

CRAVO-DA-ÍNDIA, óleo
Caryophylli flos aetheroleum

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de botões florais secos de *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & L.M. Perry, contendo, no mínimo, 75% de eugenol (C₁₀H₁₂O₂, 164,20).

CARACTERÍSTICAS

Líquido amarelo intenso que se torna marrom quando exposto ao ar, com odor de eugenol.

IDENTIFICAÇÃO

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

Fase estacionária: sílica-gel GF₂₅₄.

Fase móvel: tolueno.

Solução amostra: diluir 3 µL da amostra a ser examinada em 300 µL de tolueno.

Solução referência: dissolver 1,5 µL de eugenol e 2 mg de acetato de eugenila em 200 µL de tolueno.

Revelador: misturar, na ordem, 0,5 mL de anisaldeído, 10 mL de ácido acético glacial, 85 mL de metanol e 5 mL de ácido sulfúrico.

Procedimento: aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 15 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Deixar em repouso por 5 minutos. Desenvolver novamente o cromatograma. Remover a cromatoplaça e deixar secar ao ar por 15 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com o *Revelador*, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante 5 a 10 minutos.

Resultados: nos esquemas abaixo estão representadas as zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.

Parte superior da placa	
Eugenol: zona com extinção de fluorescência	Zona com extinção de fluorescência
Acetato de eugenila: zona com extinção de fluorescência	Zona com extinção de fluorescência
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

Parte superior da placa	
Eugenol: zona de coloração castanho-violeta	Zona de coloração violeta-avermelhada Zona de coloração castanho-violeta
Acetato de eugenila: zona de coloração castanho-violeta	Zona de coloração castanho-violeta
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

TESTES

Densidade relativa (5.2.29.1). 1,030 a 1,063.

Índice de refração (5.2.29.4). 1,528 a 1,537.

Poder rotatório (5.2.29.5). -2° a 0° .

Solubilidade em etanol. Transferir 1 mL de amostra a ser analisada para uma proveta de 25 mL com rolha esmerilhada e adicionar, com auxílio de uma bureta, frações de 0,1 mL de etanol a 70%, até completa dissolução do óleo. A seguir, continuar a adição de etanol a 70% com frações de 0,5 mL até completar 20 mL, agitando energicamente a cada adição de etanol. A amostra é solúvel em dois volumes de etanol a 70%.

Óleos fixos e óleos voláteis resignificados. Colocar uma gota da amostra num fragmento de papel de filtro. A gota deve evaporar completamente em 24 horas sem deixar mancha translúcida ou gordurosa.

Perfil cromatográfico. Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás (5.2.17.5)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chamas; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com polietilenoglicol 20 000, com espessura de filme de 0,25 μm . Utilizar nitrogênio ultra puro como gás de arraste (1 mL/minuto).

Temperatura:

	Tempo (minutos)	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)
Coluna	0 – 8	60
	8 – 48	60 \rightarrow 180
	48 – 53	180
Injetor		270
Detector		270

Solução amostra: dissolver 0,2 g do óleo volátil em 10 g de hexano.

Solução referência: dissolver 7 mg de β -cariofileno, 80 mg de eugenol e 4 mg de acetato de eugenila em 10 g de hexano.

Procedimento: injetar volume de 1 μ L 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 por 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*, no mínimo 1,5 entre os picos referentes ao eugenol e acetato de eugenila.

Número de pratos teóricos: no mínimo 30 000, calculados para o pico referente ao β -cariofileno a 110 °C.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra* verificar a presença dos componentes conforme segue: β -cariofileno, 5,0% a 14,0%; eugenol, 75,0% a 88,0% e acetato de eugenila, 4,0% a 15,0%.

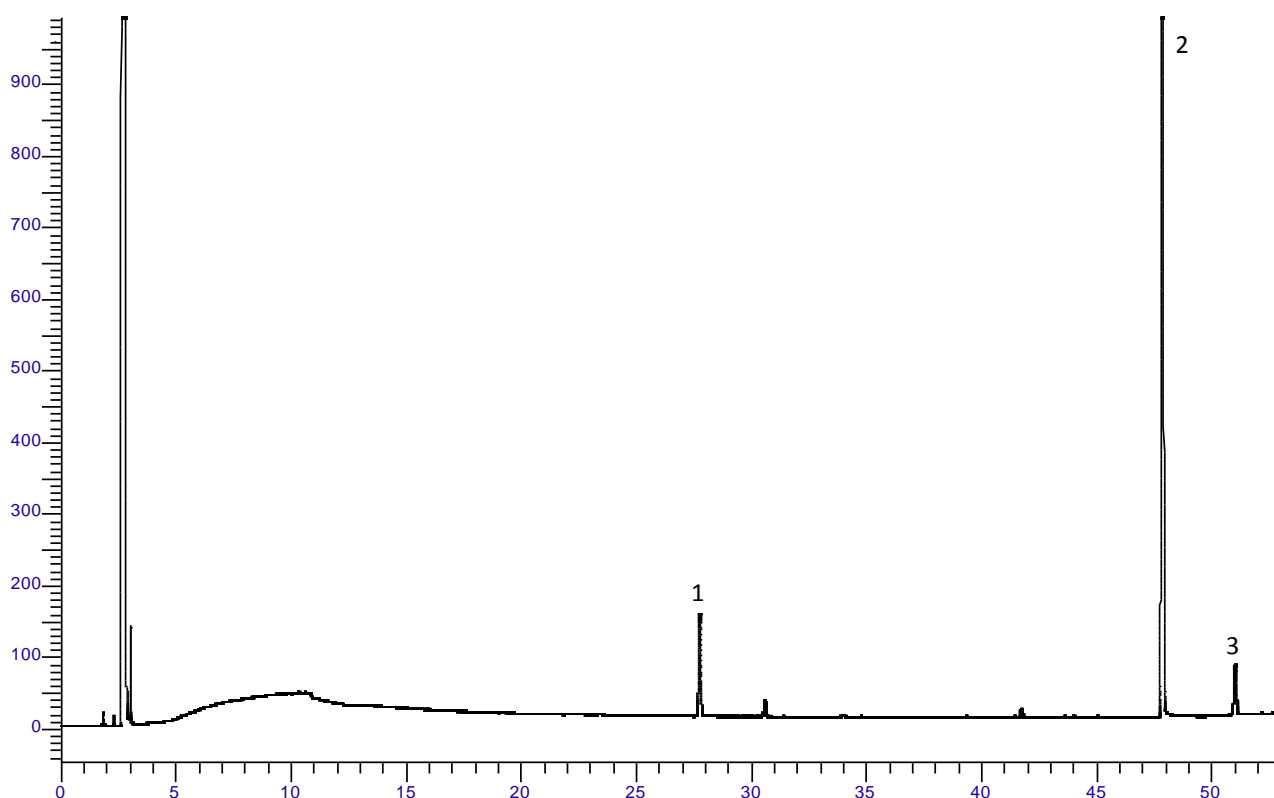


Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & L.M. Perry, por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama. 1– β -cariofileno, 2– eugenol e 3– acetato de eugenila.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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