

CAPIM-LIMÃO, óleo
Cymbopogonis citrati aetheroleum

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de folhas frescas de *Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf, contendo, no mínimo, 60% de citral A (*trans*-citral ou geranial) e citral B (*cis*-citral ou neral).

CARACTERÍSTICAS

Líquido amarelo pálido, com odor de citronela.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* (5.2.17.1).

Fase estacionária: cromatoplaça de sílica-gel GF₂₅₄.

Fase móvel: acetato de etila e tolueno (7:93).

Solução amostra: diluir 2 µL da amostra a ser examinada em 1 mL de tolueno.

Solução referência: diluir 2 µL de citral em 1 mL de tolueno.

Revelador: dissolver 1 g de vanilina em 100 mL de metanol. Adicionar 4 mL de ácido clorídrico e 5 mL de ácido sulfúrico e homogeneizar.

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 cromatoplaça e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante 5 a 10 minutos.

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	
Citral: zona de fluorescência azul escura	Zona de fluorescência azul escura
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

TESTES

Densidade relativa (5.2.29.1). 0,875 a 0,930.

Índice de refração (5.2.29.4). 1,480 a 1,493.

Poder rotatório (5.2.29.5). $-3,10^\circ$ a $-1,10^\circ$.

Perfil cromatográfico. Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás (5.2.17.5)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com polidifenildimetilsiloxano, com espessura de filme de 0,25 μm . Utilizar nitrogênio ultrapuro como gás de arraste (1 mL/minuto).

Temperatura:

	Tempo (minutos)	Temperatura ($^\circ\text{C}$)
Coluna	0 – 63,3	60 \rightarrow 250
Injetor		220
Detector		250

Solução amostra: diluir 5 μL do óleo volátil de capim-limão em 1 mL de *n*-hexano.

Solução referência: diluir 1 μL de citral em 1 mL de *n*-hexano.

Procedimento: injetar volume de 1 μL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia à gás acoplada a detector seletivo de massas operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama.

Adequabilidade do sistema

Resolução entre picos: *Solução referência*, mínimo 3 entre os picos referentes ao citral B e citral A.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra* verificar a presença dos componentes conforme segue: soma das porcentagens dos compostos citral A (*trans*-citral) e citral B (*cis*-citral), mínimo de 60%.

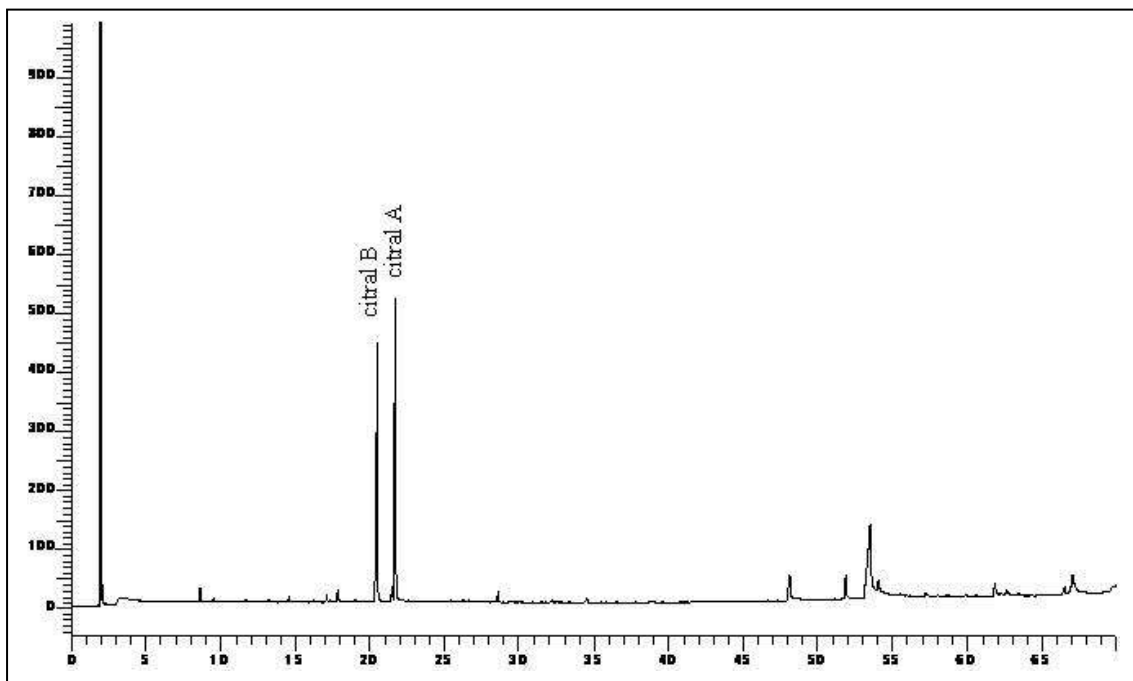


Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf, por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

CÁSCARA-SAGRADA, casca *Rhamni purshianae cortex*

A droga vegetal é constituída de cascas secas de caules e ramos de *Frangula purshiana* (DC.) A. Gray, contendo, no mínimo, 8% de glicosídeos hidroxiantracênicos, dos quais, no mínimo, 60% são cascarosídeos, expressos como cascarosídeo A ($C_{27}H_{32}O_{14}$, 580,54).

SINONÍMIA CIENTÍFICA

Rhamnus purshiana DC.

IDENTIFICAÇÃO

A. Descrição macroscópica

Peças achatadas ou transversalmente acanaladas, ocasionalmente em rolos de comprimento variável, de 1-5 mm de espessura, de comprimento e largura variáveis, às vezes partidas em fragmentos pequenos, achatados e quase uniformes. Superfície externa quase lisa, marrom-púrpura escura, com estreitas costelas longitudinais e lenticelas transversais esparsas, alongadas e espaçadas, coberta com

placas acinzentadas ou esbranquiçadas de líquens, eventualmente de musgos ou hepáticas. Superfície interna amarela a marrom-avermelhada, com estrias longitudinais. Fratura breve e granular na parte externa, algo fibrosa na parte interna.

B. Descrição microscópica

A secção transversal do córtex, apresenta externamente, periderme de coloração pardo-amarelada a pardo-avermelhada, constituída por 10 ou mais camadas de súber com células pequenas, retangulares, de paredes levemente espessas. O felogênio e a feloderme, quando presentes, formam poucas camadas de células com paredes finas e conteúdo claro. Adjacente à periderme, ocorrem externamente poucas camadas de células colenquimáticas seguidas por uma região parenquimática. O parênquima cortical apresenta células alongadas tangencialmente e cristais de oxalato de cálcio na forma de drusas e cristais prismáticos. Na região mediana do córtex se encontram grupos de 20 a 50 esclereídes (células pétreas), estes tangencialmente alongados, rodeados por uma bainha parenquimática com prismas monoclinicos ou drusas de oxalato de cálcio; raios floemáticos de 1 a 4 células de largura e 15 a 25 (até mais de 30) células no comprimento, com frequência dispostos em forma diagonal ou curvada e que convergem na região do floema externo; fibras floemáticas em feixes pequenos, rodeadas por uma bainha parenquimática com prismas monoclinicos de oxalato de cálcio, estão situadas entre os raios do floema. O parênquima, com paredes de coloração parda, contém grãos de amido e cristais de oxalato de cálcio.

C. descrição microscópica do pó

O pó atende todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração marrom-amarelada a marrom-avermelhada; numerosos grupos de fibras em vista longitudinal, de 0,95 a 1,1 mm de comprimento e 16 a 24 μm de largura, cada um circundado por uma bainha parenquimática com cristais prismáticos de oxalato de cálcio; grupos densos de células pétreas, cujas células individuais são pequenas, arredondadas ou alongadas ou estreladas, de paredes espessas com pontoações simples a ramificadas e lúmen bem aparente; fibras individuais estreitas, com paredes grossas, lignificadas e não lamelares, com pontoações simples, lúmen pequeno, frequentemente inconspícuo; grupos de células pétreas rodeadas por idioblastos com cristais prismáticos de oxalato de cálcio; fragmentos de súber com coloração entre pardo-avermelhado e amarelo; fragmentos de parênquima e células de raios do floema que se colorem de pardo-avermelhado a alaranjado ao agregar uma solução alcalina forte; grãos de amido esferoidais, de até 8 μm de diâmetro; oxalato de cálcio em prismas monoclinicos ou drusas de 6 a 20 μm de diâmetro, ocasionalmente até 45 μm de diâmetro; fragmentos de parênquima contendo grãos de amido e cristais de oxalato de cálcio; fragmentos ocasionais de hepáticas, consistindo de células arredondadas dispostas em única camada, com células irregularmente engrossadas e fragmentos de musgos constituídos por pequenas células alongadas, de paredes estreitas, geralmente em única camada ou, ocasionalmente, em duas ou três.

D. Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* (5.2.17.1).

Fase estacionária: sílica-gel F₂₅₄, com espessura de 250 μm .

Fase móvel: acetato de etila, metanol e água (100:17:13).

Solução amostra: pesar 0,5 g da droga vegetal e adicionar 5 mL de etanol a 70%. Aquecer em banho-maria durante 15 minutos. Filtrar a amostra. Evaporar em banho-maria até securo, com temperatura máxima de 60 °C. Suspender o resíduo em 2 mL de metanol

Solução referência (1): dissolver uma quantidade exatamente pesada de aloína em metanol, para obter a concentração de 1 mg/mL.

Solução referência (2): dissolver uma quantidade exatamente pesada de emodina em metanol, para obter a concentração de 1 mg/mL.

Procedimento: aplicar na cromatoplaça, 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 placa e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de hidróxido de potássio a 5% (p/v) em etanol. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Aquecer a cromatoplaça entre 100 °C e 105 °C durante 5 minutos. Examinar sob a luz visível.

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

Parte superior da placa	
Emodina: zona de coloração vermelha	Zona de coloração vermelha
Aloína: zona de coloração amarela	Zona de coloração amarela Zonas de colorações amarelas
<i>Soluções referência</i>	<i>Solução amostra</i>

TESTES

Metais pesados (5.4.5). Cumpre o teste.

Matéria estranha (5.4.1.3). No máximo 1%.

Perda por dessecação (5.4.2.2.3). *Método gravimétrico*. No máximo 10%.

Cinzas totais (5.4.1.5.1). No máximo 7%.

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.

Aflatoxinas (5.4.4). Cumpre o teste.

Resíduos de agrotóxicos (5.4.3). Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

Solução estoque: pesar, com exatidão, cerca de 1,0 g de droga vegetal, adicionar 100 mL de água fervente e deixar em contato durante 5 minutos. Transferir a mistura para um balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com água destilada. Filtrar a amostra, descartando os primeiros 20 mL. Transferir 10 mL do filtrado para um funil de separação e adicionar 0,1 mL de ácido clorídrico 1 M. Extrair com 20 mL de uma mistura de hexano e éter etílico (3:1). Repetir a extração duas vezes. Após separar as fases, reservar a fase aquosa. Lavar a fase orgânica com 5 mL de água. Descartar a fase orgânica e reunir a fase aquosa com as águas de lavagem. Extrair a fase aquosa com 30 mL de acetato de etila saturado com água, preparado no momento da análise (150 mL de acetato de etila e 15 mL de água, misturados durante 3 minutos). Repetir a extração quatro vezes. Reunir as frações orgânicas obtidas com o acetato de etila. Utilizar a fase aquosa para o doseamento de cascarosídeos e a fase orgânica para o doseamento de glicosídeos hidroxiantracênicos sem os cascarosídeos.

Glicosídeos hidroxiantracênicos sem os cascarosídeos

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

Solução amostra: transferir a fase orgânica para uma cápsula de porcelana. Evaporar em banho-maria até resíduo. Dissolver o resíduo em 0,3 a 0,5 mL de metanol e transferir para um balão volumétrico de 50 mL. Lavar a cápsula com água quente e transferir os resíduos para o balão volumétrico de 50 mL. Diluir com água. Em seguida, transferir 20 mL da solução para um balão de fundo redondo de 100 mL, adicionar 2 g de cloreto férrico hexaidratado e 12 mL de ácido clorídrico. Aquecer a mistura sob refluxo durante 4 horas. Após o resfriamento transferir a solução para um funil de separação. Lavar o balão com 3 a 4 mL de hidróxido de sódio 1 M, em seguida, com 3 a 4 mL de água. Transferir a água de lavagem para o funil de separação. Extrair com 30 mL de uma mistura de hexano e éter etílico (3:1). Repetir a extração três vezes. Transferir a fase orgânica para outro funil de separação e lavá-la, duas vezes, utilizando 10 mL de água em cada lavagem. Descartar a fase aquosa. Após esse procedimento diluir a fase orgânica para 100 mL com a mistura de hexano e éter etílico (3:1). Em seguida, transferir 20 mL e evaporar até resíduo em banho-maria. Dissolver o resíduo com 10 mL de uma solução de acetato de magnésio 5 g/L em metanol.

Procedimento: medir a absorvância em 440 nm e em 515 nm. Utilizar metanol para ajuste do zero. A razão entre os valores de absorvância em 515 nm e em 440 nm, menor que 2,4, invalida o ensaio. Calcular o teor de glicosídeos hidroxiantracênicos sem cascarosídeos (HAC), em porcentagem, segundo a expressão:

$$\text{THAC} = \frac{A \times 6,95}{m}$$

em que,

THAC = teor de glicosídeos hidroxiantracênicos sem cascarosídeo % (p/p);

A = absorvância medida em 515 nm; e

m = massa em gramas da amostra, considerando a perda por dessecação.

Cascarosídeos

Solução amostra: diluir a fase aquosa para um balão volumétrico de 50 mL com água. Utilizar 20 mL dessa solução.

Procedimento: medir a absorvância em 440 nm e em 515 nm. Utilizar metanol para ajuste do zero. A razão entre os valores de absorvância em 515 nm e em 440 nm, menor que 2,4, invalida o ensaio. Calcular o teor de cascarosídeos, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TC = \frac{A \times 6,95}{m}$$

em que,

TC = teor de cascarosídeos % (p/p);

A = absorvância medida em 515 nm; e

m = massa em gramas da amostra, considerando a perda por dessecação.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

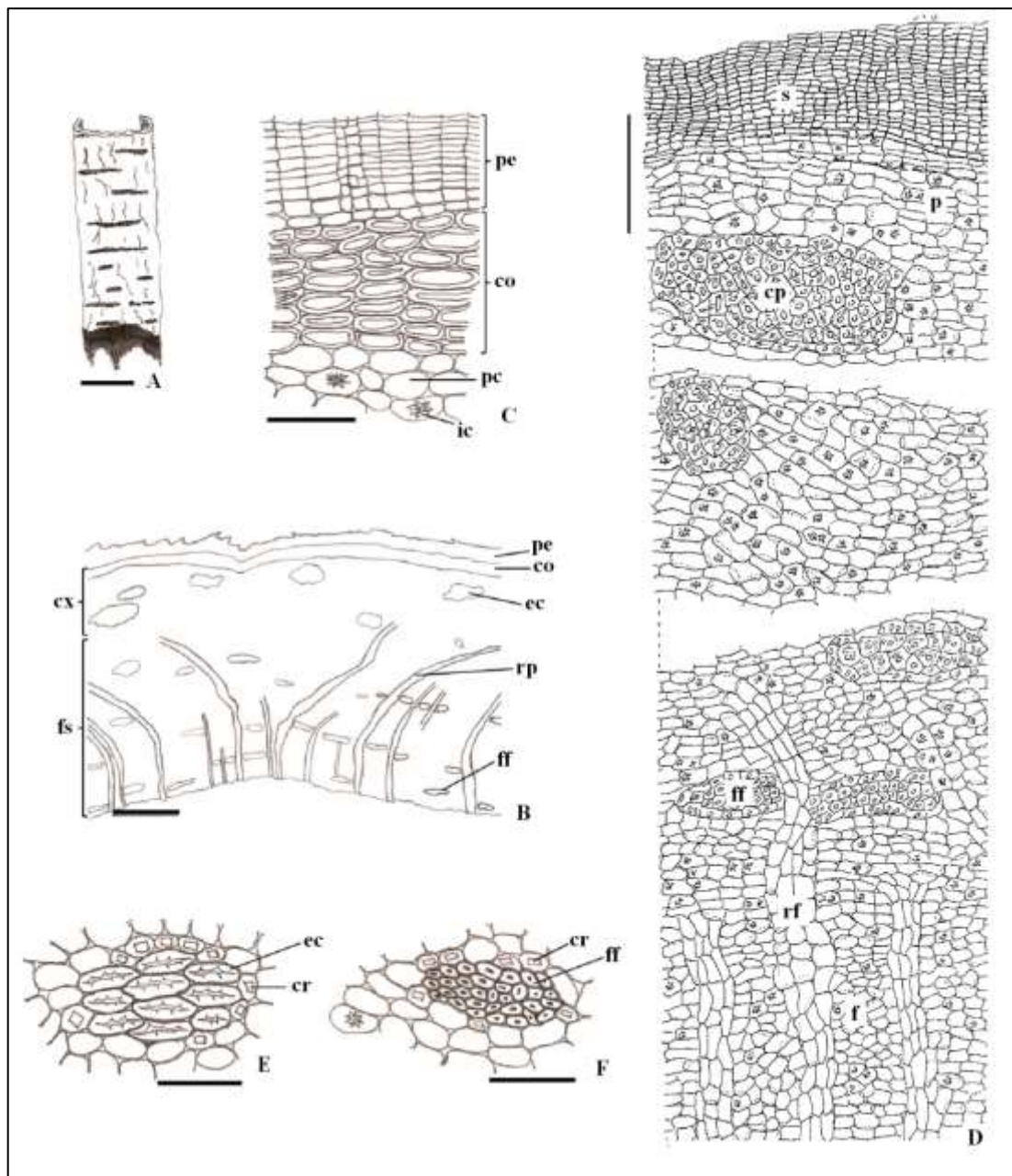


Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Frangula purshiana* (DC.) A.Gray

As escalas correspondem em A a 1 cm; em B a 200 μ m; em C a 50 μ m; em D a 100 μ m; em E e F a 50 μ m.

A – aspecto geral da casca em vista frontal. **B** - representação esquemática da casca em secção transversal: colênquima (co); córtex (cx); esclereídes (células pétreas) (ec); fibras do floema (ff); floema secundário (fs); periderme (pe); raio parenquimático do floema (rp). **C** - detalhe da secção transversal da parte mais externa da casca: colênquima (co); parênquima cortical (pc); periderme (pe); idioblastos com drusas (ic). **D** – detalhe de toda a secção transversal da casca: esclereídes (células pétreas) (cp); floema (f); fibras do floema (ff); parênquima (p); raios do floema (rf); súber (s). **E** - detalhe do feixe de esclereídes (ec) na região cortical da casca circundado por parênquima contendo cristais prismáticos (cr) em secção transversal. **F** - detalhe do feixe de fibras (ff) na região do floema secundário circundado por parênquima contendo cristais prismáticos (cr) em secção transversal.



Figura 2 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Frangula purshiana* (DC.) A.Gray

As escalas correspondem a 50 μm .

A - fragmento do súber em vista frontal. **B** - fragmento da secção longitudinal radial do floema secundário: elemento de tubo crivado (et); parênquima axial (pa) contendo cristais de oxalato de cálcio do tipo drusa (dr) e parênquima radial (pr). **C** - fragmento da secção longitudinal tangencial do floema secundário mostrando parênquima radial (pr) e parênquima axial (pa) contendo drusa (dr). **D** - fragmento do parênquima cortical com grãos de amido (ga). **E** - fragmento do

parênquima do floema com abaulamento nas paredes celulares. **F** – fragmento de parênquima. **G** – fragmento com esclereídes (células pétreas). **H** – esclereídes agrupados. **I** – drusas. **J** – esclereídes (células pétreas) isolados (ec). **K** – grãos de amido isolados. **L** – bainha parenquimática cristalífera isolada. **M** – fibras do floema com bainhas cristalíferas. **N** – fragmento de fibra do floema com bainha cristalífera. **O** – fragmento de musgo. **P** – fragmento de hepática.

CÁSCARA-SAGRADA, extrato fluido *Rhamni purshianae extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de cascas secas de *Frangula purshiana* (DC.) A. Gray, contendo, no mínimo, 8,0% de glicosídeos hidroxiantracênicos, dos quais, no mínimo, 60% são cascarosídeos, expressos como cascarosídeo A (C₂₇H₃₂O₁₄, 580,54).

SINONÍMIA CIENTÍFICA

Rhamnus purshiana DC.

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação ou maceração, utilizando etanol a 70,0% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração marrom escuro.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* (5.2.17.1).

Fase estacionária: sílica-gel F₂₅₄ (0,25 mm).

Fase móvel: acetato de etila, metanol e água(100:17:13).

Solução amostra: secar 0,5 mL do extrato fluido até resíduo, em banho-maria, em temperatura máxima de 60 °C. Adicionar 5 mL de metanol e filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

Solução referência (1): dissolver uma quantidade pesada, com exatidão, de aloína em metanol, para obter a concentração de 1000 µg/mL.

Solução referência (2): dissolver uma quantidade pesada, com exatidão, de emodina em metanol, para obter a concentração de 1000 µg/mL.

Procedimento: aplicar na cromatoplaça, 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 placa e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de hidróxido de

potássio a 5% em etanol. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Aquecer a placa entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente 5 minutos. Examinar sob a luz visível.

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

Parte superior da placa	
Emodina: zona de coloração vermelha	Zona de coloração vermelha
Aloína: zona de coloração amarela	Zona de coloração amarela Zonas de colorações amarelas
<i>Soluções referência</i>	<i>Solução amostra</i>

TESTES

Densidade relativa (5.2.5). 0,9198 a 0,9231.

Etanol (5.3.3.8.1). Método II. 57% (v/v) a 62% (v/v).

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

Resíduo seco (5.4.2.2.2). No mínimo 9% (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

Solução estoque: transferir, volumetricamente, 1 mL de extrato fluido para um balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Filtrar a amostra, descartando os primeiros 20 mL. Transferir 10 mL do filtrado para um funil de separação e adicionar 0,1 mL de ácido clorídrico *M*. Extrair com duas quantidades de 20 mL cada, de uma mistura de hexano e éter (3:1). Após separar as fases, reservar a fase aquosa. Lavar a fase orgânica com 5 mL de água. Descartar a fase orgânica e reunir as fases aquosas com as águas de lavagem. Extrair a fase aquosa com quatro quantidades, de 30 mL, de acetato de etila saturado com água preparado no momento da análise (150 mL de acetato de etila e 15 mL de água, misturados durante 3 min). Combinar as frações acetato de etila. Utilizar a fase aquosa para o doseamento de cascarosídeos e a fase orgânica para o doseamento de glicosídeos hidroxiantracênicos sem os cascarosídeos.

Glicosídeos hidroxiantracênicos sem os cascarosídeos

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

Solução amostra: transferir a fase orgânica para uma cápsula de porcelana. Evaporar o solvente em banho-maria até resíduo. Dissolver o resíduo em 0,3 a 0,5 mL de metanol e transferir para um balão volumétrico de 50 mL. Lavar a cápsula com água quente e transferir os resíduos para o balão volumétrico de 50 mL. Completar o volume com água e homogeneizar. Em seguida, transferir 20 mL da solução para um balão de fundo redondo de 100 mL, adicionar 2 g de cloreto férrico hexaidratado e 12 mL de ácido clorídrico. Aquecer a mistura sob refluxo durante 4 horas. Após o resfriamento transferir a solução para um funil de separação. Lavar o balão com 3 a 4 mL de hidróxido de sódio *M*, em seguida, com 3 a 4 mL de água. Transferir a água de lavagem para o funil de separação. Extrair com três quantidades, cada uma com 30 mL, de uma mistura de hexano e éter (3:1). Transferir a fase orgânica para outro funil de separação e lavá-la duas vezes, utilizando 10 mL de água em cada lavagem. Descartar a fase aquosa. Após esse procedimento diluir a fase orgânica para 100 mL com a mistura de hexano e éter (3:1). Em seguida, transferir 20 mL e evaporar até resíduo em banho-maria. Dissolver o resíduo com 10 mL de uma solução de acetato de magnésio 5g/L em metanol.

Procedimento: medir a absorvância em 440 nm e em 515 nm. Utilizar metanol para ajuste do zero. A razão entre os valores de absorvância em 515 nm e em 440 nm, menor que 2,4, invalida o ensaio. Calcular o teor de glicosídeos hidroxiantracênicos sem os cascarosídeos (HAC), em porcentagem, segundo a expressão:

$$\text{THAC} = \frac{A \times 6,95}{m}$$

em que,

THAC = teor de glicosídeos hidroxiantracênicos sem cascarosídeo % (p/p);

A = absorvância medida em 515 nm; e

m = massa em gramas do extrato fluido de cascara sagrada, determinada a partir da densidade.

Cascarosídeos

Solução amostra: diluir a fase aquosa, com água, num balão volumétrico de 50 mL, completar o volume e homogeneizar. Utilizar 20 mL dessa solução.

Procedimento: medir a absorvância em 440 nm e em 515 nm. Utilizar metanol para ajuste do zero. A razão entre os valores de absorvância em 515 nm e em 440 nm, menor que 2,4, invalida o ensaio. Calcular o teor de cascarosídeos, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\text{TC} = \frac{A \times 6,95}{m}$$

em que,

TC = teor de cascarosídeos % (p/p);

A = absorvância medida em 515 nm; e

m = massa em gramas do extrato fluido de cascara sagrada, determinada a partir da densidade.