

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 parênquima 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 5,0 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 μ m 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 μ m 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. Neste 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, a qual apresenta externamente células contendo monocristais prismáticos. Gotas lipídicas ocorrem em todos os tecidos.

C. Descrição microscópica do pó

O pó atende 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 13,0 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 GF₂₅₄ (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 moída 5 mL de mistura de etanol 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 metanol e 1 mL de água, aquecer ligeiramente, se necessário.

Procedimento: aplicar na cromatoplaça, 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 abaixo estão representadas as zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.

Parte superior da placa	
Senosídeo A: zona de coloração castanho avermelhado	Zona de castanho avermelhado Zona de castanho avermelhado Zona de castanho avermelhado
Senosídeo B: zona de coloração castanho avermelhado	Zona de castanho avermelhado
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

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.

Resíduo 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) 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 metanol. Filtrar se necessário.

Procedimento: medir a absorvância da *Solução amostra* em 515 nm imediatamente após o seu preparo, utilizar metanol para ajuste do zero. Calcular o teor de derivados hidroxiantracênicos, calculado como senosídeo B, utilizando 240 como valor de absorvância específica, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\text{TSB} = \frac{A \times 0,781}{m}$$

em que,

TSB = derivados hidroxiantracênicos %;

A = absorvância medida para a *Solução amostra*; e

m = massa em gramas da amostra, considerando a determinação de água.

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.

Fase móvel (1): água e ácido trifluoracético (100:0,08).

Fase móvel (2): acetonitrila.

Tempo (minutos)	<i>Fase móvel (1) %</i>	<i>Fase móvel (2) %</i>	Sistema de eluição
0 – 12	86	14	isocrático
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	isocrático

Solução amostra: pesar, com exatidão, cerca de 0,2 g da droga seca e moída (180 µm) 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 $700 \times g$. 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.

Solução referência: dissolver 10 mg da mistura de senosídeo A SQR e senosídeo B SQR em 10 mL de metanol.

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 metanol, 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.

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 18,0 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 por 100 gramas da droga (%), considerando o teor de água.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

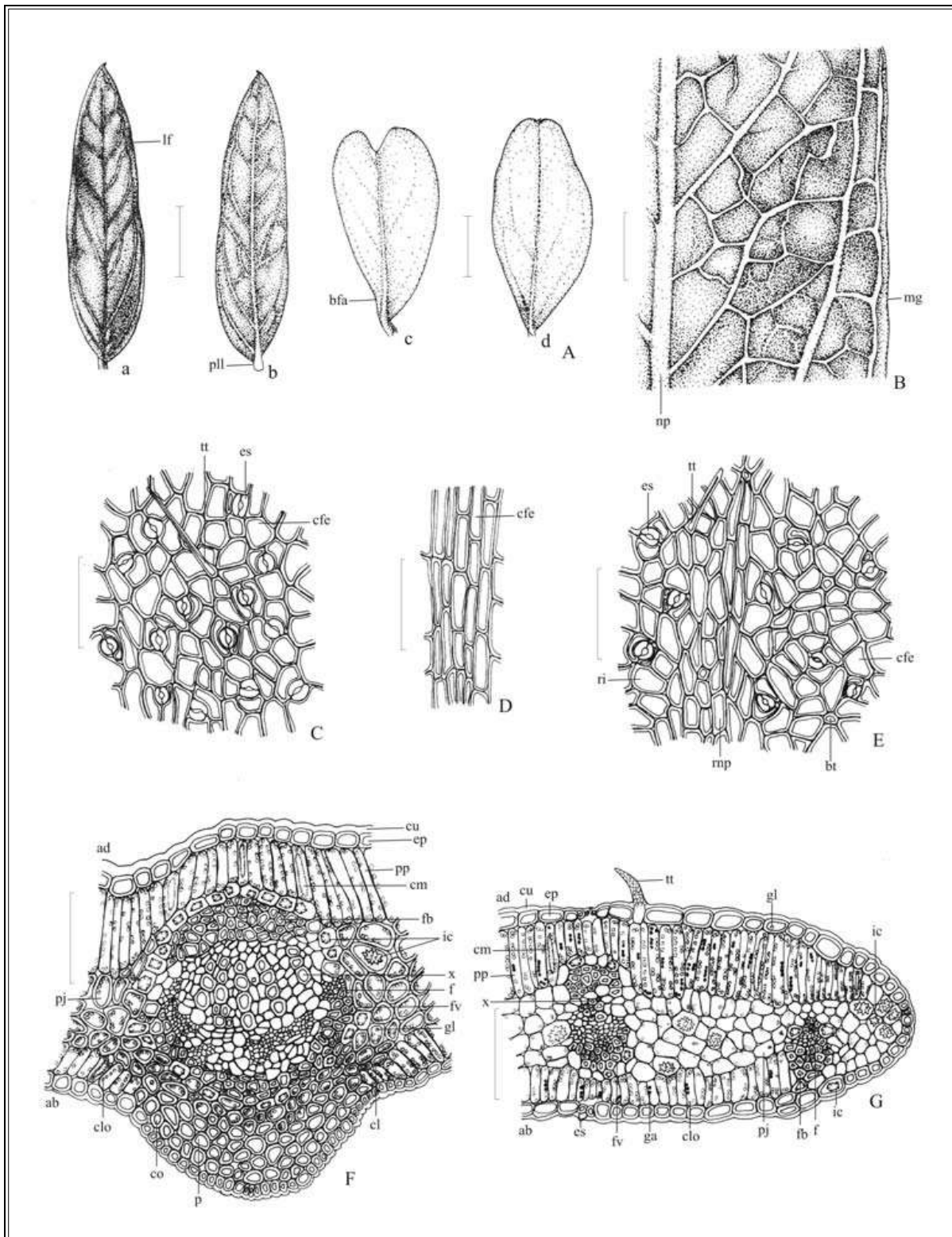


Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Senna alexandrina* Mill.

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 μ m.

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).

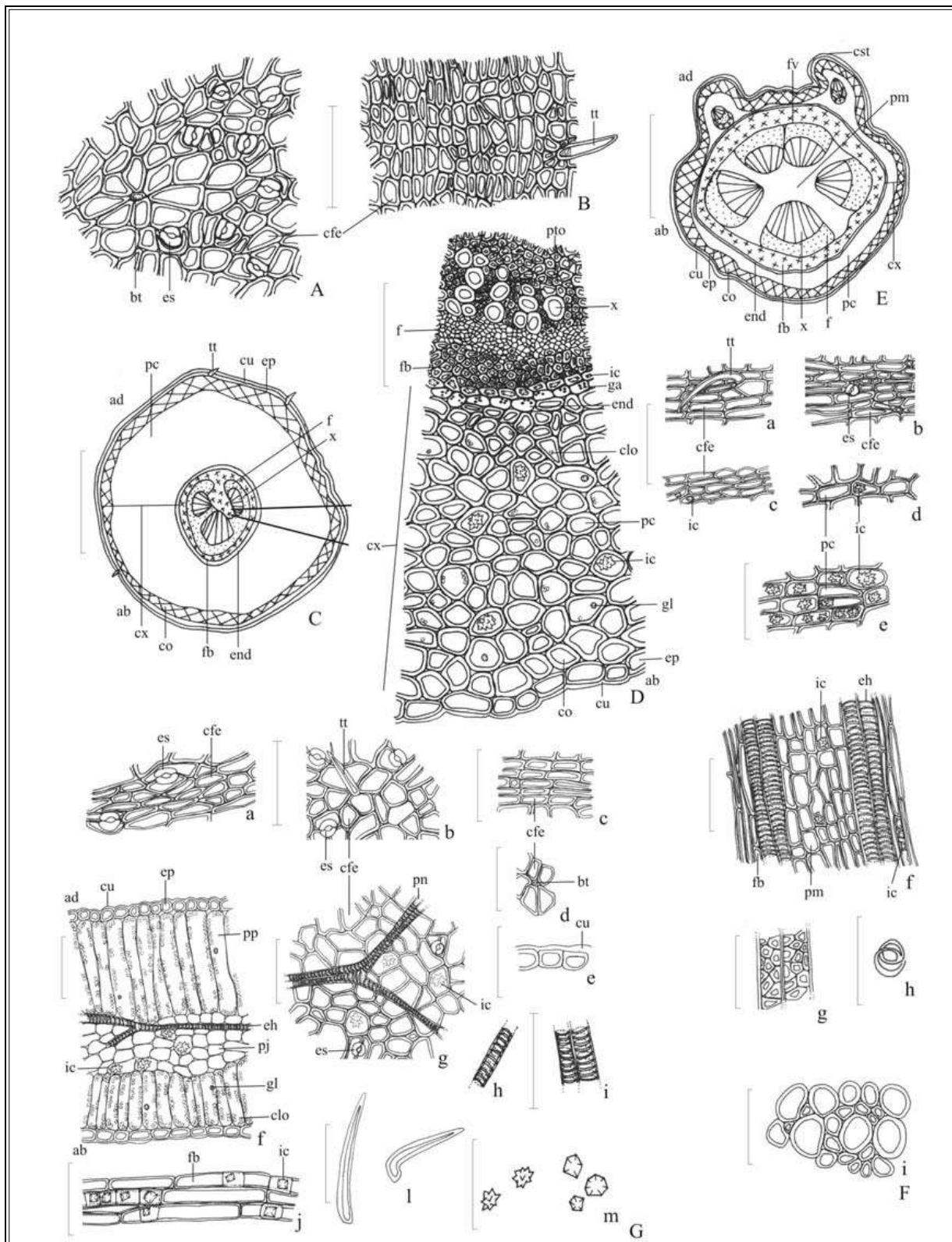


Figura 2 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Senna alexandrina* Mill.

As escalas correspondem em **A, B, D, F (a – i) e G (a – m)** a 100 µm; em **C e E** a 400 µm.