

Solubilidade. Praticamente insolúvel em água, solúvel em metanol, dioxana e piridina anidra, insolúvel em clorofórmio e éter etílico.

Constantes físico-químicas.

Poder rotatório específico (5.2.8): +32,0° a +35,5°, em relação à substância dessecada. Determinar em solução a 2% (p/v) em metanol.

IDENTIFICAÇÃO

A. O espectro de absorção no infravermelho (5.2.14) da amostra, previamente dessecada, dispersa em brometo de potássio, apresenta máximos de absorção somente nos mesmos comprimentos de onda e com as mesmas intensidades relativas daqueles observados no espectro de lanatosídeo C SQR, preparado de maneira idêntica.

B. A mancha principal do cromatograma da *Solução (2)*, obtida em *Substâncias relacionadas*, corresponde em posição, cor e intensidade àquela obtida com a *Solução (3)*.

C. Dissolver 0,5 mg da amostra em 0,2 mL de etanol a 60% (v/v). Adicionar 0,1 mL de ácido 3,5-dinitrobenzoico a 2% (p/v) em etanol e 0,1 mL de hidróxido de sódio 2 M. Desenvolve-se coloração violeta.

D. Dissolver 5 mg da amostra em 5 mL de ácido acético glacial e adicionar 0,05 mL de cloreto férrico SR. Adicionar, cuidadosamente, sem agitação, 2 mL de ácido sulfúrico. Deixar em repouso. Um anel castanho não-avermelhado se desenvolve na interface e uma coloração verde-amarelada que muda para azul-esverdeada se difunde a partir do anel.

ENSAIOS DE PUREZA

Aspecto da solução. A solução a 2% (p/v) em metanol é límpida (5.2.25) e incolor (5.2.12).

Substâncias relacionadas. Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada (5.2.17.1)*, utilizando sílica-gel G, como suporte, e mistura de tolueno, etanol, cloreto de metileno e água (60:30:20:1), como fase móvel. Aplicar, separadamente, à placa, 5 µL de cada uma das soluções, recentemente preparadas, descritas a seguir.

Solução (1): solução da amostra a 20 mg/mL em metanol.

Solução (2): solução da amostra a 2 mg/mL em metanol.

Solução (3): solução de lanatosídeo C SQR a 2 mg/mL em metanol.

Solução (4): solução de lanatosídeo C SQR a 0,3 mg/mL em metanol.

Solução (5): solução de lanatosídeo C SQR a 0,2 mg/mL em metanol.

Solução (6): solução de lanatosídeo C SQR a 0,1 mg/mL em metanol.

Desenvolver o cromatograma. Remover a placa, deixar secar ao ar. Nebulizar com ácido sulfúrico a 5% (v/v)

em etanol. No cromatograma obtido com a *Solução (1)*, nenhuma mancha secundária é mais intensa do que a mancha principal obtida no cromatograma com a *Solução (4)* (1,5%), não mais que três manchas secundárias são mais intensas do que a mancha principal obtida no cromatograma com a *Solução (6)* (0,5%); e não mais que uma destas manchas é mais intensa do que a mancha principal obtida com a *Solução (5)* (1,0%).

Perda por dessecação (5.2.9). Determinar em 0,5 g da amostra, em estufa a 105 °C, sob pressão reduzida, sobre pentóxido de fósforo, até peso constante. No máximo 7,5%.

Cinzas sulfatadas (5.2.10). Determinar em 0,1 g da amostra. No máximo 0,5%.

DOSEAMENTO

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível (5.2.14)*. Pesar, exatamente, cerca de 50 mg de amostra e dissolver em etanol. Diluir para 50 mL com o mesmo solvente. Diluir, sucessivamente, em etanol até concentração de 0,005% (p/v). Preparar solução padrão na mesma concentração, utilizando o mesmo solvente. A 5 mL de cada solução diluída, adicionar 3 mL de picrato de sódio alcalino SR e deixar em repouso, em banho de água, em temperatura entre 19 °C e 21 °C, por 40 minutos, ao abrigo da luz. Medir as absorvâncias das soluções em 484 nm, utilizando mistura de 5 mL de etanol e 3 mL de solução de picrato de sódio alcalino SR para ajuste do zero. Calcular o teor de C₄₉H₇₆O₂₀ na amostra a partir das leituras obtidas.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipientes de vidro bem fechados, protegidos da luz e estocados em temperatura inferior a 10 °C.

ROTULAGEM

Observar a legislação vigente.

CLASSE TERAPÊUTICA

Glicosídeo cardiotônico.

LARANJA-AMARGA
Aurantii amari exocarpium

Citrus aurantium L. subsp. *aurantium* – RUTACEAE

A droga vegetal é constituída por porções secas do exocarpo, correspondente ao flavedo do fruto maduro, isenta da maior parte do mesocarpo, que é o tecido branco esponjoso, correspondente ao albedo. Contém, no mínimo, 2,0% de óleo volátil.

SINONÍMIA CIENTÍFICA

Citrus aurantium L. subsp. *amara* (L.) Engler

CARACTERÍSTICAS

Características organolépticas. A droga tem odor forte, aromático, característico, e sabor aromático e muito amargo.

DESCRIÇÃO MACROSCÓPICA

O exocarpo consiste em porções irregulares de até 8,0 cm de comprimento e até 4,0 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.

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 destas, 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 deste parênquima ocorrem glândulas esquizolisígenas, circulares a ovóides, 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 neste 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 branciformes, com amplos espaços intercelulares e com poucos cristais e gotas lipídicas.

DESCRIÇÃO MICROSCÓPICA DO PÓ

O pó atende 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.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada (5.2.17.1)*, utilizando sílica-gel GF₂₅₄, com espessura de 250 µm, como suporte, e mistura de água, ácido fórmico e acetato de etila (10:15:75), como fase móvel. Aplicar, separadamente, à placa, em forma de banda, 20 µL da *Solução (1)* e 10 µL da *Solução (2)*, preparadas recentemente, como descrito a seguir.

Solução (1): adicionar a 1 g da droga moída (710 µm), 10 mL de metanol. Aquecer em banho-maria a, aproximadamente, 60 °C, por 10 minutos, agitando frequentemente. Esfriar e filtrar.

Solução (2): dissolver 1 µg de naringina e 10,0 µg de ácido cafeico em 1 mL de metanol.

Desenvolver o cromatograma. Remover a placa, deixar secar ao ar. Em seguida, nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR (Reagente Natural A) a 1% (p/v) em metanol e observar sob luz ultravioleta (365 nm). A mancha amarelo fluorescente obtida na parte mediana do cromatograma com a *Solução (1)*, com Rf de aproximadamente 0,6, corresponde em posição e coloração àquela obtida com a *Solução (2)*, referente à naringina. A mancha azul fluorescente claro obtida na parte superior próxima do fronte do cromatograma com a *Solução (1)*, com Rf de aproximadamente 0,9, corresponde em posição e coloração àquela obtida com a *Solução (2)*, referente ao ácido cafeico. Entre as manchas referentes à naringina e ao ácido cafeico, são obtidas duas manchas fluorescentes claras com a *Solução (1)*, sendo a mais próxima à naringina correspondente à hesperidina. Outras manchas

são observadas na metade inferior do cromatograma: de coloração amarelo fluorescente (R_f de aproximadamente 0,58), vermelho fluorescente (R_f de aproximadamente 0,5), e outras mais abaixo de coloração azul e laranja fluorescente.

ENSAIOS DE PUREZA

Água (5.2.20.2). Determinar em 20,0 g da amostra pulverizada (355 μm). No mínimo 10%.

Cinzas totais (5.4.2.4). No máximo 7,0%.

DOSEAMENTO

Óleos voláteis

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais (5.4.2.7)*. Utilizar balão de destilação. Adicionar 0,5 mL de água como líquido de destilação. Adicionar 0,5 mL de xileno pela abertura lateral k. Utilizar planta seca reduzida a pó (710 μm). Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil, a partir de 15 g da droga em pó. Destilar por 90 minutos.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente bem fechado, ao abrigo da luz, calor e umidade.

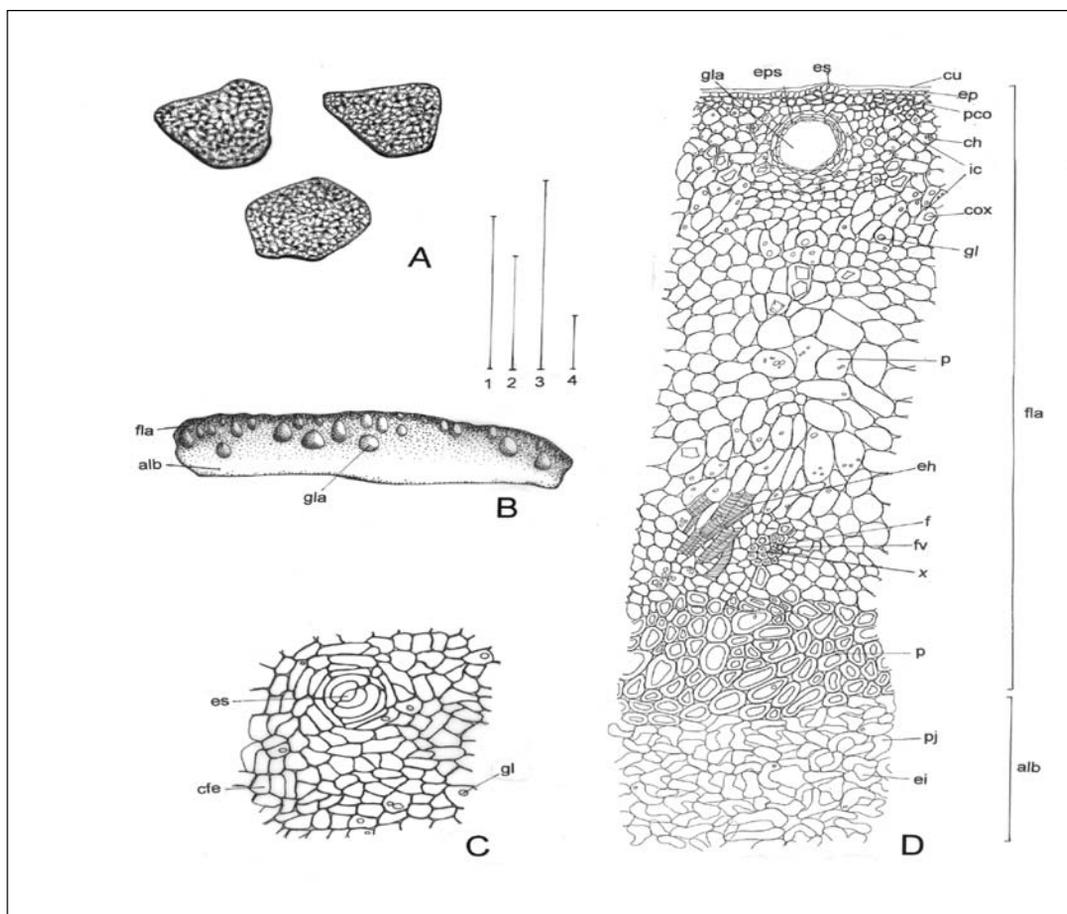


Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Citrus aurantium* L. subsp. *aurantium*

Complemento da legenda da **Figura 1**. 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 (fla); 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 (fla); feixe vascular (fv); gota lipídica (gl); glândula secretora (gla); idioblasto cristalífero (ic); parênquima (p); parênquima colenquimatoso (pco); parênquima esponjoso (pj); xilema (x).

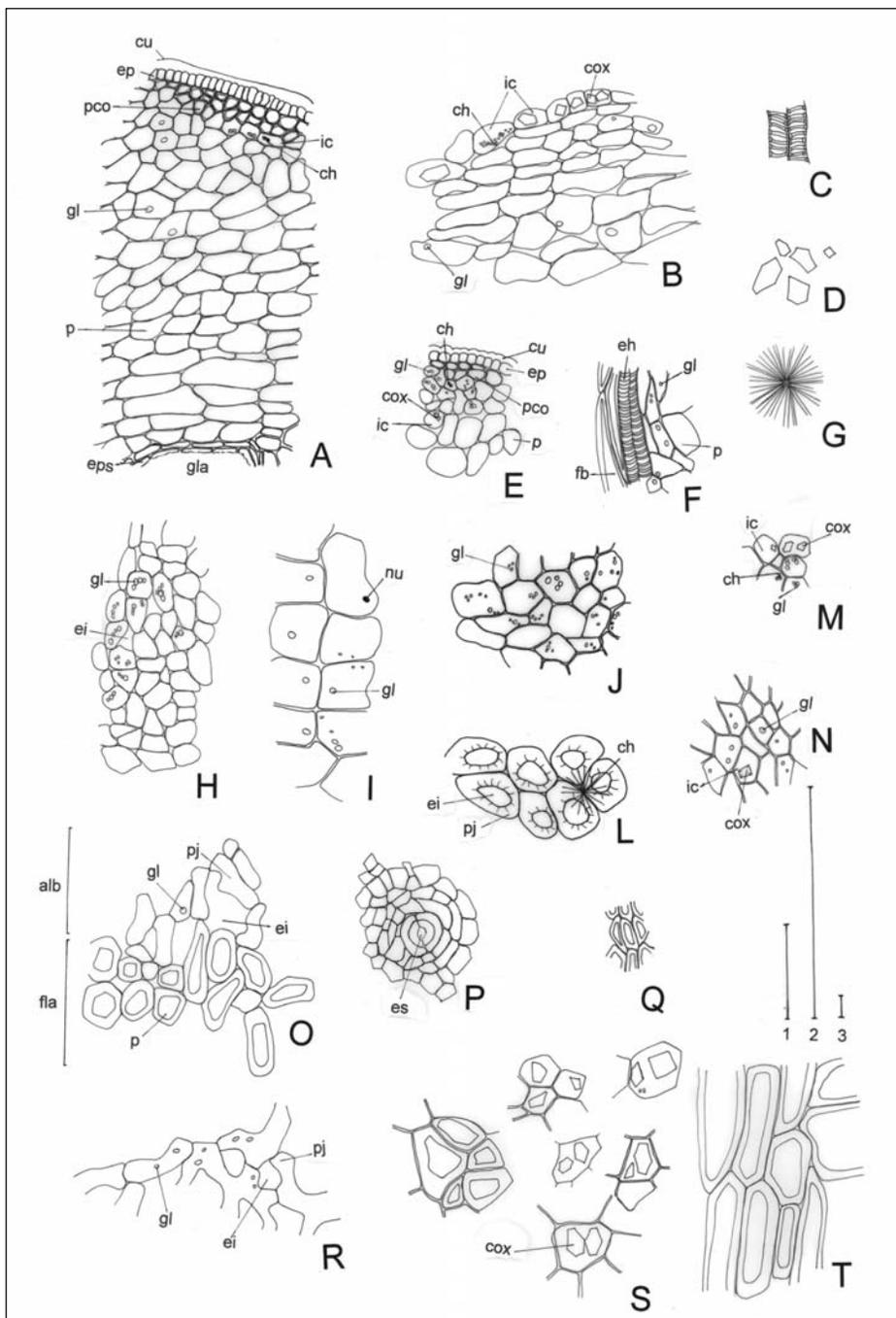


Figura 2 – Aspectos microscópicos do pó em *Citrus aurantium* L. subsp. *aurantium*

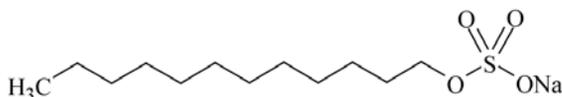
Complemento da legenda da **Figura 2**. As escalas correspondem em **A** até **G**, **I** até **O** e **R** até **T** a 100 μm (régua 1); em **H** e **P** a 100 μm (régua 2); em **Q** a 100 μm (régua 3).

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);

crystal 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 (fla); 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.

LAURILSULFATO DE SÓDIO

Natrii laurilsulfas



$C_{12}H_{25}NaO_4S$; 288,38

laurilsulfato de sódio; 05178

Sal de sódio do éster monododecílico do ácido sulfúrico (1:1)

[151-21-3]

O laurilsulfato de sódio é uma mistura de alquilsulfatos de sódio constituída principalmente pelo sal de sódio do éster monododecílico do ácido sulfúrico (1:1) - laurilsulfato de sódio. Contém, no mínimo, 85,0 % de alquilsulfatos de sódio, expressos em $C_{12}H_{25}NaO_4S$, em relação à substância dessecada. O teor total de cloreto de sódio e de sulfato de sódio é, no máximo, 8,0%.

DESCRIÇÃO

Características físicas. Pó ou cristal, branco ou ligeiramente amarelado. Leve odor característico.

Solubilidade. Facilmente solúvel em água formando solução ou mistura opalescente, pouco solúvel em etanol.

IDENTIFICAÇÃO

A. Dissolver 0,1 g da amostra em 10 mL de água e agitar. Forma-se espuma abundante.

B. Misturar 0,1 mL da solução obtida no teste **A.** de identificação com 0,1 mL de cloreto de metilónio a 0,1% (p/v) e 2 mL de ácido sulfúrico diluído. Acrescentar 2 mL de cloreto de metileno e agitar. Desenvolve-se coloração azul intensa na camada do cloreto de metileno.

C. Misturar cerca de 10 mg da amostra com 10 mL de etanol. Aquecer até ebulição em banho-maria, agitando frequentemente. Filtrar imediatamente e evaporar o etanol. Dissolver o resíduo em 8 mL de água, acrescentar 3 mL de ácido clorídrico SR, evaporar a solução até metade do seu volume e deixar esfriar. Separar por filtração os álcoois graxos solidificados. Ao filtrado acrescentar 1 mL de cloreto de bário a 6,1% (p/v). Forma-se precipitado branco cristalino.

D. Uma solução da amostra a 10% (p/v) responde às reações do íon sódio (5.3.1.1).

E. Uma solução da amostra a 10% (p/v) acidificada com ácido clorídrico e fervida brandamente durante 20 minutos responde às reações do íon sulfato (5.3.1.1).

ENSAIOS DE PUREZA

Alcalinidade. Pesar exatamente, cerca de 1 g da amostra e dissolver em 100 mL de água isenta de dióxido de carbono. Adicionar 0,1 mL de vermelho de fenol SI e titular com ácido clorídrico 0,1 M. Devem ser gastos, no máximo, 0,6 mL de ácido clorídrico 0,1 M.

Álcoois não esterificados. Pesar, exatamente, cerca de 10 g da amostra e dissolver em 100 mL de água, acrescentar 100 mL de etanol e extrair a solução três vezes com 50 mL de álcool *n*-amílico, de cada vez. Se necessário, adicionar cloreto de sódio para facilitar a separação das duas fases. Reunir as fases orgânicas e lavar três vezes com 50 mL de água, de cada vez. Eliminar a água da solução orgânica com sulfato de sódio anidro, filtrar e evaporar em banho de água até eliminar todo o solvente. Aquecer o resíduo a 105 °C durante 15 min e arrefecer. A massa do resíduo deve ser de, no máximo, 4%.

Álcoois totais. Pesar, exatamente, cerca de 5g da amostra para um frasco de Kjeldahl de 800 mL. Adicionar 150 mL de água, 50 mL de ácido clorídrico e algumas pérolas de ebulição. Acoplar o frasco de Kjeldahl em um condensador de refluxo. Aquecer cuidadosamente para evitar formação excessiva de espuma e ferver por 4 horas. Arrefecer, lavar o condensador com éter etílico, coletando o éter etílico para o frasco, e transferir o conteúdo para um funil de separação. Lavar o frasco duas vezes com éter etílico e adicionar as lavagens ao funil de separação. Extrair a solução com duas porções de 75 mL de éter etílico. Em um béquer previamente pesado, reunir os extratos combinados de éter, evaporar em banho-maria e secar o resíduo a 105 °C por 30 minutos. Resfriar e pesar. O resíduo representa o total de álcoois. A massa do resíduo deve ser de, no mínimo, 59,0% da massa de amostra utilizada.

Cloreto de sódio. Pesar exatamente, cerca de 0,5 g da amostra e dissolver em 50 mL de água. Adicionar ácido nítrico diluído (1:20), gota a gota, até a solução apresentar-se neutra ao papel tornassol. Adicionar 2 mL de cromato de potássio SR e titular com nitrato de prata 0,1 M SV. Cada mL de nitrato de prata 0,1 M SV equivale a 5,844 mg de cloreto de sódio.

Sulfato de sódio. Pesar, exatamente, cerca de 1 g de amostra e transferir para um béquer de 250 mL. Adicionar 35 mL de água, aquecer para dissolver. Acrescentar à solução aquecida 2 mL de ácido nítrico M, misturar e adicionar 50 mL de etanol. Aquecer a solução até a fervura. Adicionar lentamente, sob agitação, 10 mL de solução de nitrato de chumbo a 3,31% (p/v). Cobrir o béquer com vidro de relógio, ferver brandamente por 5 minutos e