

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 libríformes e células parenquimáticas com cristais prismáticos (seta). **J** - células pétreas (seta).

## **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% de taninos totais e, no mínimo, 0,13% de catequina (C<sub>15</sub>H<sub>14</sub>O<sub>6</sub>, 290,27).

### PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação, ou maceração, utilizando etanol a 70,0% 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<sub>254</sub> (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 metanol.

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

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaça, 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 etanol e, em seguida, nebulizar com ácido clorídrico.

*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                        |  |
|--|--|
| Catequina: zona de coloração rósea-avermelhada | Zona de coloração rósea-avermelhada  |
|  | Zona de coloração rósea-avermelhada<br>Zona de coloração rósea-avermelhada |
| <i>Solução referência</i>                      | <i>Solução amostra</i>   |

## TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,0353 a 1,0704.

**Etanol (5.3.3.8.1).** 66% (v/v) a 70% (v/v).

**Metanol e 2-propanol (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 18% (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 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 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, 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:

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

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;

$m_2$  = massa em gramas de pirogalol.

## 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  $\mu$ m), mantida à temperatura de 23 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

*Fase móvel (1):* água e ácido fosfórico a 85% (99:1).

*Fase móvel (2):* metanol e ácido fosfórico a 85% (99:1).

| <b>Tempo (minutos)</b> | <b><i>Fase móvel (1)</i> (%)</b> | <b><i>Fase móvel (2)</i> (%)</b> | <b>Sistema de eluição</b> |
|------------------------|----------------------------------|----------------------------------|---------------------------|
| 0 - 15                 | 70 $\rightarrow$ 50              | 30 $\rightarrow$ 50              | gradiente linear          |
| 15 - 16                | 50 $\rightarrow$ 25              | 50 $\rightarrow$ 75              | gradiente linear          |
| 16 - 17                | 25 $\rightarrow$ 70              | 75 $\rightarrow$ 30              | gradiente linear          |
| 17 - 18                | 70                               | 30                               | isocrático                |

*Solução amostra:* pipetar 50  $\mu$ L do extrato fluido, transferir para um balão volumétrico de 10 mL e completar o volume com água. Filtrar em unidade filtrante de 0,45  $\mu$ m.

*Solução referência:* dissolver quantidade exatamente pesada de catequina em água, para obter solução a 7,56 µg/mL.

*Procedimento:* injetar, separadamente, 20 µL da *Solução padrão* 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:

$$TC = \frac{C_r \times A_a}{A_r \times m} \times FD \times 100$$

em que,

TC = teor de catequina % (p/p);

$C_r$  = concentração da *Solução referência* em g/mL;

$A_r$  = 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;

FD = fator de diluição (10).

## 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% de taninos totais e, no mínimo, 0,020% de catequina (C<sub>15</sub>H<sub>14</sub>O<sub>6</sub>, 290,27).

## PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 1:10 (p/v), por percolação ou maceração, utilizando etanol a 70,0% (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<sub>254</sub> (0,25 mm).

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