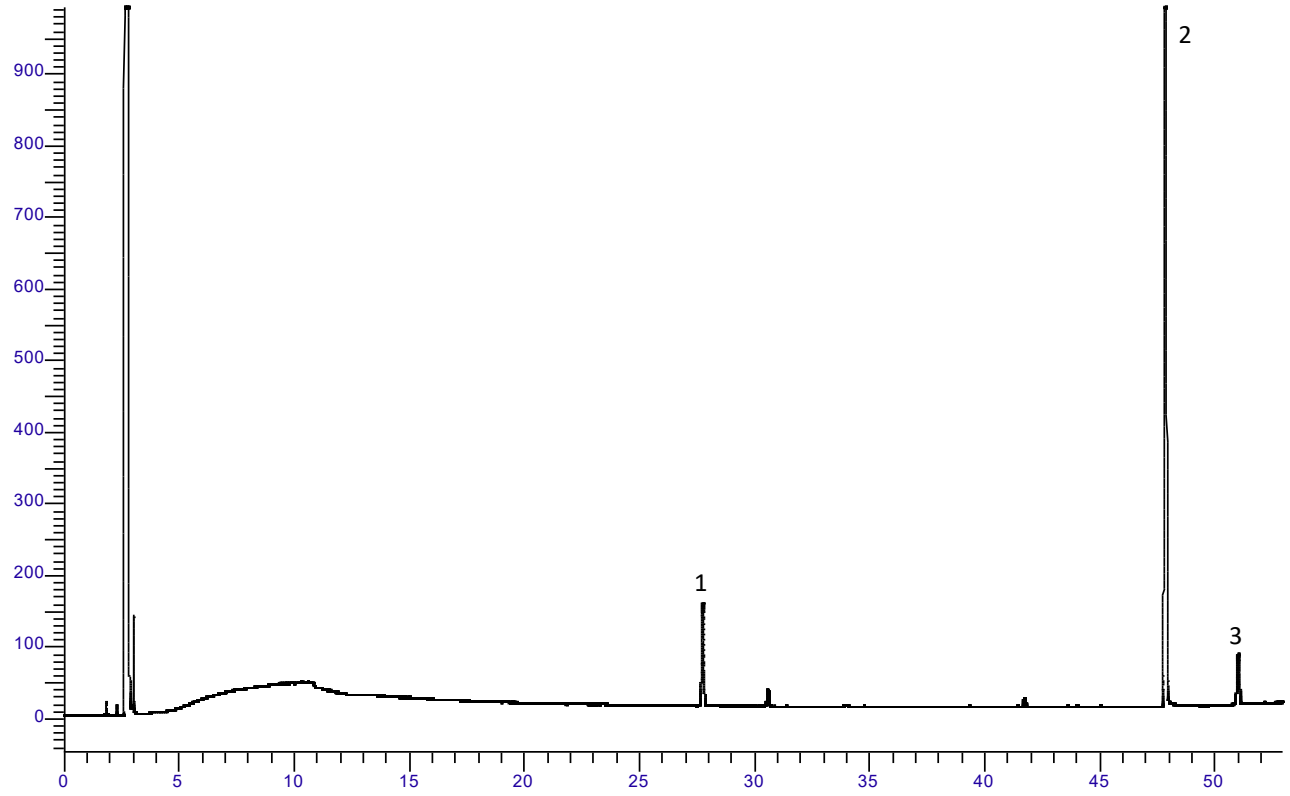



**Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & L.M.Perry, por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama. 1– β-cariofileno, 2– eugenol e 3– acetato de eugenila.**

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# EUCALIPTO, óleo
## *Eucalypti aetheroleum*

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de folhas ou ramos terminais frescos de *Eucalyptus globulus* Labill., contendo, no mínimo, 70,0% de 1,8-cineol ($C_{10}H_{18}O$, 154,25).

CARACTERÍSTICAS

Líquido incolor a amarelo pálido, com odor aromático característico de 1,8-cineol.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

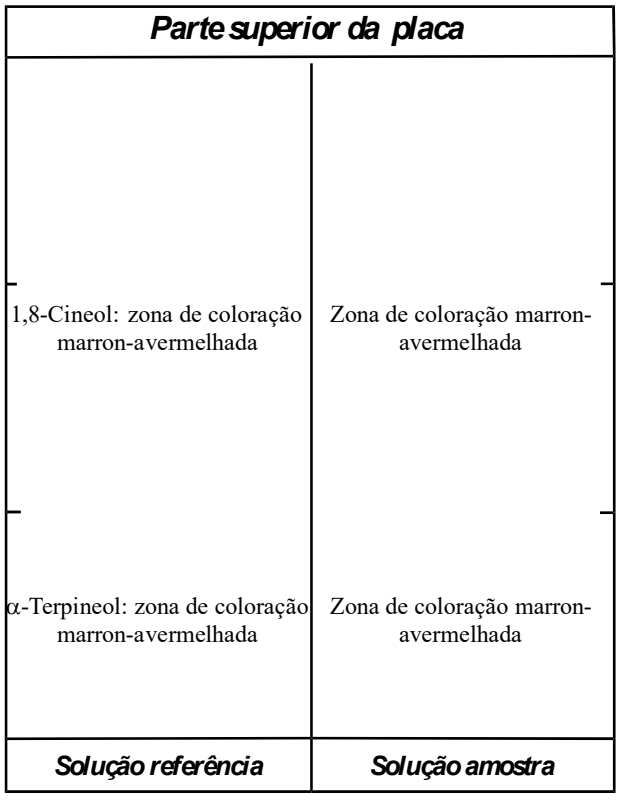
*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (90:10).

*Solução amostra*: dissolver 0,01 g da amostra a ser examinada em 1 mL de tolueno.

*Solução referência*: diluir 3 µL de 1,8-cineol e 1,2 µL de α-terpineol em 300 µL de tolueno.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído e aquecer entre 100 °C e 105 °C durante cinco a 10 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.



TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,906 a 0,927.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,458 a 1,470.

**Rotação óptica (5.2.8).** 0° a +10°.

**Solubilidade em álcool etílico.** Transferir 1 mL de amostra a ser analisada para uma proveta de 25 mL com rolha esmerilhada, e adicionar, com auxílio de uma bureta, frações de 0,1 mL de álcool etílico a 80%, até completa dissolução do óleo. A seguir, continuar a adição de álcool etílico a 80% em frações de 0,5 mL até completar 20 mL, agitando, energicamente, a cada adição de álcool etílico. A amostra é solúvel em cinco volumes de álcool etílico a 80%.

**Aldeídos.** Transferir 10 mL da amostra para um tubo de vidro com rolha esmerilada com 25 mm de diâmetro e 150 mm de comprimento, adicionar 5 mL de tolueno e 4 mL de solução de *hidroxilamina em álcool etílico*. Agitar, energicamente, e titular imediatamente com solução hidróxido de potássio 0,5 *M* em álcool etílico a 60% SV até à viragem de vermelho para amarelo. Continuar a titulação, sem deixar de agitar, até o aparecimento de coloração amarela nítida do indicador. Agitar durante dois minutos e deixar em repouso. O ponto final da titulação é obtido quando a coloração persiste na camada inferior. A titulação termina em cerca de 15 minutos. Repetir a titulação sobre uma segunda tomada de ensaio de 10 mL da amostra e utilizar como solução de referência para o ponto de viragem o líquido resultante da primeira titulação adicionado de 0,5 mL de hidróxido de potássio 0,5 *M* em álcool etílico a 60% SV. A quantidade de hidróxido de potássio 0,5 *M* em álcool etílico a 60% SV utilizada na segunda titulação não é superior a 2 mL.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com macrogol, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio purificado como gás de arraste (1 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 5 | 60 |
| | 5 – 33 | 60 → 200 |
| | 33 – 38 | 200 |
| Injetor | | 220 |
| Detector | | 250 |

*Solução amostra*: diluir 4 µL do óleo volátil de eucalipto em 200 µL de hexano.

*Solução referência*: dissolver 0,5 mg de cânfora, 0,5 mg de sabineno, 1 µL de α-pineno, 0,5 µL de β-pineno, 1 µL de limoneno, 0,5 µL de α-felandreno e 5 µL de 1,8-cineol em 1 mL de hexano. Armazenar sob refrigeração, em frasco hermeticamente fechado e ao abrigo da luz.

*Procedimento*: injetar volume de 1 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o

cromatograma da *Solução referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia a gás acoplada a detector seletivo de massas, operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução referência*, mínimo 1,5 entre os picos referentes ao limoneno e 1,8-cineol.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra*, verificar a presença dos componentes conforme segue: α-pineno, 0,05 a 10,0%; β-pineno, 0,05 a 1,5%; sabineno, no máximo, 0,3%; α-felandreno, 0,05 a 1,5%; limoneno, 0,05 a 15,0%; 1,8-cineol, no mínimo, 70,0%; e cânfora, no máximo, 0,1%.

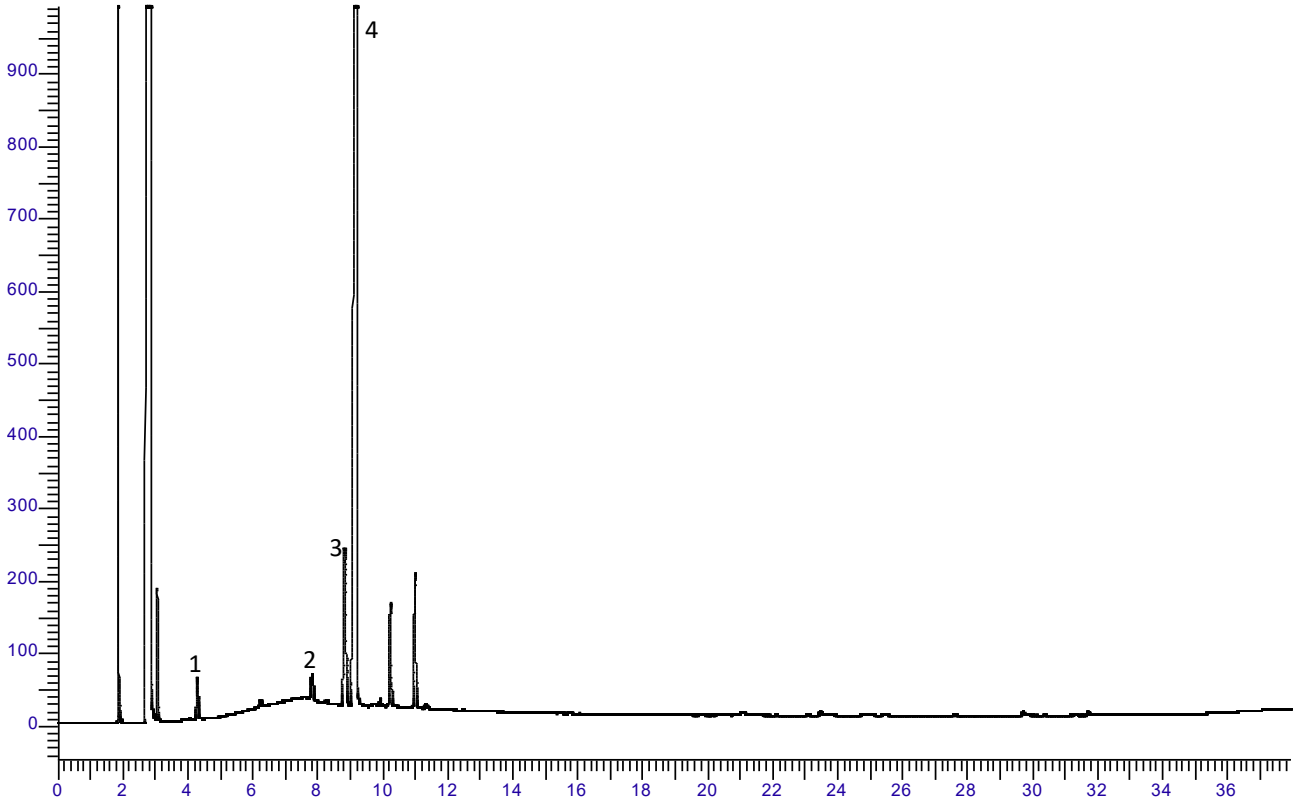



**Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Eucalyptus globulus* Labill., por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama. 1 - α-pineno, 2 - α-felandreno, 3 - limoneno, 4 - 1,8-cineol.**

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# EUCALIPTO-LIMÃO, óleo
## *Eucalypti limonium aetheroleum*

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de folhas frescas de *Corymbia citriodora* (Hook.) K.D.Hill & L.A.S.Johnson (syn. *Eucalyptus citriodora* Hook.), contendo, no mínimo, 60,0% de citronelal ($C_{10}H_{18}O$, 154,25).

CARACTERÍSTICAS

Líquido amarelo pálido, com odor aromático de citronela.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

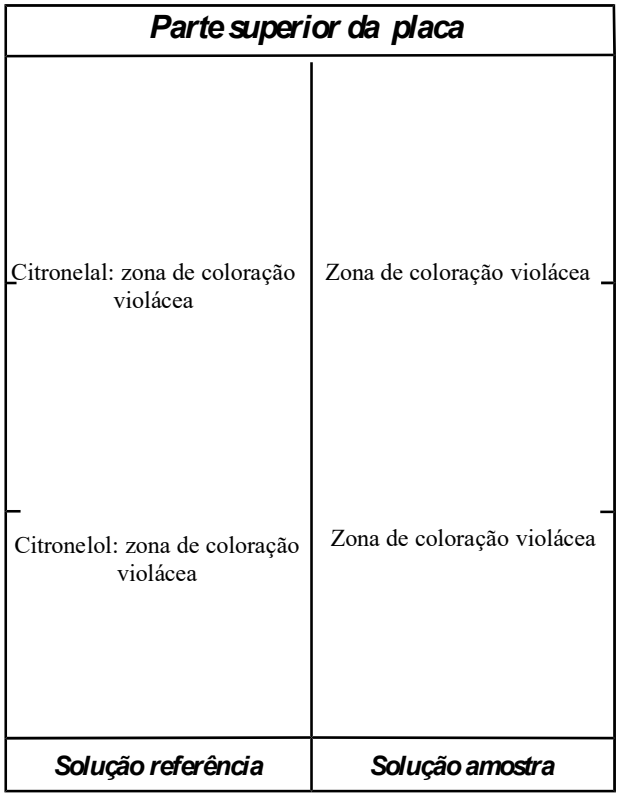
*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (90:10).

*Solução amostra*: diluir 0,01 g da amostra a ser examinada em 1 mL de tolueno.

*Solução referência*: diluir 0,6 µL de citronelol e 0,6 µL de citronelal em 300 µL de tolueno.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído e aquecer entre 100 °C e 105 °C durante cinco a 10 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,850 a 0,910.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,452 a 1,475.

**Rotação óptica (5.2.8).** -1° a +2°.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com macrogol, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio purificado como gás de arraste (1 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 2 | 80 |
| | 2 – 35 | 80 → 185 |
| | 35 – 55 | 185 → 240 |
| Injetor | | 260 |
| Detector | | 260 |

*Solução amostra*: diluir 5 µL do óleo volátil em 500 µL de hexano.

*Solução referência*: diluir 10 µL de citronelal e 2,5 µL de citronelol em 500 µL de hexano.

*Procedimento*: injetar volume de 1 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra*, verificar a presença dos componentes conforme segue: citronelal, 60,0 a 85,0%; e citronelol, 5,0 a 7,6%.

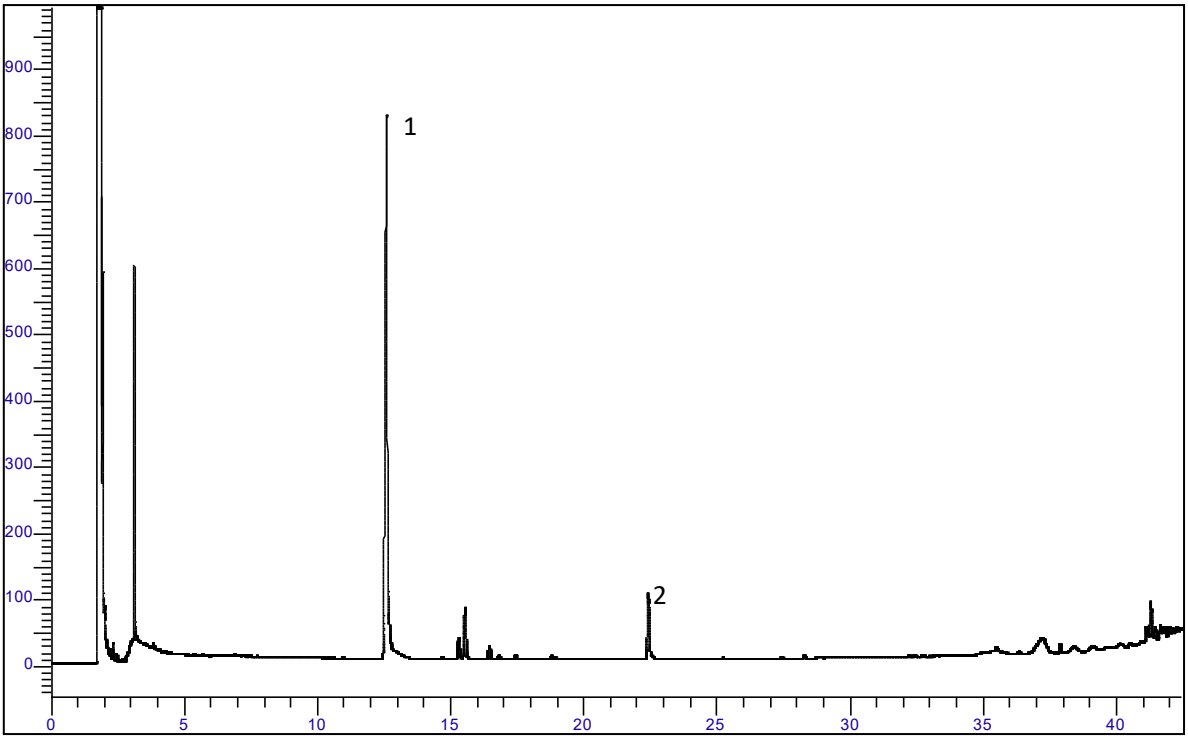



**Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Corymbia citriodora* (Hook.) K.D.Hill & L.A.S.Johnson, por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama. 1 - citronelal, 2 – citronelol.**

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# FUNCHO, óleo
## *Foeniculi fructus aetheroleum*

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de frutos secos de *Foeniculum vulgare* Mill.

CARACTERÍSTICAS

Líquido incolor.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (93:7).

*Solução amostra*: diluir 5 µL da amostra a ser examinada em 500 µL de tolueno.

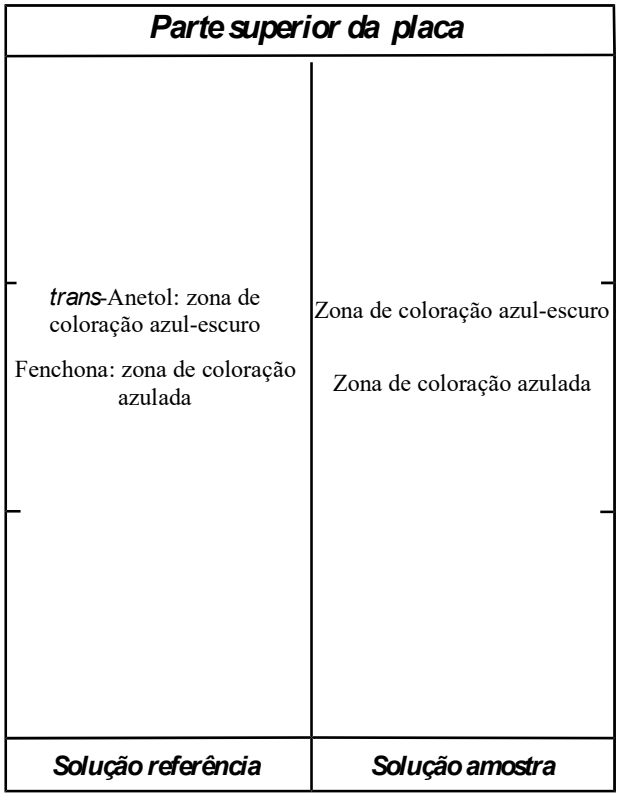
*Solução referência*: diluir 6 µL de *trans*-anetol e 6 µL de fenchona em 500 µL de tolueno.

*Revelador (1)*: dissolver 4 g de ácido fosfomolíbdico em 40 mL de água sob aquecimento. Após resfriamento adicionar 60 mL de ácido sulfúrico.

*Revelador (2)*: transferir 15 mL de ácido sulfúrico, com o auxílio de uma pipeta graduada, para um béquer de 50 mL. Colocar o béquer com ácido sulfúrico em um banho com gelo e adicionar, cuidadosamente, 0,5 g de permanganato de potássio. Agitar a solução com auxílio de um bastão de vidro. Utilizar para revelar a placa cromatográfica. Descartar o resíduo devidamente.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 5 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com o *Revelador (1)*, aquecer a 110 °C durante cinco minutos. Nebulizar a placa com o *Revelador (2)* e aquecer a 110 °C em estufa por cinco minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,961 a 0,975.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,528 a 1,539.

**Rotação óptica (5.2.8).** +10° a +24°.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com macrogol, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio purificado como gás de arraste (1 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 8 | 60 |
| | 8 – 48 | 60 → 180 |
| | 48 – 53 | 180 |
| Injetor | | 270 |
| Detector | | 270 |

*Solução amostra*: diluir 10 µL do óleo volátil em 500 µL de hexano.

*Solução referência*: diluir 2 µL de α-pineno, 2 µL de limoneno, 2 µL de anisaldeído, 5 µL de fenchona, 2 µL de estragol e 10 µL de *trans*-anetol em 1 mL de hexano.

*Procedimento*: injetar o volume de 1 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia a gás acoplada a detector seletivo de massas, operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução referência*, mínimo 5,0 entre os picos referentes ao estragol e *trans*-anetol.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra*, verificar a presença dos componentes conforme segue: α-pineno, 1,0 a 10,0%; limoneno, 0,9 a 5,0%; fenchona, 12,0 a 25,0%; estragol, no máximo, 6,0%; *cis*-anetol, no máximo, 0,5%; *trans*-anetol, 55,0 a 75,0; e anisaldeído, no máximo, 2,0%.

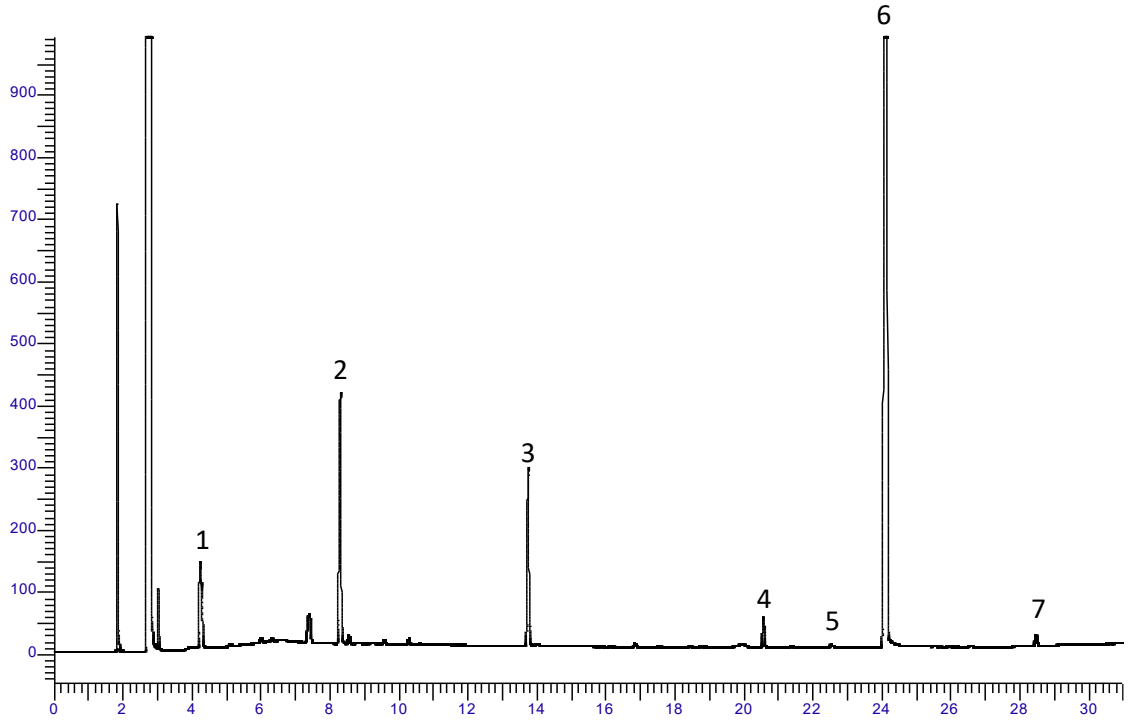



**Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Foeniculum vulgare* Mill., por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama. 1- α-pineno, 2- limoneno, 3- fenchona, 4-estragol, 5- *cis*-anetol, 6- *trans*-anetol e 7- anisaldeído.**

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado, ao abrigo da luz e do calor.

# GIRASSOL, óleo refinado
## *Helianthi annui oleum raffinatum*

Óleo obtido, por expressão ou extração, a partir de sementes de *Helianthus annuus* L., submetido a processo de refino.

CARACTERÍSTICAS

Óleo amarelo pálido de aspecto límpido.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel octadecilsilanizada (RP-18).

*Fase móvel (1)*: éter etílico.

*Fase móvel (2)*: acetona, ácido acético e cloreto de metileno (50:40:20).

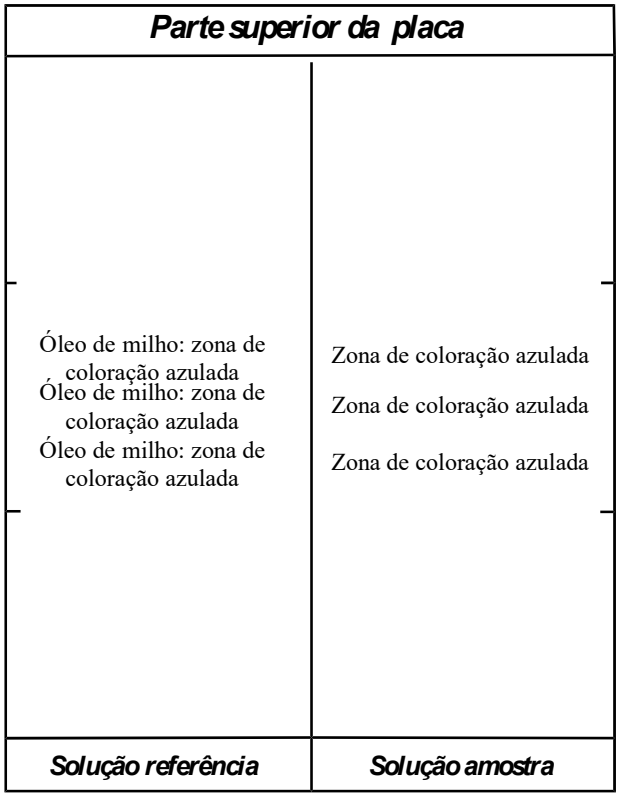
*Solução amostra*: diluir 20 µL de óleo de girassol em 3 mL de cloreto de metileno. Diluir 1 µL desta solução em 20 µL de cloreto de metileno.

*Solução referência*: diluir 20 µL de óleo de milho em 3 mL de cloreto de metileno. Diluir 1 µL dessa solução em 20 µL de cloreto de metileno.

*Revelador*: dissolver 10 g de ácido fosfomolíbdico em 100 mL de álcool etílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma utilizando a *Fase móvel (1)* por 0,5 cm. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Desenvolver novamente o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Desenvolver o cromatograma utilizando a *Fase móvel (2)* por 8 cm. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Desenvolver novamente o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com o *Revelador* e aquecer em estufa a 105 °C durante aproximadamente três minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Solubilidade.** Muito pouco solúvel em álcool etílico a 95%. Muito solúvel em éter de petróleo em temperatura entre 40 °C e 60 ºC. Praticamente insolúvel em água.

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,900 a 0,921.

**Água (5.2.20.1).** *Método culombimétrico*. No máximo 0,1%. Determinar em 1 g.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,470 a 1,48.

**Índice de acidez (5.2.29.7).** No máximo 0,5.

**Índice de peróxidos (5.2.29.11).** No máximo 10.

**Substâncias insaponificáveis (5.2.29.14).** *Método II*. No máximo 1,5%. Determinar em 5 g.

**Impurezas alcalinas (5.2.29.15.2).** Volume inferior a 0,1 mL de ácido clorídrico 0,01 *M*.

**Óleos estranhos em óleos fixos por cromatografia a gás (5.2.29.15.4).** Utilizar a mistura de substâncias para calibração da **Tabela 3**. Misturas comerciais de ésteres metílicos também podem ser utilizadas. A fração do óleo composta por ácidos graxos apresenta a seguinte composição:

*Ácido palmítico*: 4,0% a 9,0%;
*Ácido esteárico*: 1,0% a 7,0%;
*Ácido oleico*: 14% a 40%;
*Ácido linoleico*: 48% a 74%.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

CATEGORIA

Excipiente farmacotécnico.

# HORTELÃ-DO-BRASIL, óleo
## *Mentha arvensis aetheroleum*

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de partes aéreas secas de *Mentha arvensis* L., contendo, no mínimo, 30,0% de mentol ($C_{10}H_{20}O$, 156,27).

CARACTERÍSTICAS

Líquido fluído, límpido, incolor ou amarelo claro, com cheiro característico de mentol.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica gel $F_{254}$ (250 µm).

*Fase móvel*: hexano e acetato de etila (85:15).

*Solução amostra*: diluir 0,1 mL do óleo volátil em 1,0 mL de acetato de etila.

*Solução referência*: dissolver 4 µL de carvona, 4 µL de pulegona, 10 µL de acetato de mentila, 20 µL de cineol e 50 mg de mentol em 5 mL de acetato de etila.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com abundância com vanilina sulfúrica SR. Aquecer entre 100 °C e 105 °C durante 1 minuto para visualização do mentol no terço inferior da placa e aquecer durante mais 3 minutos para visualização dos outros componentes da amostra.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*, após o exame sob a luz ultravioleta, nebulização com vanilina sulfúrica SR e aquecimento durante um minuto e durante mais três minutos, na ordem. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Carvona e pulegona: zona de atenuação de fluorescência | Zona de atenuação de fluorescência<br><br>Zona de atenuação de fluorescência |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| | Zona de coloração violeta avermelhado |
| Acetato de mentila: zona de coloração violeta-azulado | Zona de coloração violeta-azulado |
| Cineol: zona de coloração violeta claro | Zona de coloração violeta claro |
| Pulegona: zona de coloração verde-acastanhado | Zona de coloração verde-acastanhado |
| Carvona: zona de coloração rosa-claro | Zona de coloração rosa-claro |
| Mentol: zona de coloração azul a violeta intenso | Zona de coloração azul a violeta intenso |
| | Zona de coloração azul claro |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Rotação óptica (5.2.8).** -16° a -34º.

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,888 a 0,910.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,456 a 1,470.

**Índice de acidez (5.2.29.7).** No máximo 1,0. Determinar em 5,0 g da amostra.

**Perfil Cromatográfico**. Proceder conforme descrito em C*romatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização em chamas, utilizando mistura de nitrogênio, hidrogênio e ar sintético (1:1:10) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 60 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com macrogol, com espessura do filme de 0,20 µm. Utilizar hélio purificado como gás de arraste (1,5 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 10 | 60 |
| | 10 – 70 | 60 → 180 |
| | 70 – 75 | 180 |
| Injetor | | 200 |
| Detector | | 200 |

*Solução amostra*: dissolver 0,20 g da amostra em hexano, completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Solução referência*: dissolver 10 mg de limoneno, 20 mg de cineol, 40 mg de mentona, 10 mg de isomentona, 40 mg de acetato de mentila, 20 mg de isopulegol, 20 mg de pulegona, 60 mg de mentol e 10 mg de carvona em hexano, completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Procedimento*: injetar volume de 1,0 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:100. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência*.

*Ordem de eluição*: ordem de preparação da *Solução referência*. Registre os tempos de retenção das substâncias.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução referência*, no mínimo, 1,5 entre os picos devidos do pulegona e mentol.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra* verificar a presença dos componentes conforme segue: limoneno, 1,5 a 7,0%; cineol, no máximo, 1,5%; mentona, 17,0 a 35,0%; isomentona, 5,0 a 13,0%; acetato de mentila, 1,5 a 7,0%; isopulegol, 1,0 a 3,0%; Pulegona, no máximo, 2,0%; mentol, 30,0 a 50,0%; carvona, no máximo, 2,0%.

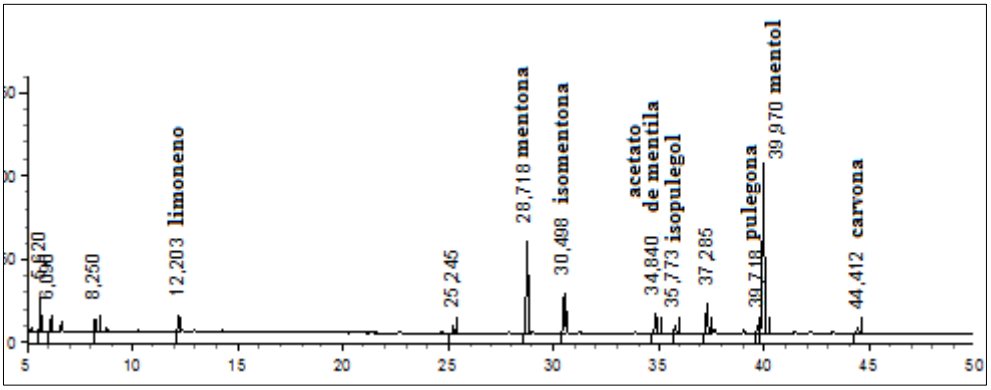



**Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Mentha arvensis* L. por cromatografia a gás acoplada a detector por ionização de chama.**

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# HORTELÃ-PIMENTA, óleo
## *Menthae piperitae aetheroleum*

Óleo volátil obtido, por hidrodestilação, a partir das partes aéreas, recentemente coletadas, de *Mentha* × *piperita* L., contendo, no mínimo, 35,0% de mentol.

CARACTERÍSTICAS

Líquido incolor, amarelo pálido ou amarelo esverdeado pálido, com odor característico semelhante ao mentol.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$ (0,250 mm).

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (95:5).

*Solução amostra*: diluir 0,1 mL do óleo volátil em 10 mL de tolueno.

*Solução referência*: dissolver 50 mg de mentol SQR, 20 µL de 1,8-cineol, 10 mg de timol e 10 µL de acetato de mentila em tolueno, completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. A seguir, nebulizar a placa com anisaldeído SR e aquecer em estufa entre 100 °C e 105 °C, durante cinco a 10 minutos. Examinar imediatamente sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Acetato de mentila: zona de coloração violeta-azulado | Zona de coloração azul-violeta |
| Timol: zona de coloração rósea | Zona de coloração rósea |
| 1,8-Cineol: zona de coloração azul a violeta | Zona de coloração azul a violeta |
| Mentol: zona de coloração azul intenso a violeta | Zona de coloração azul intenso a violeta |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,900 a 0,916.

**Índice de refração (5.2.6).** 1,457 a 1,467.

**Rotação óptica (5.2.8).** –30° a –10°.

**Índice de acidez (5.2.29.7).** No máximo, 1,4. Determinar em 5 g de óleo volátil, diluídos em 50 mL de mistura de solventes.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, utilizando mistura de nitrogênio, ar sintético e hidrogênio (1:1:10) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com polidifenildimetilsiloxano, com espessura do filme de 0,25 µm. Utilizar hélio a uma pressão de 80 kPa como gás de arraste; fluxo do gás de arraste 1 mL/minuto.

*Temperatura:*

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 80 | 60 → 300 |
| Injetor | | 220 |
| Detector | | 250 |

*Solução amostra:* diluir o óleo volátil em éter etílico (2:100).

*Procedimento:* injetar volume de 1 µL da *Solução amostra* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. Os índices de retenção relativo dos constituintes do óleo são calculados em relação

a uma série homóloga de hidrocarbonetos e comparados com amostras de referência. Determinar as concentrações relativas por normalização (integração manual ou eletrônica).

Calcular o Índice de Retenção Relativo (IRR), segundo a expressão:

$$\mathrm{IRR} = 100 \times \mathrm{n} + \frac{100 \times (\mathrm{tr_x} - \mathrm{tr_z})}{(\mathrm{tr_{z+1}} - \mathrm{tr_z})}$$

em que,

IRR = Índice de Retenção Relativo;
n = número de átomos de carbono do alcano de menor peso molecular;
$\mathrm{tr}_x$ = tempo de retenção do constituinte "x" (intermediário a $\mathrm{tr}_z$ e $\mathrm{tr}_{z+1}$);
$\mathrm{tr}_z$ = tempo de retenção do alcano com "n" carbonos; e
$\mathrm{tr}_{z+1}$ = tempo de retenção do alcano com "n +1" carbonos.

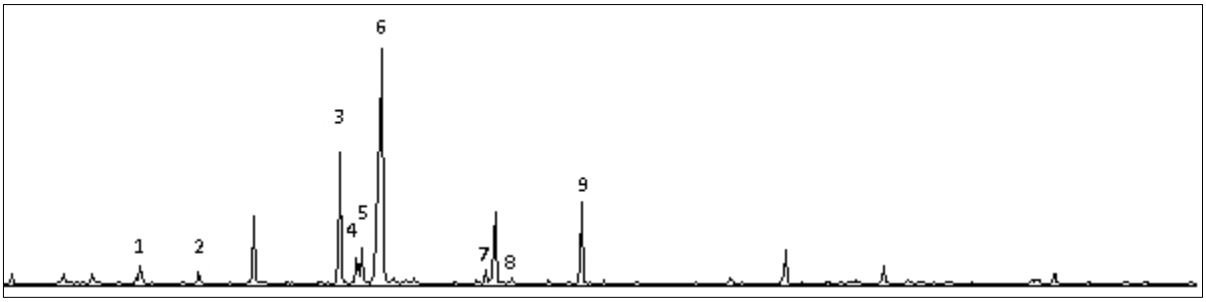



**Figura 1 – Cromatograma ilustrativo, obtido com o óleo volátil de *Mentha* × *piperita* L. por cromatografia a gás acoplada a detector por ionização de chama.**

No cromatograma obtido com a *Solução amostra*, verificar a presença dos componentes conforme segue:

| Pico | Índice de Retenção | Constituinte | Teor (%) |
|---|---|---|---|
| 1 | 1023 | limoneno | 0,5 – 5,0 |
| 2 | 1025 | 1,8-cineol | 0,5 – 13,0 |
| 3 | 1147 | mentona | 6,0 – 30,0 |
| 4 | 1156 | isomentona | 2,0 – 10,0 |
| 5 | 1160 | neo-mentol | 2,0 – 3,5 |
| 6 | 1165 | mentol | 35,0 – 79,0 |
| 7 | 1230 | pulegona | máximo 2,0 |
| 8 | 1237 | carvona | máximo 1,0 |
| 9 | 1290 | acetato de mentila | 3,0- 10,0 |

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente de vidro, hermeticamente fechado, ao abrigo da luz e do calor.

# LARANJA-AMARGA, óleo
## *Aurantii amari aetheroleum*

Óleo volátil obtido, por procedimento mecânico adequado sem aquecimento, a partir do exocarpo de frutos frescos de *Citrus aurantium* L. subsp. *aurantium* [syn. *Citrus aurantium* L. subsp. *amara* (L.) Engler], contendo, no mínimo, 92,0% de limoneno ($C_{10}H_{16}$, 136,24).

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, amarelo, de cheiro característico de flores de laranjeira amarga.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (85:15).

*Solução amostra*: diluir 4 µL da amostra em álcool etílico e completar o volume para 1 mL com o mesmo solvente.

*Solução referência*: diluir 0,5 µL de antranilato de metila, 1 µL de linalol, 2 µL de acetato de linalila e 1 mg de bergapteno em álcool etílico e completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante 10 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*, após o exame sob a luz ultravioleta em 365 nm e, nebulização com o *Revelador*, e exame novamente sob a luz ultravioleta em 365 nm, na ordem. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Antranilato de metila: zona de fluorescência azul | Zona fraca de fluorescência azul |
| Bergapteno: zona de fluorescência amarela-esverdeada | |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| | Zona fraca de fluorescência laranja-acastanhado |
| Acetato de linalila: zona de fluorescência amarelo acastanhado | Zona fraca de fluorescência amarelo-acastanhado |
| Antranilato de metila: zona de fluorescência azul | Zona de fluorescência azul |
| | Zona de fluorescência fraca vermelho-acastanhado |
| Linalol: zona de fluorescência laranja | Zona de fluorescência laranja |
| Bergapteno: zona de fluorescência amarelo-esverdeado | |
| | Zonas de fluorescência azul e marron-avermelhado |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,848 a 0,860.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,473 a 1,476.

**Rotação óptica (5.2.8).** +88° a +98°.

**Óleos fixos e óleos voláteis resignificados.** Colocar uma gota da amostra num fragmento de papel de filtro. A gota deve evaporar completamente em 24 horas sem deixar mancha translúcida ou gordurosa.

**Resíduo de evaporação.** 2,0% a 5,0%. Evaporar à secura em banho-maria 5,0 g da amostra e secar em estufa entre 100 °C e 105 °C, durante quatro horas.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, utilizando mistura de hidrogênio e ar sintético (1:45) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com polidifenildimetilsiloxano, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio ultrapuro como gás de arraste (1,0 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 8 | 60 |
| | 8 – 48 | 60 → 180 |
| | 48 – 53 | 180 |
| Injetor | | 250 |
| Detector | | 250 |

*Solução amostra*: diluir 200 µL do óleo volátil em 1 mL de hexano.

*Solução referência*: diluir 10 µL de α-pineno, 10 µL de β-pineno, 10 µL de mirceno, 800 µL de limoneno, 10 µL de linalol e 10 µL de acetato de linalila em 1 mL de hexano.

*Procedimento*: injetar volume de 0,5 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia a gás acoplada a detector seletivo de massas, operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama.

*Adequabilidade do sistema*
*Ordem de eluição:* ordem de preparação da *Solução referência*. Registrar os tempos de retenção das substâncias.
*Resolução entre picos*: *Solução referência*, mínimo 1,5 entre os picos referentes ao β-pineno e mirceno.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra*, verificar a presença dos componentes conforme segue: α-pineno, 0,5 a 0,6%; β-pineno, 0,3 a 1,0%; mirceno, 1,0 a 3,0%; limoneno, 92,0 a 96,0%; linalol, 0,1 a 0,6%; acetato de linalila, 0,3 a 1,6%.

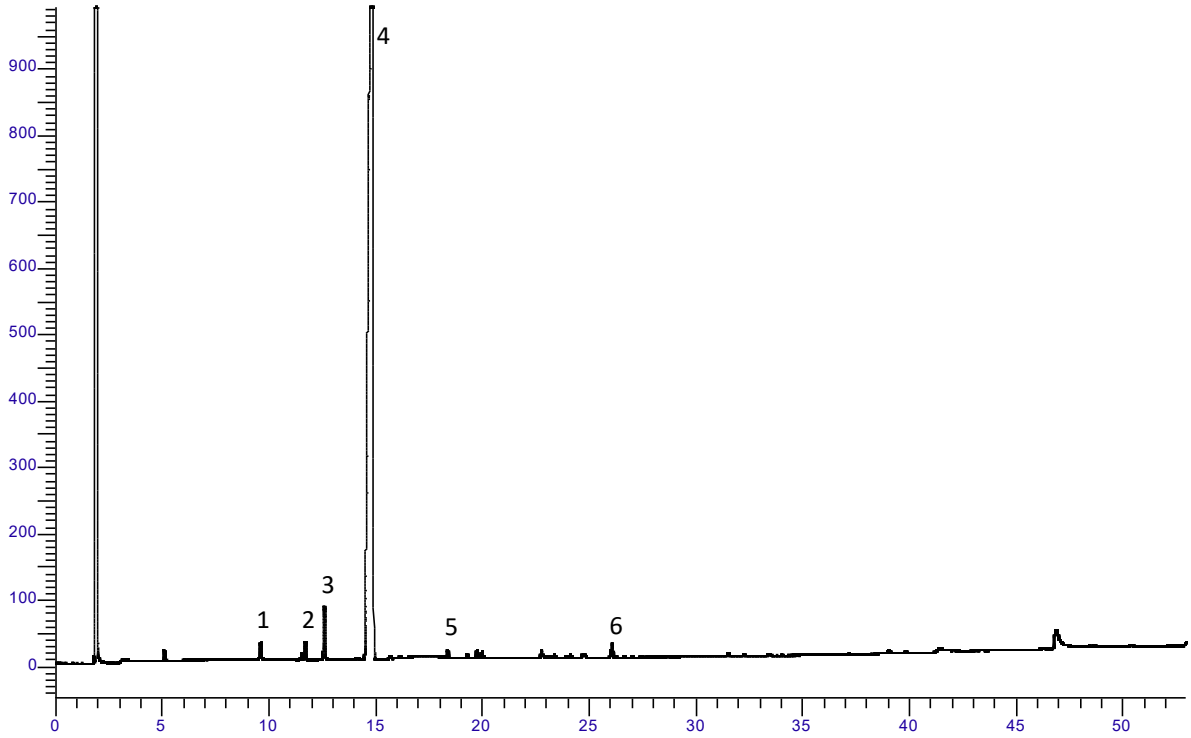



**Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Citrus aurantium* L. subsp. *aurantium* por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama. 1- α-pineno, 2- β-pineno, 3- mirceno, 4- limoneno, 5- linalol, 6- acetato de linalila.**

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor em temperatura inferior a 25 ºC.

# LARANJA-DOCE, óleo
## *Citrus aurantium dulcis aetheroleum*

Óleo volátil obtido, por meios mecânicos apropriados sem aquecimento, a partir do epicarpo de frutos frescos de *Citrus sinensis* (L.) Osbeck (syn. *Citrus aurantium* L. var. *sinensis* L.), contendo, no mínimo, 92,0% de limoneno ($C_{10}H_{16}$, 136,24).

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, amarelo-claro a alaranjado, que pode turvar por arrefecimento.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (85:15).

*Solução amostra*: diluir 0,2 mL da amostra em 1 mL de álcool etílico.

*Solução referência*: dissolver 2 mg de bergapteno, 10 µL de linalol e 20 µL de acetato de linalila em 10 mL de álcool etílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído e aquecer entre 100 °C e 105 °C durante cinco a 10 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: nos esquemas a seguir estão representadas as zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*, após o exame sob a luz ultravioleta em 365 nm e, nebulização com solução de anisaldeído, e exame novamente sob a luz ultravioleta em 365 nm, na ordem. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Bergapteno: zona de fluorescência amarela-esverdeada | Outras zonas de fluorescência azul |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| Acetato de linalila: zona de fluorescência amarela-esverdeada | Zonas de fluorescência castanha<br>Zonas de fluorescência amarela-acastanhada<br>Zonas de fluorescência laranja |
| Linalol: zona de fluorescência laranja<br>Bergapteno: zona de fluorescência esverdeada fraca | Zonas de fluorescência laranja<br>Zonas de fluorescência laranja-acastanhada<br>Zonas de fluorescência azul |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,842 a 0,850.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,470 a 1,476.

**Rotação óptica (5.2.8).** +94° a +99°.

**Índice de peróxidos (5.2.29.11).** No máximo 20.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

**Óleos fixos e óleos voláteis resignificados.** Cumpre o teste. Em um papel de filtro de dimensões 3 × 3 cm, sobre um vidro de relógio de 10 cm de diâmetro, aplicar 5 µL da amostra. Aguardar 24 horas, tempo necessário para o óleo volatilizar completamente. Verificar ausência de resíduo. Realizar o teste em triplicata.

**Resíduo de evaporação.** 1,0% a 5,0%. Evaporar a secura em banho-maria 5,0 g da amostra e secar entre 100 °C e 105 °C, durante quatro horas.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, utilizando mistura de hidrogênio e ar sintético (1:45) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com macrogol, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio ultrapuro como gás de arraste (1 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 6 | 50 |
| | 6 – 31 | 50 → 150 |
| | 31 – 41 | 150 → 180 |
| | 41 – 55 | 180 |
| Injetor | | 250 |
| Detector | | 250 |

*Solução amostra*: diluir 300 µL do óleo volátil de laranja-doce em 1 mL de acetona.

*Solução referência (1)*: diluir 10 µL de α-pineno, 10 µL de β-pineno, 10 µL de sabineno, 20 µL de β-mirceno, 800 µL de limoneno, 10 µL de octanal, 10 µL de decanal, 10 µL de linalol, 10 µL de citral, 10 µL de valenceno em 1 mL de acetona e homogeneizar.

*Solução referência (2)*: diluir 5 µL de β-pineno em 10 mL de acetona e homogeneizar. Diluir 0,5 mL dessa solução em 10 mL de acetona e homogeneizar.

*Procedimento*: injetar 0,5 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência (1)* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:100. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução dos picos*: *Solução referência (1)*, mínimo 3,9 entre os picos referentes ao β-pineno e ao sabineno, e, no mínimo, 1,5 entre os picos referentes ao valenceno e ao geranial.
*Limite de exclusão*: área sob o pico do cromatograma obtido com a *Solução referência (2)* (0,01%).

No cromatograma obtido com a *Solução amostra*, verificar a presença dos componentes conforme segue: α-pineno 0,4 a 0,6%; β-pineno 0,02 a 0,3%; sabineno 0,2 a 1,1%; β-mirceno 1,7 a 2,5%; limoneno 92,0 a 97,0%; octanal 0,1 a 0,4%; decanal 0,1 a 0,4%; linalol 0,2 a 0,7%; neral 0,02 a 0,10%; valenceno 0,02 a 0,5%; e geranial 0,03 a 0,20%.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado, ao abrigo da luz e do calor.

# LIMÃO, óleo
## *Limonis aetheroleum*

Óleo volátil obtido por meios mecânicos apropriados, sem aquecimento, a partir do pericarpo fresco de *Citrus × limon* (L.) Osbeck, contendo, no mínimo, 56,0% de limoneno ($C_{10}H_{16}$, 136,24).

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, de coloração amarelo-clara a amarelo-esverdeada, com odor característico. Pode tornar-se turvo à baixa temperatura.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica gel $F_{254}$ (0,25 mm).

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (85:15).

*Solução amostra*: diluir 1 mL da amostra em 1 mL de tolueno.

*Solução referência*: dissolver 10 mg de citropteno e 50 µL de citral em tolueno, completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de bandas, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*, após exame sob a luz ultravioleta em 254 nm e 365 nm, respectivamente. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| | Zona de atenuação de fluorescência |
| Citral: zona de atenuação de fluorescência | Zona de atenuação de fluorescência |
| Citropteno:zona de atenuação de fluorescência | Zona de atenuação de fluorescência |
| | Zona de atenuação de fluorescência |
| | Zona de atenuação de fluorescência |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| | Zona de fluorescência amarela |
| | Zona de fluorescência azul |
| | Zona de fluorescência azul brilhante |
| Citropteno:zona de fluorescência azul brilhante | Zona de fluorescência azul brilhante |
| | Zona de fluorescência laranja |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

**TESTES**

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,850 a 0,858.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,473 a 1,476.

**Rotação óptica (5.2.8).** +57° a +70°.

**Óleos fixos e óleos voláteis resignificados**. Colocar uma gota da amostra em papel de filtro. A gota deve evaporar completamente em 24 horas sem deixar mancha translúcida ou gordurosa.

**Resíduo de evaporação**: No mínimo 1,8% e, no máximo 3,6%. Aquecer 1,0 g da amostra em banho-maria e secar em estufa entre 100 °C e 105 °C, durante quatro horas. Resfriar em dessecador e pesar.

**Espectro no ultravioleta**. Dissolver 0,250 g da amostra em álcool etílico, misturar, completar o volume para 100 mL com o mesmo solvente e homogeneizar. Determinar a absorvância (**5.2.14**) entre 260 nm e 400 nm. Se o espectrofotômetro utilizado não for de registo automático, efetuar as determinações de absorvância em intervalos de 5 nm a partir de 260 nm até cerca de 12 nm antes do máximo de absorção esperado. Efetuar então três determinações com intervalos de 3 nm e depois determinações, sucessivas, com intervalos de 1 nm até cerca de 5 nm para além do máximo e finalmente a intervalos de 10 nm até 400 nm. Traçar a curva do espectro de absorção colocando em ordenadas os valores da absorvância e em abcissas os comprimentos de onda. Traçar a tangente entre os pontos *A* e *B* do diagrama que constitui a linha de base. O máximo de absorção *C* está em (315 ± 3) nm. Partindo do ponto *C*, baixar perpendicularmente ao eixo das abcissas uma linha vertical que intercepte a tangente *AB* em *D*. Deduzir a absorvância no ponto *D* da absorvância no ponto *C*. O valor *C-D* está compreendido entre 0,20 e 0,96. Para o óleo volátil de limão do tipo Siciliano, esse valor não é inferior a 0,45.

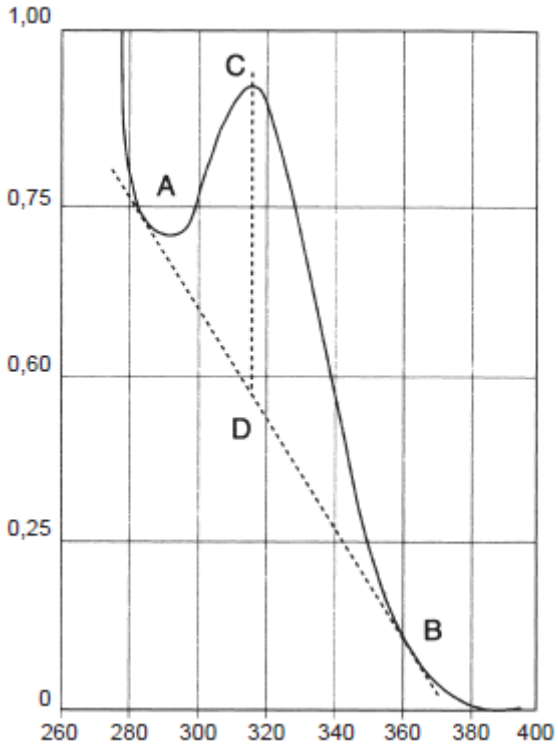



**Figura 1 – Espectro de absorvância no ultravioleta do pericarpo fresco de *Citrus* × *limon* (L.) Osbeck.**

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em C*romatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, utilizando mistura de nitrogênio, hidrogênio e ar sintético (1:1:10) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 60 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com macrogol, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar hélio purificado como gás de arraste (1 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 6 | 45 |
| | 6 – 21 | 45 → 90 |
| | 21 – 39 | 90 → 180 |
| | 39 – 55 | 180 |
| Injetor | | 220 |
| Detector | | 220 |

*Solução amostra*: óleo volátil de limão.

*Solução referência*: diluir 20 µL de β-pineno, 10 µL de sabineno, 100 µL de limoneno, 10 µL de γ-terpineno, 5 µL de β-cariofileno, 20 µL de citral, 5 mg de α-terpineol, 5 µL de acetato de nerilo e 5 µL de acetato de geranilo em 1 mL de acetona.

*Procedimento*: injetar volume de 0,5 µL da *Solução referência* e 0,2 µL da *Solução amostra* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:100. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia gasosa acoplada a detector seletivo de massas, operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama.

*Ordem de eluição*: ordem de preparação da *Solução referência*. Registre os tempos de retenção das substâncias.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução dos picos*: *Solução referência*. mínimo 1,5 entre os picos devidos ao β-pineno e sabineno, mínimo 5,0 entre os picos devidos de acetato de nerila e α-terpineol e mínimo 1,5 entre os picos devidos ao geraniol e ao acetato de geranilo.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra* verificar a presença dos componentes conforme segue: β-pineno, 7,0 a 17,0%; sabineno, 1,0 a 3,0%; limoneno, 56,0 a 78,0%; γ-terpineno, 6,0 a 12,0%; β-cariofileno, no máximo 0,5%; neral, 0,3 a 1,5%; α-terpineol, no máximo 0,6%; acetato de nerilo, 0,2-0,9%; geraniol, 0,5 a 2,3%; e acetato de geranilo, 0,1 a 0,8%.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# MANTEIGA DE CACAU
## *Cacao oleum*

Gordura sólida obtida a partir das sementes torradas de *Theobroma cacao* L.

CARACTERÍSTICAS

Gordura amarelo-pálida, sólida, com odor característico, semelhante ao cacau.

TESTES

**Solubilidade.** Facilmente solúvel em éter etílico e éter de petróleo com faixa de ebulição de 40 °C a 60 °C. Pouco solúvel em álcool etílico a 96%.

**Índice de acidez (5.2.29.7).** No máximo 4,0.

**Índice de iodo (5.2.29.10).** 35 a 40.

**Ponto de fusão (5.2.2).** *Método II*. 31°C a 34 °C.

**Índice de refração (5.2.6).** 1,456 a 1,458, a 40 °C.

**Índice de saponificação.** 188 a 196.
Dissolver 35 a 40 g de hidróxido de potássio em 20 mL de água, completar o volume com álcool etílico a 95% em balão de 1000 mL e homogeneizar. Deixar a solução em repouso por 12 horas e filtrar. Em balão de fundo redondo de 250 mL pesar, com exatidão, cerca de 2 g de amostra, e adicionar 25 mL da solução de hidróxido de potássio em álcool etílico. Adaptar o balão ao condensador de refluxo e aquecer em banho-maria, por uma hora, com agitação frequente. Titular à quente com solução de ácido clorídrico 0,5 *M* SV utilizando 1 mL de solução de fenolftaleína como indicador. Proceder ao ensaio branco. O índice de saponificação é calculado conforme a expressão:

$$I_s = \frac{28{,}05\ (n_2 - n_1)}{m}$$

em que,

$n_1$ = volume corrigido de titulante;
$n_2$ = volume corrigido de titulante no ensaio em branco; e
$m$ = massa de amostra pesada.

**Contagem do número total de micro-organismos mesófilos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

CATEGORIA

Excipiente farmacotécnico.

# MELALEUCA, óleo
## *Melaleucae aetheroleum*

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de folhas e ramos terminais de *Melaleuca alternifolia* (Maiden & Betche) Cheel, contendo, no mínimo, 30,0% de terpinen-4-ol ($C_{10}H_{18}O$, 154,25).

CARACTERÍSTICAS

Líquido incolor à amarelo pálido.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254.}$

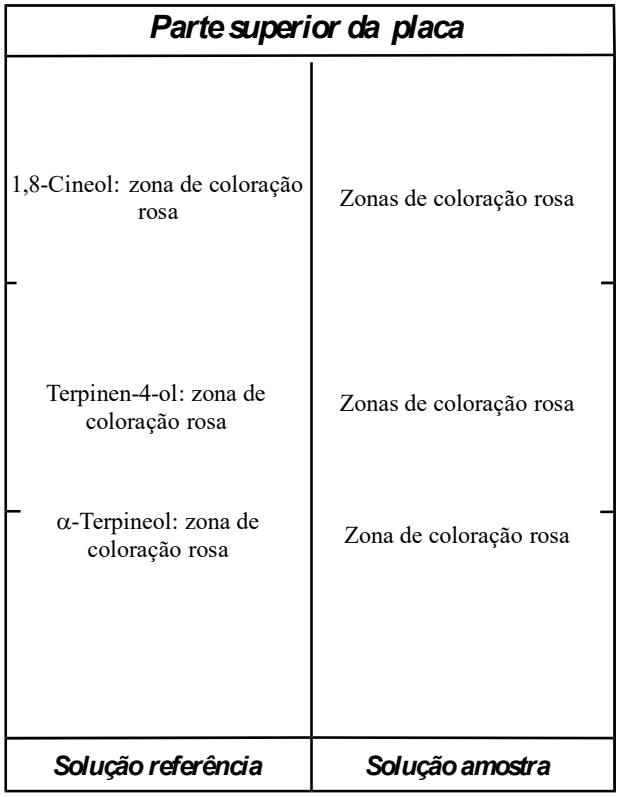
*Fase móvel*: heptano e acetato de etila (80:20).

*Solução amostra*: diluir 0,1 mL da amostra a ser examinada em 5 mL de heptano.

*Solução referência*: dissolver 30 µL de 1,8-cineol, 60 µL terpinen-4-ol e 10 mg de α-terpineol em 10 mL de heptano.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução Amostra* e 10 µL da *Solução Referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído e aquecer entre 100 °C e 105 °C durante cinco a 10 minutos. Examinar sob a luz visível.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,885 a 0,906.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,475 a 1,482.

**Rotação óptica (5.2.8).** +5° a +15°.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com macrogol, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio purificado como gás de arraste (1,3 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 1 | 50 |
| | 1 – 37 | 50 → 230 |
| | 37 – 45 | 230 |
| Injetor | | 240 |
| Detector | | 240 |

*Solução amostra*: diluir 4,5 µL do óleo volátil em 300 µL de hexano.

*Solução referência*: dissolver 5 µL de α-pineno, 5 µL de sabineno, 15 µL α-terpineno, 5 µL de limoneno, 5 µL de 1,8-cineol, 30 µL de γ-terpineno, 5 µL de *p*-cimeno, 5 µL de terpinoleno, 60 µL de terpinen-4-ol, 5 µL de aromadendreno e 5 mg de α-terpineol em 10 mL de hexano.

*Procedimento*: injetar volume de 1 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo à gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia a gás acoplada a detector de massas, operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução referência*, mínimo 2,5 entre os picos referentes ao limoneno e 1,8-cineol.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra*, verificar a presença dos componentes conforme segue: α-pineno, 1,0% a 6,0%; sabineno, no máximo 3,5%; α-terpineno, 5,0% a 13,0%; limoneno, 0,5 a 4,0%; 1,8-cineol, no máximo 15,0%; γ-terpineno, 10,0% a 28,0%; *p*-cimeno, 0,5% a 12,0%; terpinoleno, 1,5% a 5,0%; terpinen-4-ol, no mínimo 30,0%; aromadendreno, no máximo 7,0%; e α-terpineol, 1,5% a 8,0%.

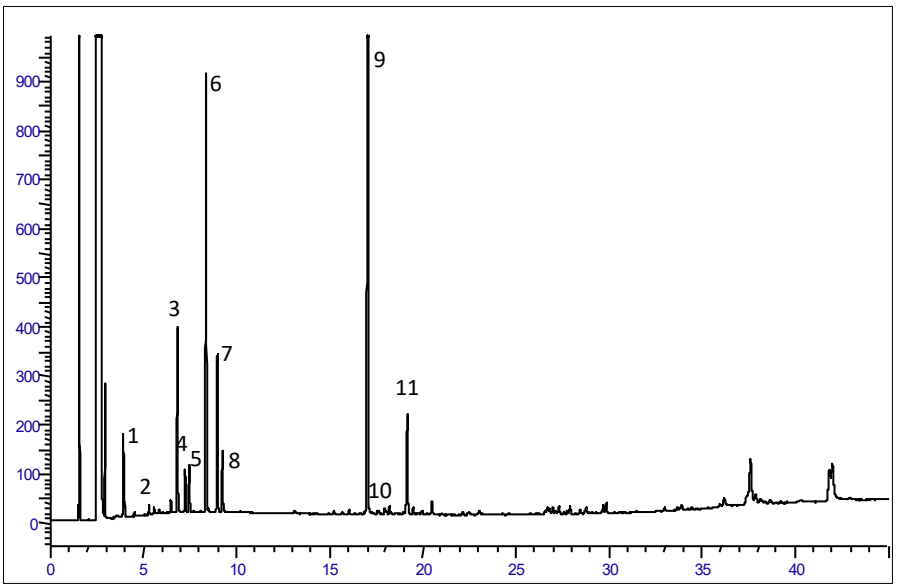



**Figura 1 – Cromatograma ilustrativo obtido com o óleo volátil de *Melaleuca alternifolia* (Maiden & Betche) Cheel por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama. 1- α-pineno, 2- sabineno 3- α-terpineno, 4- limoneno, 5- 1,8-cineol, 6- γ–terpineno, 7- *p*-cimeno, 8- terpinoleno, 9- terpinen-4-ol, 10- aromadendreno e 11- α-terpineol.**

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# NOZ-MOSCADA, óleo
## *Myristicae fragrans aetheroleum*

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de sementes desprovidas de arilo e tegumento, secas e pulverizadas de *Myristica fragrans* Houtt.

CARACTERÍSTICAS

Líquido, incolor ou amarelo-claro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

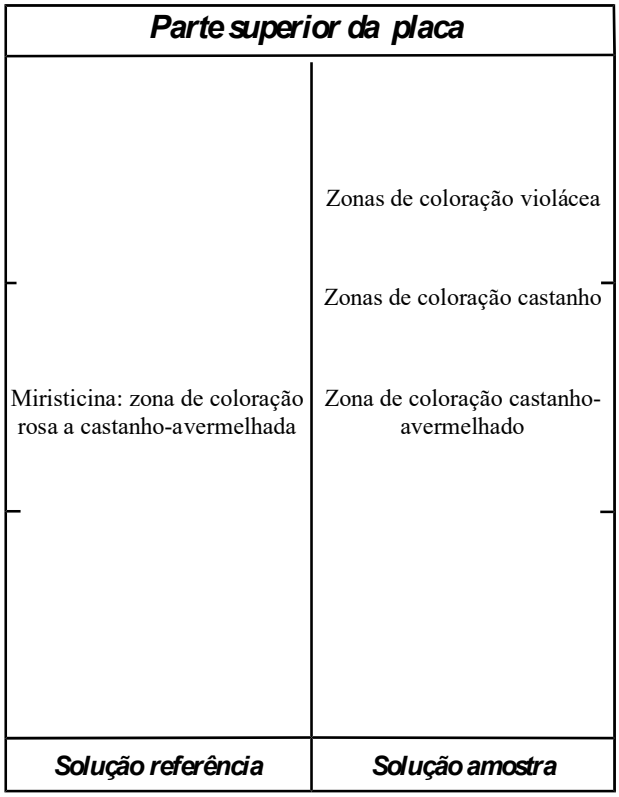
*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (95:5).

*Solução amostra*: diluir 1 mL da amostra a ser examinada em 1 mL de tolueno, e completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente.

*Solução referência*: diluir 20 µL de miristicina em 10 mL de tolueno.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante 10 a 15 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,885 a 0,905.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,475 a 1,485.

**Rotação óptica (5.2.8).** +8° a +18°.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, utilizando mistura de hidrogênio e ar sintético (1:45) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 25 a 60 m de comprimento e 0,3 mm de diâmetro interno, revestida com macrogol, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio ultrapuro como gás de arraste (1,5 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 10 | 50 |
| | 10 – 75 | 50 → 180 |
| | 75 – 130 | 180 |
| Injetor | | 220 |
| Detector | | 250 |

*Solução amostra*: óleo volátil de noz-moscada.

*Solução referência*: diluir 15 µL de α-pineno, 15 µL de β-pineno, 15 µL de sabineno, 5 µL de 3-careno, 5 µL de limoneno, 5 µL de γ-terpineno, 5 µL de terpinen-4-ol, 5 µL de safrol, 10 µL de miristicina, em 1 mL de hexano. Armazenar sob refrigeração, em frasco hermeticamente fechado e ao abrigo da luz.

*Procedimento*: injetar volume de 0,2 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:100. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia a gás acoplada a detector seletivo de massas, operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução referência*, mínimo 1,5 entre os picos referentes ao β-pineno e sabineno.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra,* verificar a presença dos componentes conforme segue: α-pineno, 15,0 a 28,0%; β-pineno, 13,0 a 18,0%; Sabineno, 14,0 a 29,0%; 3-careno, 0,5 a 2,0%; limoneno, 2,0 a 7,0%; γ-terpineno, 2,0 a 6,0%; terpinen-4-ol, 2,0 a 6,0%; safrol, no máximo 2,5%; miristicina, 5,0 a 12,0%.

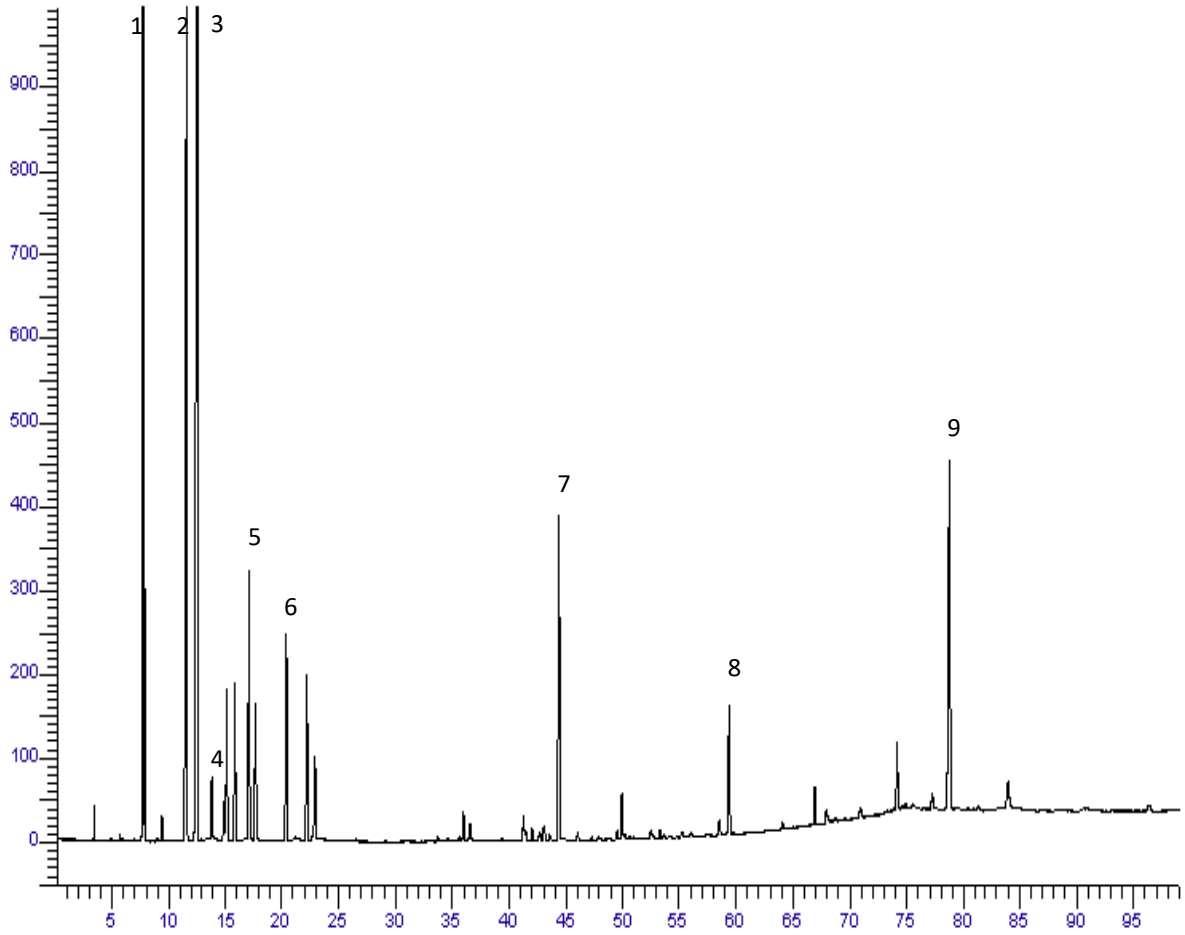



**Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Myristica fragans* Houtt. por cromatografia a gás acoplada a detector por ionização de chama. 1- α-pineno, 2- β-pineno, 3- sabineno, 4- 3-careno, 5- limoneno, 6- γ-terpineno, 7- terpinen-4-ol, 8- safrol e 9- miristicina.**

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor em temperatura inferior a 25 ºC.

# OLIVA, óleo virgem
## *Olivae oleum virginum*

Óleo fixo obtido, por espressão a frio ou por outro meio mecânico apropriado, a partir dos frutos maduros de *Olea europaea* L.

CARACTERÍSTICAS

Óleo amarelo-pálido ou amarelo-esverdeado com leve odor característico.

IDENTIFICAÇÃO

Identificação dos óleos vegetais por *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.29.15.1)**.

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel octadecilsilanizada (RP-18).

*Fase móvel (1)*: éter etílico.

*Fase móvel (2)*: acetona, ácido acético e cloreto de metileno (50:40:20).

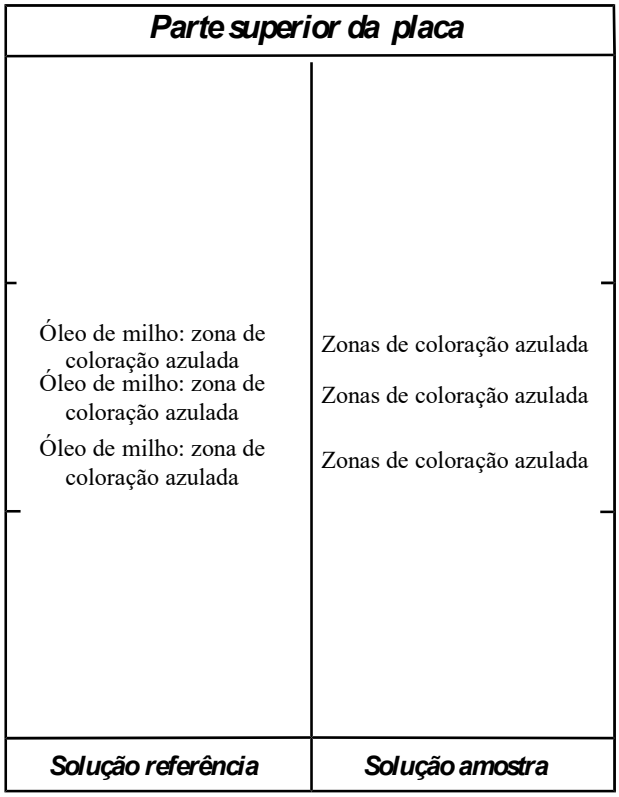
*Solução amostra*: diluir 20 µL de óleo em 3 mL de cloreto de metileno e homogeneizar. Diluir 1 µL dessa solução em 20 µL de cloreto de metileno.

*Solução referência*: diluir 20 µL de óleo de milho em 3 mL de cloreto de metileno. Diluir 1 µL dessa solução em 20 µL de cloreto de metileno.

*Revelador*: dissolver 10 g de ácido fosfomolíbdico em 100 mL de álcool etílico.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma por 0,5 cm, utilizando a *Fase móvel (1)*. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Desenvolver novamente o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Desenvolver novamente o cromatograma por 8 cm, utilizando a *Fase móvel (2)*. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Desenvolver novamente o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com o *Revelador*, e aquecer a 105 °C durante aproximadamente três minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.




TESTES

**Solubilidade.** Praticamente insolúvel em álcool etílico 95%. Muito solúvel em hexano e éter etílico.

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,910 a 0,915.

**Índice de acidez (5.2.29.7).** No máximo 2,0. Determinar em 5 g.

**Índice de peróxidos (5.2.29.11).** No máximo 20.

**Matéria insaponificável (5.2.29.14).** *Método II*. No máximo 1,5%. Determinar em 5 g.

**Absorvância (5.2.14)**. Dissolver 0,5 g de óleo em cicloexano, diluir a 50 mL em balão volumétrico e homogeneizar. A absorvância medida em 270 nm é inferior a 0,20. A razão das absorvâncias medidas em 232 nm e 270 nm é superior a 8.

**Composição de ácidos graxos (5.2.29.15.4).** A fração do óleo composta por ácidos graxos apresenta a seguinte composição:
*Ácidos graxos saturados com cadeia inferior a 16 carbonos*: no máximo 0,1%;
*Ácido palmítico*: 7,5% a 20,0%;
*Ácido palmitoleico*: no máximo 3,5%;
*Ácido esteárico*: 0,5% a 5,0%;
*Ácido oleico*: 56% a 85,0%;
*Ácido linoleico*: 3,5% a 20,0%;
*Ácido linolênico*: no máximo 1,2%;
*Ácido araquídico*: no máximo 0,7%;
*Ácido eicosenoico*: no máximo 0,4%;
*Ácido behenico*: no máximo 0,2%;
*Ácido lignocérico*: no máximo 0,2%.

**Óleo de gergelim.** Em um tubo provido de rolha, agitar, por aproximadamente um minuto, 10 mL de óleo com uma mistura de 0,5 mL de uma solução de furfural a 0,35% em anidrido acético e 4,5 mL de anidrido acético. Filtrar em papel impregnado com anidrido acético. Ao filtrado, adicionar 0,2 mL de ácido sulfúrico. Não há desenvolvimento de cor verde azulada.

**Água (5.2.20.1).** No máximo 0,1%. Determinar em 1 g.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

CATEGORIA

Excipiente farmacotécnico.

# PALMA-ROSA, óleo
## *Palmae rosae aetheroleum*

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de folhas frescas de *Cymbopogon martini* (Roxb.) W.Watson, contendo, no mínimo, 60,0% de geraniol ($C_{10}H_{18}O$, 154,25).

CARACTERÍSTICAS

Líquido incolor a amarelado, com odor aromático, agradável, semelhante ao de rosa.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica-gel $GF_{254}$.

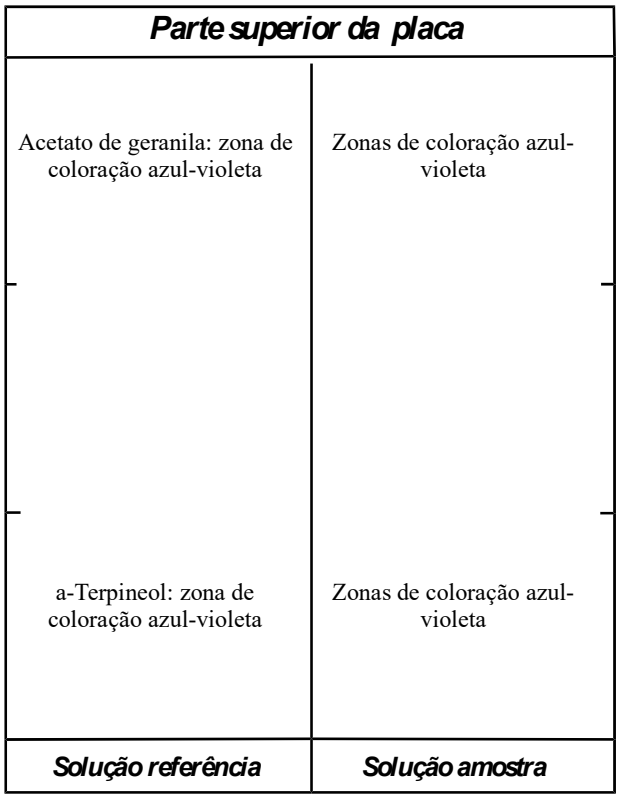
*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (90:10).

*Solução amostra*: diluir 2 µL da amostra a ser examinada em 300 µL de tolueno.

*Solução referência*: diluir 2 µL de geraniol e 2 µL de acetato de geranila em 1 mL de tolueno.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante durante a 10 minutos.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.



TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,880 a 0,900.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,472 a 1,477.

**Rotação óptica (5.2.8).** +2,3° a +3°.

**Índice de acidez (5.2.29.7).** 0,5 a 3. Determinar em 5 g de amostra.

**Solubilidade em álcool etílico.** Transferir 1 mL de amostra a ser analisada para uma proveta de 25 mL com rolha esmerilhada, e adicionar com auxílio de uma bureta, frações de 0,1 mL de álcool etílico a 60% ou de álcool etílico absoluto, até completa dissolução do óleo. A seguir, continuar a adição de álcool etílico a 60% ou álcool etílico absoluto com frações de 0,5 mL até completar 20 mL, agitando energicamente a cada adição de álcool etílico. A amostra é solúvel em qualquer proporção de álcool etílico absoluto e em cinco volumes de álcool etílico a 60%.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama; coluna capilar de 60 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com macrogol, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio purificado como gás de arraste (1 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 2 | 70 |
| | 2 – 40,3 | 70 → 185 |
| | 40,3 – 45,8 | 185 → 240 |
| Injetor | | 240 |
| Detector | | 240 |

*Solução amostra*: óleo volátil de palma-rosa.
*Solução referência*: diluir 20 µL de geraniol, 20 µL de β-cariofileno, 5 µL de citronelol, 4 µL de mirceno, 4 µL de citral e 20 µL de linalol em 1 mL de hexano. Armazenar sob refrigeração, em frasco hermeticamente fechado e ao abrigo da luz.

*Procedimento*: injetar volume de 0,2 µL da *Solução amostra* e 1 µL da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:100. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia a gás acoplada a detector seletivo de massas, operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução referência*, mínimo 1,5 entre os picos referentes ao acetato de geranila e citronelol.

Utilizando os tempos de retenção determinados a partir do cromatograma obtido com a solução referência, localizar os compostos no cromatograma obtido com a solução amostra. Desconsiderar o pico do hexano.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra*, verificar a presença dos componentes conforme segue: geraniol, no mínimo 60,0%; β-cariofileno, 0,5 a 5,0%; citronelol, 1,0 a 3,0%; mirceno, 0,1 a 0,4%; citral, no máximo 4,0% (citral A e citral B); linalol, 1,0 a 5,0%; e acetato de geranila, 10,0 a 18,0%.

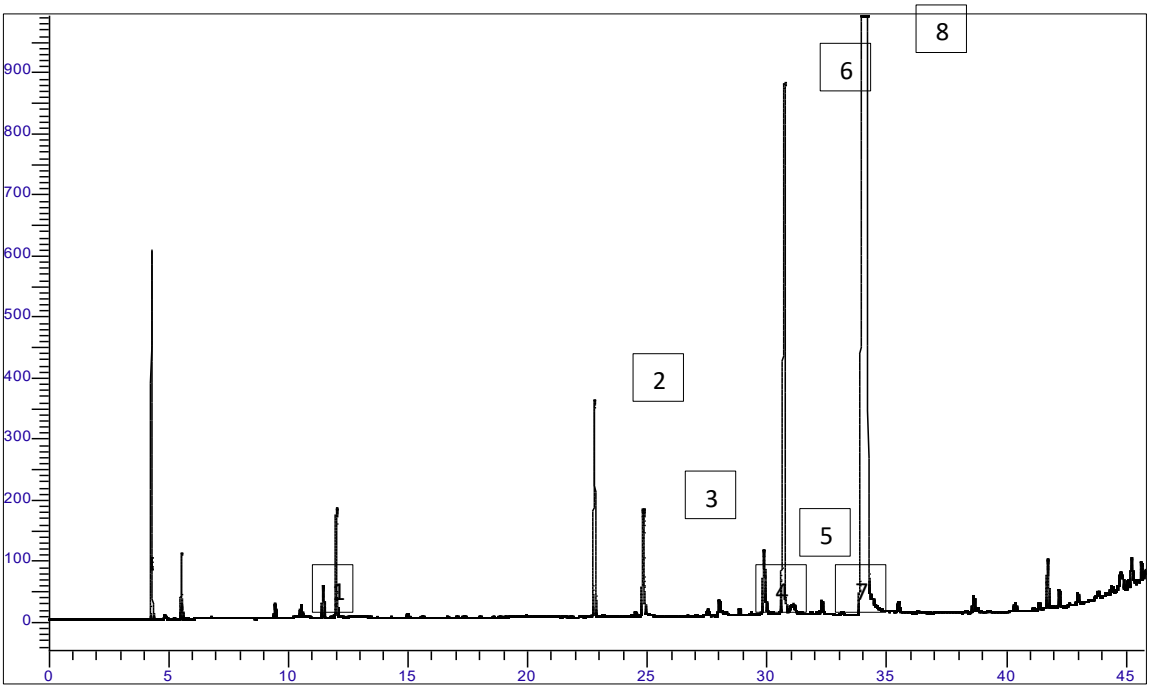



**Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Cymbopogon martini* (Roxb.) Will.Watson por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama. 1- mirceno, 2- linalol, 3- β-cariofileno, 4- citral b, 5- citral a, 6- acetato de geranila, 7- citronelol e 8- geraniol.**

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# TOMILHO, óleo
## *Thymus vulgaris aethaeroleum*

O óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de partes aéreas floridas de *Thymus vulgaris* L.

CARACTERÍSTICAS

Líquido fluído, límpido, de coloração amarela a castanho-avermelhado, muito escuro e de odor aromático, picante, lembrando o do timol.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* **(5.2.17.1)**.

*Fase estacionária*: sílica gel $F_{254}$ (250 µm).

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (95:5).

*Solução amostra*: dissolver 0,2 g da amostra em pentano, completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Solução referência*: dissolver 0,15 g de timol, 25 mg de α-terpineol, 40 µL de linalol, 10 µL de carvacrol em pentano, completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente e homogeneizar.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído e aquecer entre 100 °C e 105 ºC durante cinco a 10 minutos. Examinar sob a luz do dia.

*Resultados*: no esquema a seguir estão representadas as zonas obtidas com a *Solução referência* e com a *Solução amostra*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.

| ***Parte superior da placa*** | |
|---|---|
| | Zona de coloração violeta |
| Timol: zona de coloração rosa-acastanhado<br>Carvacrol: zona de coloração violeta-pálido | Zona de coloração rosa acastanhado<br>Zona de coloração violeta pálido |
| Linalol: zona de coloração violeta | Zona de coloração violeta |
| a-Terpineol: zona de coloração violeta | Zona de coloração violeta |
| ***Solução referência*** | ***Solução amostra*** |

**TESTES**

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,915 a 0,935.

**Índice de refração (5.2.29.4).** 1,499 a 1,505.

**Perfil cromatográfico.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* **(5.2.17.5)**. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, utilizando mistura de hélio, hidrogênio e ar sintético (1:1:10) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 60 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com propilenoglicol, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar hélio purificado como gás de arraste (1 mL/minuto).

*Temperatura*:

| | Tempo (minutos) | Temperatura (ºC) |
|---|---|---|
| Coluna | 0 – 15 | 60 |
| | 15 – 61,7 | 60 → 200 |
| | 61,7 – 91,7 | 200 |
| Injetor | | 200 |
| Detector | | 220 |

*Solução amostra*: diluir 0,1 mL do óleo volátil de tomilho em 10 mL de hexano. Armazenar sob refrigeração, em frasco hermeticamente fechado e ao abrigo da luz.

*Solução referência*: dissolver 0,15 g de β-mirceno, 0,1 g de γ-terpineno, 0,1 g de *p*-cimeno, 0,1 g de linalol, 0,2 g de terpinen-4-ol, 0,2 g de timol e 50 mg de carvacrol em 5 mL de hexano.

*Procedimento*: injetar volume de 0,2 µL da *Solução referência* e 0,5 µL da *Solução amostra* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:100. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia a gás acoplada a detector seletivo de massas, operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama.

*Ordem de eluição*: ordem de preparação da *Solução referênci*a. Registre os tempos de retenção das substâncias.

*Adequabilidade do sistema*
*Resolução entre picos*: *Solução referência*, no mínimo, 1,5 entre os picos referentes ao timol e carvacrol.

*Números de pratos teóricos*: no mínimo, 30 000, calculado para o pico referente ao *p*-cimeno, a 80 ºC.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra,* verificar a presença dos componentes conforme segue: β-mirceno, 1,0 a 3,0%; γ-terpineno, 5,0 a 10,0%; *p*-cimeno, 15,0 a 28,0%; linalol, 4,0 a 6,5%; terpinen-4-ol, 0,2 a 2,5%; timol, 36,0 a 55,0% e carvacrol, 1,0 a 4,0%.

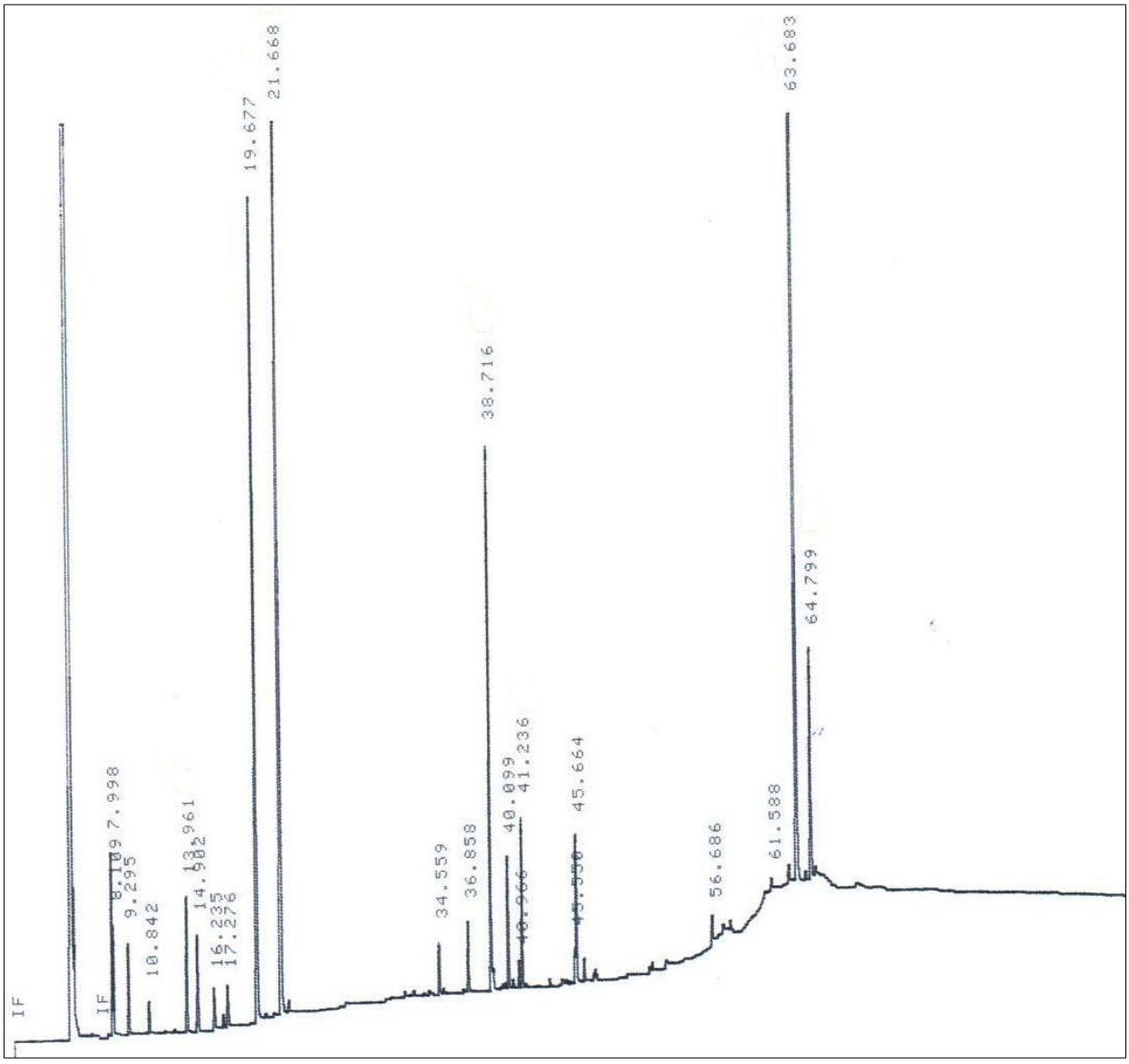



**Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Thymus vulgaris* L. por cromatografia a gás acoplada a detector por ionização de chama.**

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor.

# FARMACOPEIA BRASILEIRA

VIII EDIÇÃO




1926-2026




Agência Nacional de Vigilância Sanitária
**Brasília, 2026**