

*Temperatura:*

	Tempo (minutos)	Temperatura (°C)
Coluna	0 – 65	50 → 180
Injetor		230
Detector		230

*Solução amostra:* dissolver 0,02 g da amostra em pentano e completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente.

*Solução referência:* dissolver 10 µL de linalol e 5 mg de borneol em pentano e completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente.

*Procedimento:* injetar volume de 1,0 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:30.

*Adequabilidade do sistema*

*Resolução entre picos:* *Solução referência*, mínimo 5,5 entre os picos referentes ao (*R*)-linalol (1º pico) e (*S*)-linalol (2º pico) e, no mínimo, 2,9 entre os picos do (*S*)-linalol e borneol (3º pico).

*Limite:* no máximo 14% de (*R*)-linalol. Calcular o teor de (*R*)-linalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\text{TRL} = \frac{A_R}{A_S + A_R} \times 100$$

em que,

TRL = teor de (*R*)-linalol %;

$A_S$  = área sob o pico correspondente ao (*S*)-linalol; e

$A_R$  = área sob o pico correspondente ao (*R*)-linalol.

## EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

### **CRATEGO, extrato fluido** *Crataegi extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de ramos floridos secos de *Crataegus monogyna* Jacq., *Crataegus rhipidophylla* Gand. (syn. *C. oxyacantha* L., nom. rej.) *Crataegus laevigata* (Poir.) DC., *Crataegus pentagyna* Waldst. & Kit. ex Willd., *Crataegus nigra* Waldst. & Kit. e *Crataegus azarolus* L., ou de híbridos entre elas, contendo, no mínimo, 0,8% de flavonoides totais, expressos como hiperosídeo (C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>O<sub>12</sub>, 464,38).

## 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 de coloração verde escuro, com odor característico.

## 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, água, ácido acético e ácido fórmico (100:26:11:11).

*Solução amostra*: secar 1,0 mL do extrato fluido até resíduo, em banho-maria, em temperatura não superior a 60°C. Suspender o resíduo em 2 mL de metanol, filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência (1)*: dissolver uma quantidade pesada, com exatidão, de ácido clorogênico em metanol, para obter a concentração de 100 µg/mL.

*Solução referência (2)*: dissolver uma quantidade pesada, com exatidão, de hiperosídeo em metanol, para obter a concentração de 250 µg/mL.

*Procedimento*: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra*, 20 µL da *Solução referência (1)* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa difenilborato de aminoetanol SR, e a seguir com solução de macrogol 400 (PEG) a 5% (p/v) em etanol. Aquecer entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente 5 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: no esquema abaixo estão representadas as zonas obtidas com a *Solução amostra*, *Solução referência (1)* e *Solução referência (2)*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.

Parte superior da placa	
Hiperosídeo: zona de fluorescência laranja	Zona de fluorescência laranja
Ácido clorogênico: zona de fluorescência azul	Zona de fluorescência azul
Rutina: zona de fluorescência laranja	Zona de fluorescência verde
<b>Solução referência</b>	<b>Solução amostra</b>

## TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,0092 a 1,0771.

**Etanol (5.3.3.8.1). Método II.** 61 % (v/v) a 64 % (v/v).

**Metanol e 2-propanol (5.4.2.2.1).** No máximo 0,05% (v/v) de metanol e, no máximo, 0,05% (vv/) de 2-propanol.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 8,50 % (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

### Flavonoides totais

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível (5.2.14)*. Preparar soluções como descrito a seguir.

*Solução reagente:* ácido bórico a 2,5% (p/v) e ácido oxálico a 2% (p/v) em ácido fórmico anidro. Solubilizar, com aquecimento e agitação, em capela de exaustão.

*Solução estoque:* em um balão volumétrico 100 mL, adicionar 0,5 mL de extrato fluido de cratego e completar o volume com etanol a 60%.

*Solução amostra*: transferir 5 mL da *Solução estoque* para um balão de fundo redondo de 50 mL e secar em evaporador rotativo, em temperatura não superior a 60 °C. Solubilizar o resíduo em 8 mL de uma mistura de metanol e ácido acético (10:100) e transferir para um balão volumétrico de 25 mL. Lavar o balão de fundo redondo com 3 mL da mistura de metanol e ácido acético (10:100) e adicionar ao balão volumétrico de 25 mL. Acrescentar 10 mL da *Solução reagente*. Levar ao banho de gelo por 10 minutos, não permitindo o congelamento da solução. Completar o volume com ácido acético glacial. Colocar o balão imediatamente em banho de gelo e retirar 10 minutos antes da leitura no espectrofotômetro.

*Solução branco*: transferir 5 mL da *Solução estoque* para um balão de fundo redondo de 50 mL e secar em evaporador rotativo, em temperatura não superior a 60 °C. Solubilizar o resíduo em 8 mL da mistura de metanol e ácido acético (10:100) e transferir para um balão volumétrico de 25 mL. Lavar o balão de fundo redondo com 3 mL da mistura de metanol e ácido acético (10:100) e adicionar ao balão volumétrico de 25 mL. Acrescentar 10 mL de ácido fórmico anidro. Levar ao banho de gelo por 10 minutos, não permitindo o congelamento da solução. Completar o volume com ácido acético glacial. Colocar o balão imediatamente em banho de gelo e retirar 10 minutos antes da leitura no espectrofotômetro.

*Procedimento*: medir a absorvância da *Solução amostra* em 410 nm, após exatamente 30 minutos, utilizando a *Solução branco*, para ajuste do zero. Calcular o teor de flavonoides totais expresso em hiperosídeo, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\text{TFT} = \frac{A \times 1,235}{m}$$

em que,

TFT = teor de flavonoides totais expresso em hiperosídeo % (p/p);

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

m = massa em gramas do extrato fluido de cratego, determinado a partir da densidade.

## EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

## **CRAVO-DA-ÍNDIA, botão floral** *Caryophylli flos*

A droga vegetal consiste de botões florais secos de *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & L.M.Perry, contendo, no mínimo, 15% de óleo volátil.

## CARACTERÍSTICAS

Os botões florais possuem odor forte, aromático e característico; os botões exsudam óleo ao serem pressionados.