

CARQUEJA

Baccharis trimerae herbae

Baccharis trimera (Less.) DC. – ASTERACEAE

A droga vegetal consiste de caules alados, dessecados e fragmentados contendo, mínimo, 0,5% de flavonóides totais expressos em quercetina e, no mínimo, 0,3% de óleo essencial. O óleo essencial é constituído de, no mínimo, 9% de carquejol e 45% de acetato de carquejila.

pubescente na face dorsal, com ramos divergentes; ovário ínfero, bicarpelar, gamocarpelar, unilocular, monospermico; fruto do tipo aquênio, de até 0,2 cm de comprimento, com 10 estrias longitudinais.

DESCRIÇÃO MICROSCÓPICA

O caule apresenta três alas ou expansões caulinares divergentes, com as costelas pronunciadas entre cada ala. A epiderme é uniestratificada, com células retangulares cobertas por uma cutícula estriada. Em vista frontal, as células epidérmicas mostram-se poligonais com paredes sinuosas. Ocorrem poucos estômatos e alguns tricomas, esses últimos formados por 2 células basais e a cabeça com 2 séries de 4 células cada uma. As células do clorênquima são elípticas a circulares, frouxamente distribuídas e dispostas radialmente em 3 ou 4 camadas, interrompidas na região do colênquima e dos canais secretores esquizógenos. O colênquima, que se intercala ao clorênquima, modifica-se de acordo com a idade do caule. Nos caules jovens, isto é, até o quinto nó, estende-se da epiderme até os canais secretores, envolvendo-os parcialmente, enquanto que nas regiões entre os canais pode ocorrer sob a forma de uma camada contínua e subepidérmica. Nos caules maduros, ou seja, a partir do quinto nó, distribui-se em zonas opostas aos canais secretores, podendo as células do colênquima transformar-se, parcial ou totalmente, em fibras agrupadas em até 3 camadas; nas zonas afastadas dos canais secretores, a camada de colênquima não sofre modificações. Os canais secretores, sempre acompanhados de colênquima, situam-se externamente à endoderme, ocorrendo, predominantemente, opostos às fibras do protofloema. O número de canais secretores varia de 3 a 10, com epitélio de 3 a 14 células de paredes delgadas. Internamente ao clorênquima existe uma camada contínua de endoderme com estrias de Caspary. O sistema vascular é colateral, apresentando caráter secundário já nos ramos jovens. Os cordões de fibras do protofloema, em número de 9 a 20, são formados por até 7 camadas de células de paredes grossas e lignificadas. Internamente ao xilema ocorre uma faixa de fibras quase contínua e de espessura variável, localizada junto ao parênquima medular. A medula é relativamente ampla, com células grandes, esféricas ou

SINÓNÍMIA CIENTÍFICA

Molina trimera Less. e *Baccharis genistelloides* var. *trimera* (Less.) Baker

SINÓNÍMIA VULGAR

Carqueja-amarga; carqueja-amargosa.

CARACTERES ORGANOLÉPTICOS

As partes aéreas apresentam sabor amargo.

DESCRIÇÃO MACROSCÓPICA

Ramos cilíndricos, tri-alados, de até 1 m de comprimento, áfios ou com raras folhas sésseis e reduzidas nos nós. Alas verdes, glabras a olho nu, membranosas, com 0,5 cm a 1,5 cm de largura; alas dos ramos floríferos mais estreitas do que as demais. Plantas dióicas, portanto, quando presentes ramos floridos, estes 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. Capítulos estaminados com brácteas involucrais de 0,4 cm a 0,5 cm de comprimento, plurisseriadas, sendo as externas gradativamente menores, ovaladas e glabras; flores com corola tubulosa, pentâmera, com até 0,4 cm de comprimento e limbo dividido em lacínias longas, enroladas em espiral; estames cinco, epipétalos, sinânteros; pistilo atrofiado. Capítulos pistilados com brácteas involucrais de até 0,6 cm de comprimento, plurisseriadas, lanceoladas, glabras; flores com corola filiforme, pentadentada, com até 0,4 cm de comprimento; estilete bifurcado, mais longo do que a corola, linear-lanceolado,

elípticas, de paredes pouco espessadas, com poucos espaços intercelulares, contendo cristais prismáticos de oxalato de cálcio, de formas variadas, como cristais aciculares, retangulares e octaédricos, dispostos predominantemente em zonas próximas ao xilema. Em secção transversal, as alas exibem estrutura dorsiventral com parênquimas paliçádico e esponjoso. A epiderme é uniestratificada, com características semelhantes àsquelas descritas para o caule. Ocorrem estômatos anomocíticos e anisocíticos, distribuídos em ambas as faces da epiderme. Os tricomas ocorrem predominantemente na região dos bordos das alas e na junção destas com o eixo do caule. São de 4 tipos fundamentais: a. multicelular, unisseriado, ereto, com 3 células no corpo e uma apical cônica, ereta ou inclinada, b. multicelular, unisseriado, ereto, com 5 células no corpo e uma célula apical cônica, com sua base dilatada, c. multicelular, unisseriado, com 1 a 3 células no corpo e célula apical arredondada, globosa, podendo às vezes ser recurvado, d. multicelular, unisseriado, recurvado, com 3 células no corpo e uma célula apical globosa, esta com paredes espessadas. O parênquima paliçádico é formado por células elípticas, dispostas em 3 a 5 camadas na porção mediana-superior e na mediana-inferior de cada ala, com seus eixos maiores orientados antinicialmente. Ocorrem até 18 feixes condutores colaterais em cada ala, dispostos linearmente, alternando-se em grandes e pequenos, acompanhados de poucas fibras e rodeados por uma bainha parenquimática. Cada feixe está acompanhado por 1 ou 2 canais secretores esquizógenos de grande tamanho, com epitélio de 4 a 14 células, de paredes não espessadas. 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 engrossadas, que envolvem 3 canais secretores de diferentes tamanhos.

DESCRIZAÇÃO MICROSCÓPICA DO PÓ

O pó atende a todas as exigências estabelecidas para a espécie. São característicos: 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. Podem ocorrer, dependendo do grau de fragmentação, porções de ramos alados com e sem capítulos.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* (V.2.17) (V.2.17-1), utilizando sílica-gel GF₂₅₄, com espessura de 250 µm, como su-

porte, e mistura de tolueno, acetato de etila e metanol (75:25:5), como fase móvel. Aplicar, separadamente, à placa, em forma de banda, de 10 µl da *solução* (1) e de 3 µl da *solução* (2), recentemente preparadas, descritas a seguir.

Solução (1): turbolisar 10 g da droga seca moída com 100 ml de mistura de etanol e água (50:50), em recipiente fechado, por 20 minutos. A temperatura não deverá ultrapassar 40 °C. Filtrar o extrato para balão volumétrico de 100 ml e completar o volume com o mesmo solvente. Evaporar 10 ml dessa solução à secura em banho-maria. Ressuspender o resíduo em 1 ml de metanol.

Solução (2): dissolver 1 mg de 3-*O*-metilquercetina em 0,1 ml de metanol.

Desenvolver o cromatograma. Remover a placa, deixar secar ao ar. Examinar sob luz ultravioleta (365 nm). A mancha principal obtida com a *solução* (1), com Rf de aproximadamente 0,30, corresponde em posição e intensidade àquela obtida com a *solução* (2). Em seguida, nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol a 1% (p/V) em etanol e polietilenoglicol 400 a 5% (p/V) em etanol. A mancha correspondente a 3-*O*-metilquercetina apresenta coloração alaranjada.

ENSAIOS DE PUREZA

Material estranho (V.4.2.2). No máximo 2%.

Água (V.4.2.3). No máximo 8%.

Cinzas totais (V.4.2.4). No máximo 8%.

DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE AMARGOR (IA)

Proceder à verificação a partir da solução referência de brucina. Lavar a boca com água potável e em seguida, com 10 ml da solução mais diluída (1:9.000.000), fazendo bochecho durante 10 segundos, lavando-se a boca em seguida com água potável. Decorridos 10 minutos, proceder da mesma forma que o anterior, até encontrar uma solução de sabor duvidosamente amargo e a seguinte de sabor distintamente amargo. Desta última solução, separar mais duas soluções, reduzindo-se as concentrações cada vez em 10% da anterior, localizando-se assim o limiar da sensação de amargor a limites mais ou menos reduzidos. Passados 10 minutos do ensaio com a solução de referência da brucina, testar as soluções de decocto como descrito acima. O cálculo do IA é feito, segundo a fórmula:

$$IA = \frac{DA}{DP} \times 100\,000$$

Em que

IA = índice de amargor;

DA = maior diluição da amostra que produziu sensação de amargor distinto;

DP = diluição do padrão de brucina no qual foi distinta a sensação de amargor.

Preparação das diluições por digestão: pesar 5 g da droga vegetal rasurada e colocar em erlenmeyer. Adicionar 100 ml de água destilada. Levar à ebulição por 15 minutos. Esfriar e filtrar para balão volumétrico de 100 ml e completar o volume com água. Transferir 20 ml dessa solução para balão volumétrico de 100 ml e completar o volume com água. A partir dessa solução preparar dez diluições com os seguintes títulos de 1 para 200, 400, 600, 800, 1 000, 2 500, 4 000, 5 000, 10 000 e 50 000.

Preparação da solução de referência: em um balão de 1 000 ml, adicionar 0,092 g de brucina cristalizada ($C_{23}H_{26}O_4N_2 \cdot H_2O$), 100 ml de etanol e completar o volume com água. Transferir 10 ml para balão volumétrico de 1 000 ml e completar o volume com água, obtendo uma diluição de 1:1 000 000. A partir dessa solução preparar nove diluições com títulos de 1 para 1 650 000, 2 050 000, 7 800 000 e 9 750 000. A amostra deve apresentar um IA de cerca de 31,3 para uma diluição de 1 000, comparando-se a brucina, cuja diluição é de 3 200 000.

DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE ESPUMA (IE)

Transferir cerca de 0,5 g da droga vegetal pulverizada, para erlenmeyer e adicionar 100 ml de água e ferver por 5 minutos. Adicionar algumas gotas de carbonato de sódio 0,2 M até pH 7,0. Resfriar, filtrar para balão volumétrico de 100 ml e completar o volume com água. Realizar diluições do decocto com água destilada nas proporções de 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70; 80; 90 e 100% em tubos de ensaio (16 x 160 mm). Agitar vigorosamente cada tubo por 15 segundos, deixando em repouso durante 15 minutos. Observar em qual tubo ocorrerá um anel de espuma com um mínimo de 1 cm de altura. Calcular o índice conforme a expressão:

$$IE = \frac{p \times 1\,000}{P \times V}$$

Em que:

p = peso da droga, sempre com valor de 1 g;

P = percentual da droga utilizada no preparo do extrato ou teor da planta no extrato em g;

V = volume do extrato no tubo de ensaio com espuma de 1 cm de altura (sem a diluição, ou seja, volume original em ml).

O IE para o decocto deve ser no mínimo de 220.

DOSEAMENTO

Óleos essenciais

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos essenciais* (V.4.2.6). Utilizar balão de 1 000 ml contendo 500 ml de água como líquido de destilação e 0,5 ml de xilol. Utilizar planta seca rasurada e não contundida. Proceder imediatamente à determinação do óleo essencial, a partir de 100 g da droga rasurada. Destilar por 4 horas.

Carquejol e acetato de carquejila

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* (V.2.17.5). Utilizar cromatógrafo provido de detector de ionização de chamas, utilizando mistura de nitrogênio-ar sintético-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, preenchida com polidifenildimetilsiloxano, com espessura do filme de 0,25 µm; temperatura da coluna de 60 °C a 300 °C, a 3 °C por minuto (total: 80 minutos), temperatura do injetor a 220 °C e temperatura do detector a 250 °C; utilizar hélio a pressão de 80 kpa como gás de arraste; fluxo do gás 1 ml/minuto.

Solução amostra: diluir o óleo essencial na razão de 2:100 em éter etílico.

Procedimento: injetar 1 µl desta solução no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. O carquejol deve apresentar tempo de retenção linear (Índice de Kóvats) de 1 173 e o acetato de carquejila 1 294. As concentrações relativas são obtidas por integração manual ou eletrônica.

Calcular o Índice de Kóvats (IK), segundo a expressão:

$$IK = 100 \times n + \frac{100 \times (tr_x - tr_2)}{(tr_{x+1} - tr_2)}$$

Em que

n = número de átomos de carbono do alcano de menor massa molecular;

tr_x = tempo de retenção do composto "x" (intermediário a tr_x e tr_{x+1});

tr_2 = tempo de retenção do alcano com "n" carbonos;

tr_{x+1} = tempo de retenção do alcano com "n+1" carbonos.

Flavonóides totais

Solução-mãe: pesar, exatamente, cerca de 0,4 g da droga pulverizada (800 µm) e colocar em balão de

fundo redondo de 100 ml. Acrescentar 1 ml de solução aquosa de metenamina SR, 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 balão volumétrico de 100 ml. Retornar o resíduo da droga e o algodão ao mesmo balão de fundo redondo, adicionar 20 ml de acetona. Aquecer a fervura sob refluxo, durante 10 minutos. Filtrar em algodão para o balão volumétrico de 100 ml. Repetir a operação retornando novamente o resíduo da droga e o algodão para o balão de fundo redondo, adicionar 20 ml de acetona e aquecer sob refluxo, durante 10 minutos. Filtrar para o mesmo balão volumétrico de 100 ml. Após resfriamento à temperatura ambiente ajustar o volume para 100 ml com acetona. Em funil de separação, tratar 20 ml desta solução com 20 ml de água e extrair com 15 ml de acetato de etila, repetindo-se por três vezes, com porções de 10 ml de acetato de etila. Reunir as fases de acetato de etila e lavá-las em funil de separação, com duas porções de 50 ml de água, transferindo a seguir a fase de acetato de etila para balão volumétrico de 50 ml, completando-se o volume com acetato de etila.

Solução amosta: transferir 10 ml da *solução-mãe* para balão volumétrico de 25 ml, adicionar 1 ml do

reagente de cloreto de alumínio SR e completar o volume com solução metanólica de ácido acético SR.

Solução branco: transferir 10 ml da *solução-mãe* para balão volumétrico de 25 ml e completar o volume com solução metanólica de ácido acético SR.

Medir a absorbância da solução amosta em 425 nm (V. 2.14-3) 30 minutos após o seu preparo, utilizando a *solução branco* para ajuste do zero. Calcular o teor de flavonóides totais, segundo a expressão:

$$Q = \frac{A \times 62\,500}{500 \times p \times (100 - Pd)}$$

Em que

A = absorvância medida;

p = peso da droga (g);

Pd = determinação de água (%).

O resultado é fornecido em percentual (p/p) de flavonóides calculados como quercetina (C₁₅H₁₀O₇).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipientes bem-fechados, ao abrigo da luz e calor.

XII.2. REAGENTES E SOLUÇÕES REAGENTES

Cloreto de alumínio SR

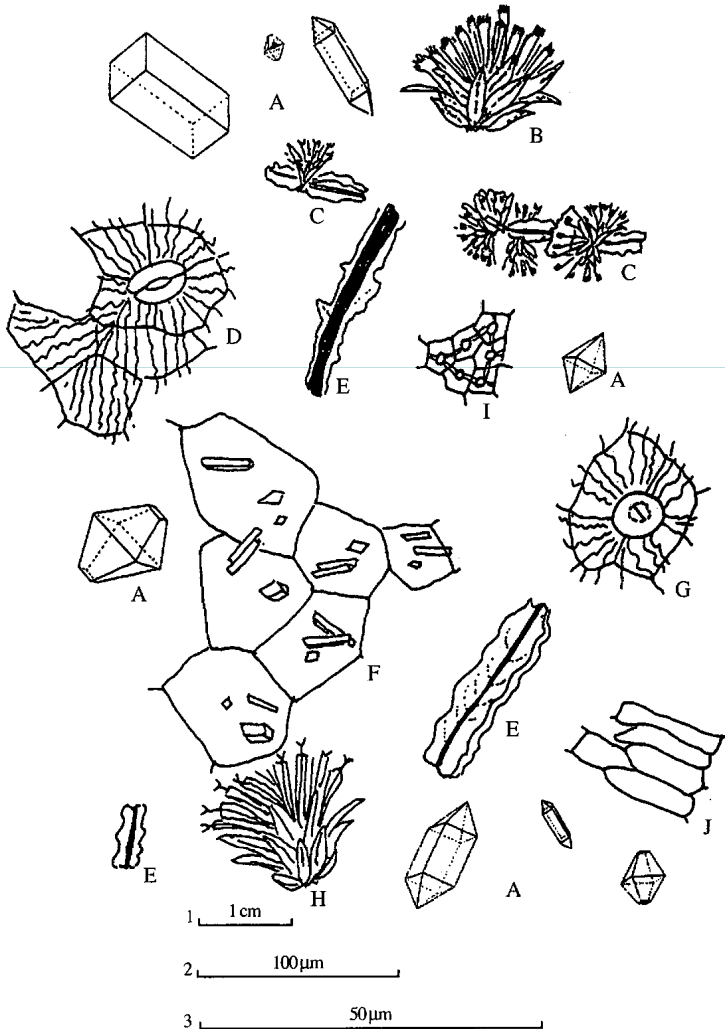
Preparação - Dissolver 2 g de cloreto de alumínio em 100 ml de metanol.

Solução metanólica de ácido acético SR

Preparação - Dissolver 5 ml de ácido acético em 100 ml de metanol.

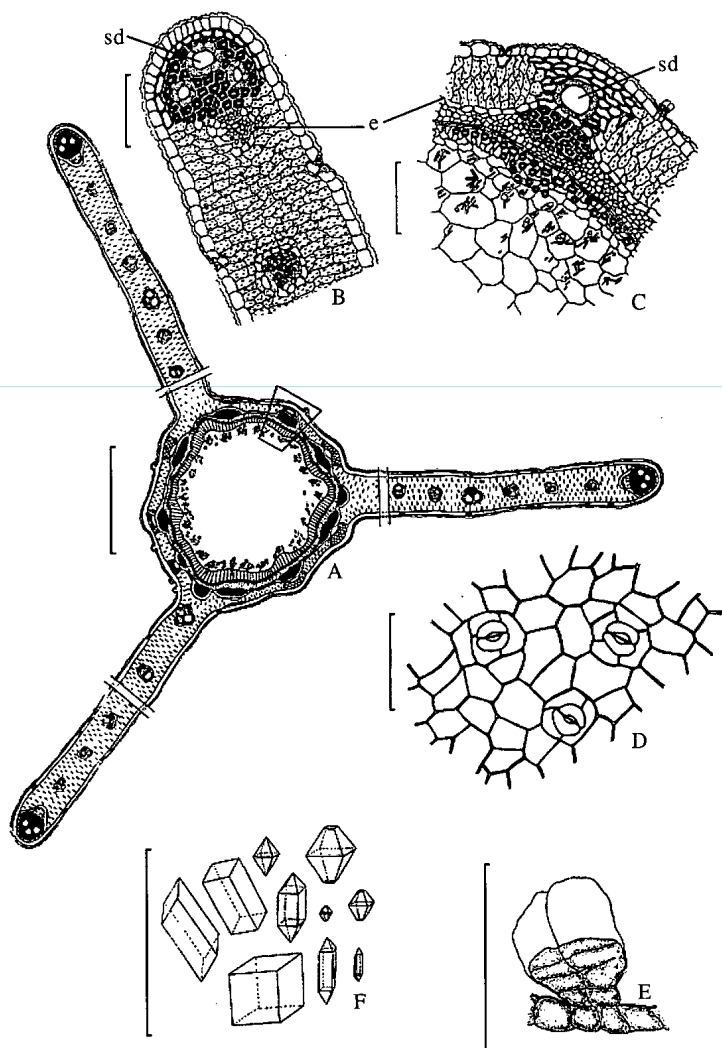
Metenamina SR

Preparação - Dissolver 0,5 g de metenamina em 100 ml de água.



Baccharis trimera - Carqueja

Figura 1: *Baccharis trimera* (Less.) DC. A. esquema representativo do caule com três alas, em secção transversal; B. detalhe da margem da ala; e: endoderme; sd: canal esquizógeno; C. detalhe de uma porção do caule em secção transversal, indicado em A; e: endoderme; sd: canal esquizógeno; D. detalhe da epiderme da ala com cutícula estriada e estômatos anisocíticos; E. tricoma glandular; F. cristais de oxalato de cálcio em forma de prismas octaédricos e prismas retangulares. As régua correspondem: 1 (B, C, D); 2 (A); 3 (E, F).



Baccharis trimera - Carqueja

Figura 2: Pó de *Baccharis trimera* (Less.) DC. A. cristais de oxalato de cálcio; B. capítulo de flores estaminadas; C. fragmento de caule alado com capítulo; D. porção de epiderme da ala; E. fragmento do caule; F. porção de parênquima medular com cristais; G. fragmento de epiderme com tricoma glandular, em vista frontal; H. capítulo de flores pistiladas; I. detalhe de fibras; J. fragmento de parênquima paliádico. As régua correspondem: 1 (B, C, H, E); 2 (D, F, G, I, J); 3 (A).