

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.

IDENTIFICAÇÃO

A. Descrição macroscópica

O botão floral tem coloração castanho-enegrecida, com 1,0 a 2,1 cm de comprimento e 0,2 a 0,4 cm de diâmetro na porção do botão; apresenta na sua porção inferior um hipanto subcilíndrico, de quatro lados algo achatados, que contém na região interna e superior um ovário ínfero, com dois lóculos, mostrando vários rudimentos seminiais aderidos à placenta axilar. Na extremidade superior do hipanto existe um cálice com quatro sépalas divergentes, pontiagudas, espessas, com cerca de 0,3 cm de comprimento, que circundam uma região globosa formada por quatro pétalas imbricadas, membranosas, de coloração mais clara, dispostas em forma de domo, sob a qual se encontram numerosos estames recurvados para dentro, inseridos em um disco nectarífero côncavo, circundando um único estilete ereto e subulado, de cerca de 0,3 cm de comprimento.

B. Descrição microscópica

Em vista frontal, a epiderme do hipanto mostra células poligonais de paredes espessadas e numerosos estômatos anomocíticos, quase circulares, de 30 a 35 μm de diâmetro. Por transparência observam-se glândulas esquizolisígenas e agrupamentos de cristais de oxalato de cálcio, do tipo drusas ou cristais prismáticos. Em secção transversal, observam-se cutícula espessa e lisa, células epidérmicas tubulosas, estômatos elevados e câmara subestomática bem definida, seguidos de um parênquima com zonas distintas: zona externa, de coloração castanho-amarelada, com glândulas esquizolisígenas ovoides, de eixo radial longo, medindo até 200 μm de comprimento, distribuídas próximas umas das outras, em duas ou três fileiras, acompanhadas de agrupamentos de células contendo drusas; zona média formada por células parenquimáticas, de aspecto colenquimático, com um anel de feixes vasculares biclaterais, arredondados, envolvidos por anel incompleto de fibras, além de fibras ocasionais isoladas ou em grupos de duas ou três células e lúmen preenchido por conteúdo castanho; feixes vasculares circundados por células parenquimáticas contendo cristais prismáticos; abaixo dos feixes ocorre um tecido parenquimático frouxo, do tipo aerênquima, seguido de um anel com cerca de 17 feixes vasculares biclaterais menores, circundados por algumas fibras; zona central ocupada por um parênquima de preenchimento, com células contendo cristais do tipo drusa. Ocasionalmente ocorrem esclereídes ovais a subretangulares, de paredes estriadas e fortemente espessadas, apresentando numerosas pontoações simples ou ramificadas e com lúmen frequentemente preenchido com conteúdo castanho. No cálice, corola, filete e estilete também ocorrem células com cristais semelhantes aos já descritos e glândulas esquizolisígenas. A antera, em secção transversal, apresenta uma camada fibrosa de células epidérmicas alongadas tangencialmente, com espessamento lignificado nas paredes anticlinais; no ápice do conetivo ocorre uma glândula esquizolisígena. Os grãos de pólen medem de 15 a 20 μm de diâmetro, são biconvexos, de contorno arredondado a triangular, com exina lisa. Grãos de amido estão ausentes.

C. Descrição microscópica do pó

O pó atende a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São característicos: coloração castanho-enegrecida a castanho-avermelhada; fragmentos do parênquima do hipanto com glândulas esquizolisígenas; fragmentos da epiderme do hipanto em vista frontal, com estômatos anomocíticos grandes e glândulas subjacentes; fragmentos de parênquima do hipanto com células contendo cristais do tipo drusa; fragmentos de aerênquima do hipanto; porção do hipanto, em secção transversal, mostrando cutícula espessa, epiderme e parênquima subjacente com glândulas; esclereídes do hipanto, isolados; fragmentos de camada fibrosa da antera em vista frontal; fragmentos da epiderme do filete em vista frontal, com cutícula estriada; filetes com cordão vascular

central e células parenquimáticas com drusas; grãos de pólen; fibras pontiagudas com espessas paredes, associadas a células parenquimáticas.

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

Fase estacionária: sílica-gel GF₂₅₄.

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

Solução amostra: diluir em 1 mL de tolueno, 10 µL de óleo volátil de cravo obtido na *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais (5.4.1.6)*.

Solução referência: diluir em 1 mL de tolueno, 10 µL de eugenol.

Procedimento: aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 5 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaça e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante 3 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	
	Zona de coloração rosa
Eugenol: zona de coloração violácea	Zona de coloração violácea
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

TESTES

Água (5.2.20.2). *Método azeotrópico.* No máximo 10%.

Matéria estranha (5.4.1.3). No máximo 4% de pedúnculos, pecíolos e frutos. No máximo 2% de botões florais alterados. No máximo 0,5% de outros elementos estranhos. É permitida a presença de 1% do peso seco de pedicelos da inflorescência.

Metais pesados (5.4.5). Cumpre o teste.

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.

Resíduos de agrotóxicos (5.4.3). Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

Óleos voláteis

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais (5.4.1.6)*. Utilizar balão de 250 mL contendo 100 mL de água como líquido de destilação e 0,5 mL de xilol no tubo graduado. Moer 5 g de botões florais dessecados a pó junto com 5 g terra diatomácea. Do pó obtido, pesar 4 g e proceder imediatamente à determinação do óleo volátil. Destilar durante 2 horas.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

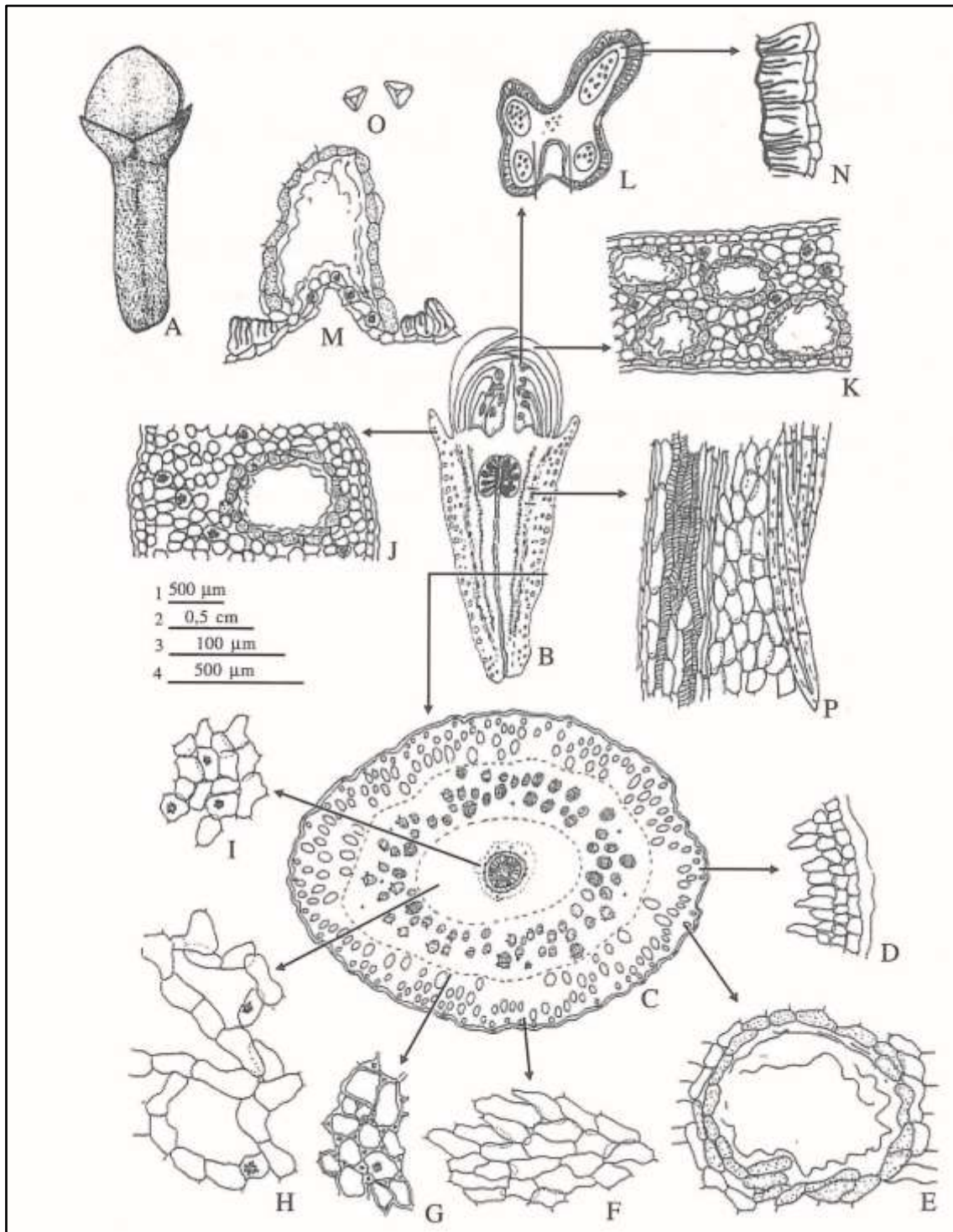


Figura 1 - Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & L.M. Perry

As escalas correspondem em A a 0,5 cm, em B a 500 μm , em D-K, M-P a 100 μm e em L a 500 μm .

A - exomorfologia do botão floral em vista lateral. B - botão floral em secção longitudinal ao longo da porção mediana. C a O - secção transversal do botão floral: C - hipanto, abaixo da região do ovário. D - porção de epiderme e parênquima cortical. E - glândula esquizolisígena. F - parênquima com células alongadas radialmente. G - colênquima. H - aerênquima. I - parênquima. J - porção da sépala mostrando glândula esquizolisígena. K - porção da pétala. L - antera. M - detalhe da glândula esquizolisígena do conetivo da antera. N - detalhe da camada fibrosa da antera. O - grãos de pólen. P - feixe vascular em secção longitudinal.

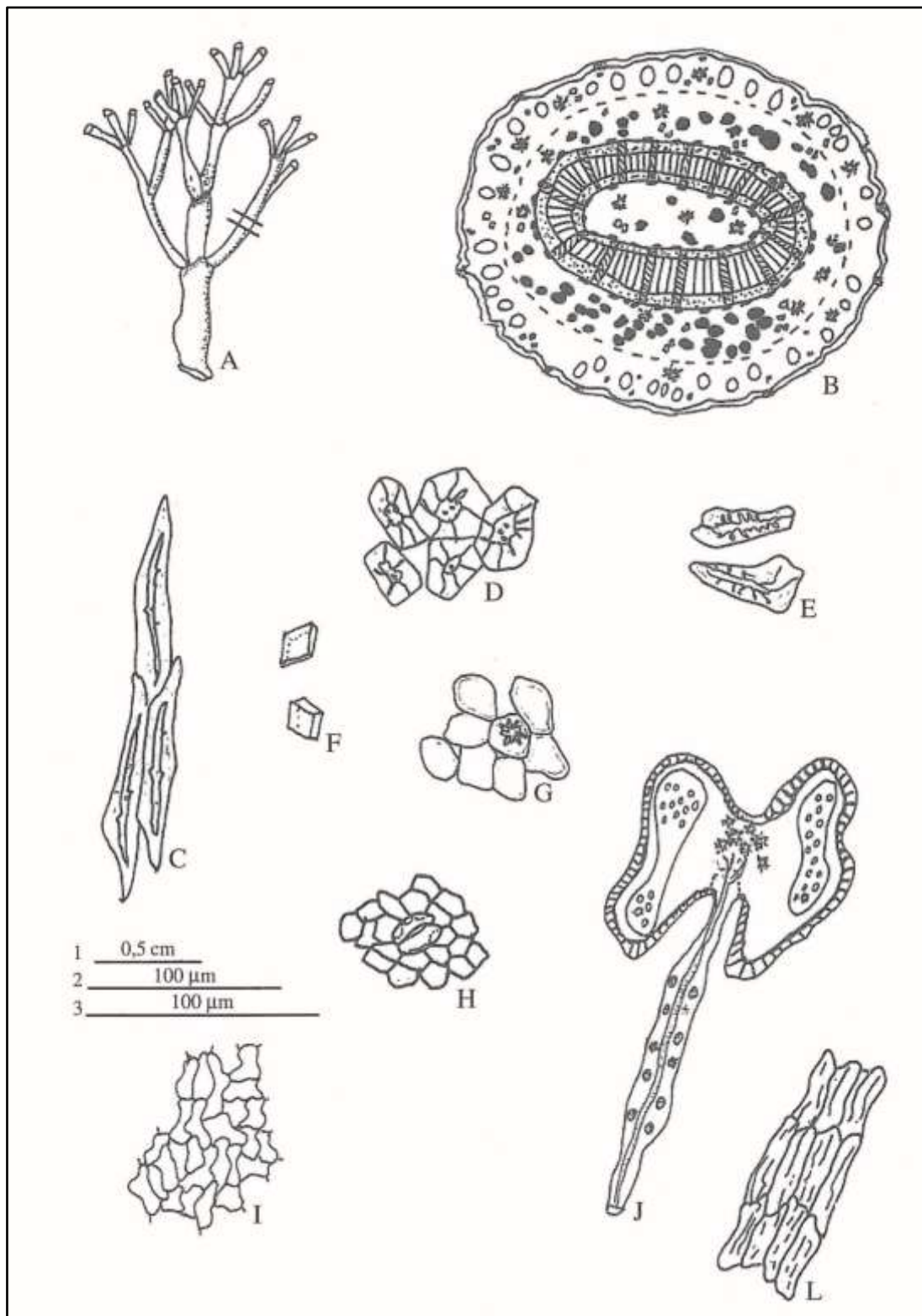


Figura 2 - Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & L.M. Perry

As escalas correspondem em A a 0,5 cm, em B a J a 100 μm .

A - pedúnculo e pedicelos da inflorescência. B - secção transversal do pedúnculo como assinalado em A. C - fibras em secção longitudinal. D - fibras em secção transversal. E - esclereídes. F - cristais isolados. G - parênquima contendo drusas. H - epiderme do hipanto em vista frontal mostrando estômato. I - epiderme da pétala em vista frontal. J - estame em secção longitudinal. L - vista frontal da epiderme do filete mostrando cutícula estriada.