

**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 C<sub>49</sub>H<sub>76</sub>O<sub>20</sub> 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 GF<sub>254</sub>, 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  $\mu\text{m}$ ). No mínimo 10%.

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

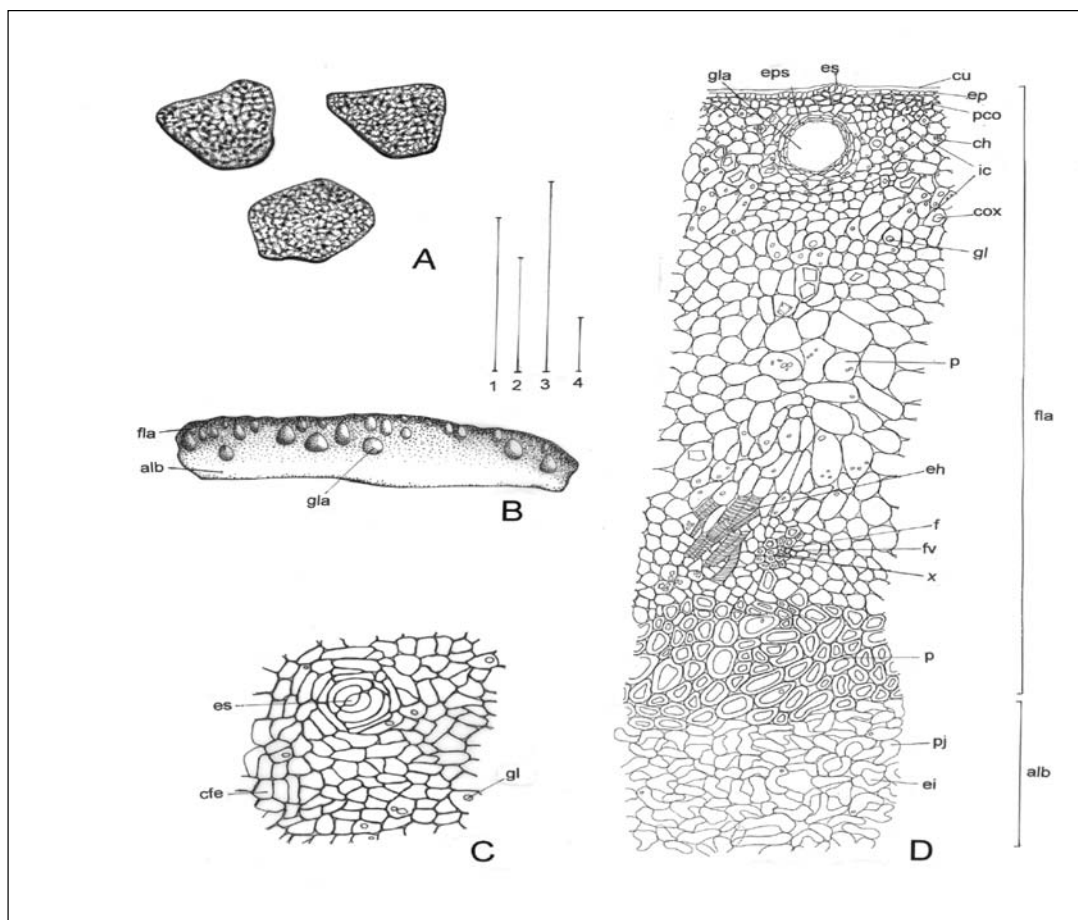
#### DOSEAMENTO

##### 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  $\mu\text{m}$ ). Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil, a partir de 15 g da droga em pó. Destilar por 90 minutos.

#### EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

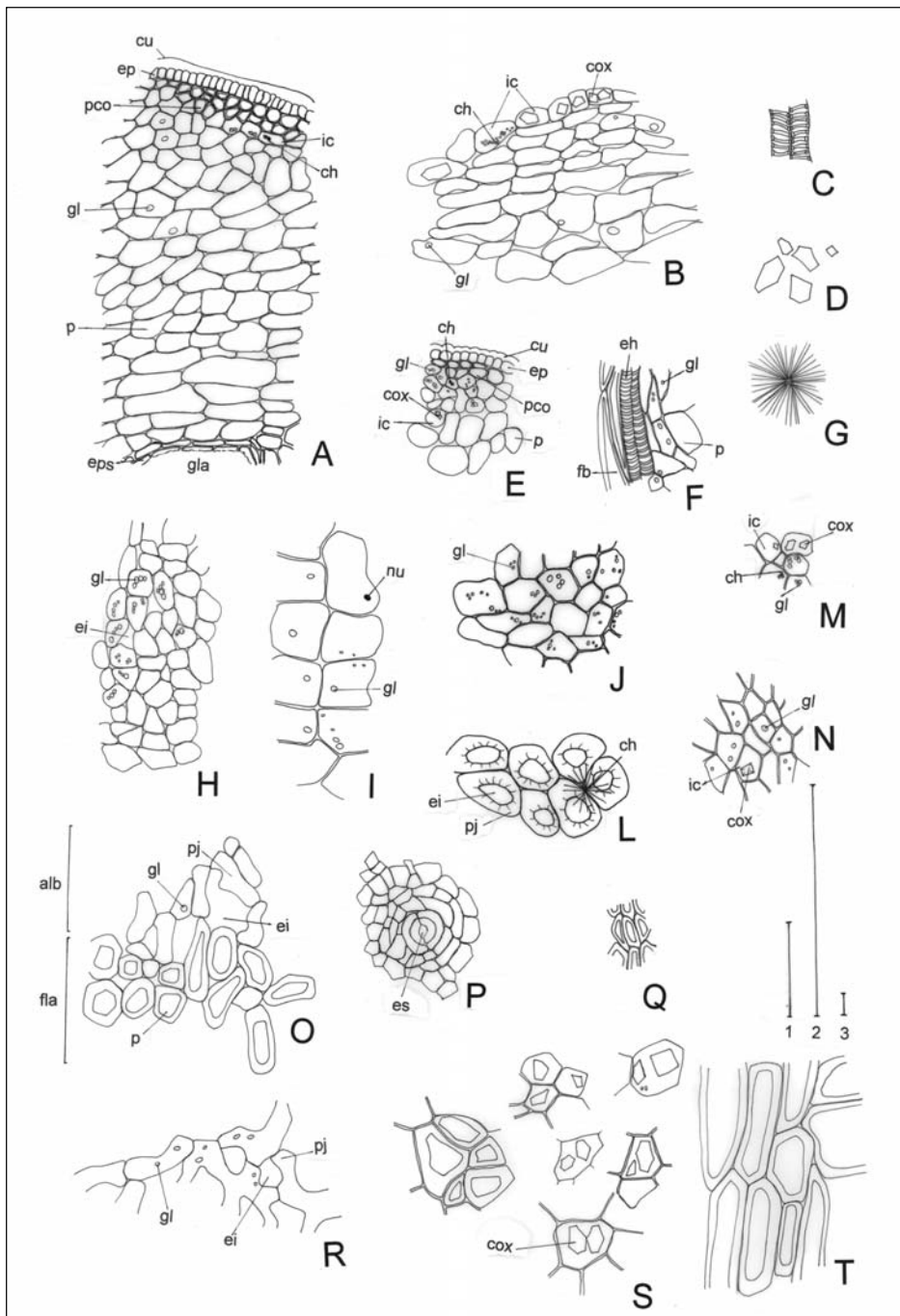
Em recipiente bem fechado, ao abrigo da luz, calor e umidade.



**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  $\mu\text{m}$  (régua 3); em **D** a 100  $\mu\text{m}$  (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*

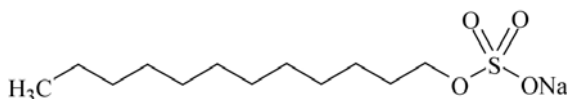
Complemento da legenda da **Figura 2**. As escalas correspondem em **A** até **G**, **I** até **O** e **R** até **T** a 100  $\mu\text{m}$  (régua 1); em **H** e **P** a 100  $\mu\text{m}$  (régua 2); em **Q** a 100  $\mu\text{m}$  (régua 3).

**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 (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