

ROTULAGEM

Observar a legislação vigente.

CLASSE TERAPÊUTICA

Estimulante central.

CALAMINA

ZnO; 81,41
calamina; 01646
Calamina
[8011-96-9]

Calamina é óxido de zinco com uma pequena proporção de óxido de ferro, e contém, após ignição, não menos que 98,0% e não mais que 100,5% de óxido de zinco (ZnO).

DESCRIÇÃO

Características físicas. Pó amorfo, não palpável, róseo ou marrom avermelhado, dependendo da cor da variedade e da quantidade do óxido férrico presente, bem como do processo pelo qual é incorporado.

Solubilidade. Praticamente insolúvel em água. Dissolve com efervescência em ácido clorídrico.

IDENTIFICAÇÃO

A. Dissolver 1 g da amostra com 10 mL de ácido clorídrico 3 M e filtrar. O filtrado responde às reações do íon zinco (5.3.1.1).

B. Dissolver 1 g da amostra em 10 mL de ácido clorídrico 3 M, aquecer à fervura, e filtrar. O filtrado assume coloração avermelhada após a adição de tiocianato de amônio SR.

ENSAIOS DE PUREZA

Cálcio. Fazer a digestão de 1 g da amostra em 25 mL de ácido clorídrico 3 M por 30 minutos. Filtrar para remover o óxido férrico insolúvel, adicionar hidróxido de sódio 6 M ao filtrado, até que o primeiro precipitado que se forma é redissolvido, em seguida adicionar mais 5 mL de hidróxido de sódio 6 M. A 10 mL desta solução adicionar 2 mL de oxalato de amônio a 3,5% (p/v). Não mais que uma leve turbidez é produzida.

Cálcio ou Magnésio. A outra porção de 10 mL da solução preparada para o teste de *Cálcio*, adicionar 2 mL de fosfato de sódio dibásico hepta-hidratado a 12% (p/v). Não mais que uma leve turbidez é produzida.

Chumbo. Para 1 g da amostra, adicionar 15 mL de água, agitar, adicionar então 3 mL de ácido acético glacial, aquecer em banho-maria até dissolver. Filtrar e adicionar cinco gotas de cromato de potássio SR. Nenhuma turvação é formada.

Substâncias insolúveis em ácido. Pesar 2 g e adicionar 50 mL de ácido clorídrico 3 M. Se um resíduo insolúvel remanescer, coletar em um filtro tarado, lavar com água e secar a 105 °C por 1 hora, esfriar e pesar. O peso do resíduo não excede 40 mg (2,0%)

Substâncias alcalinas. Fazer a digestão de 1 g com 20 mL de água em banho-maria por 15 minutos, filtrar, adicionar duas gotas de fenoftaleína SI. Se uma cor vermelha é produzida, não mais que 0,2 mL de ácido sulfúrico 0,05 M é requerido para removê-la.

Arsênio (5.3.2.5). Utilizar o *Método 1*. Utilizar solução de ácido sulfúrico 3,5 M e solução de cloreto estano a 40% (p/v) em ácido clorídrico. O limite é de 0,0008% (8 ppm).

Cinzas sulfatadas (5.2.10). Pesar cerca de 2 g da amostra, calcinar a 500 °C até peso constante. No máximo 2,0%.

TESTES DE SEGURANÇA BIOLÓGICA

Pesquisa e identificação de patógenos (5.5.3.1.3). Cumpre o teste para ausência de *Pseudomonas aeruginosa* e *Staphylococcus aureus*.

DOSEAMENTO

Calcinar, exatamente, cerca de 1,5 g de calamina. A esta amostra recentemente calcinada, fazer a digestão com 50 mL de ácido sulfúrico 0,5 M SV, aplicando calor suave, até não ocorrer mais solubilização. Filtrar a mistura, e lavar o resíduo no filtro com água quente até que a última lavagem seja neutra ao papel de tornassol. Ao filtrado combinado e lavagens, adicionar 2,5 g de cloreto de amônio, esfriar, adicionar alaranjado de metila, e titular com hidróxido de sódio M SV. Cada mL de ácido sulfúrico 0,5 M SV equivale a 40,69 mg de óxido de zinco.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipientes bem fechados e protegidos da luz.

ROTULAGEM

Observar a legislação vigente.

CLASSE TERAPÊUTICA

Adstringente; antipruriginoso.

CALÊNDULA
Calendulae flos

Calendula officinalis L. – ASTERACEAE

A droga vegetal consiste de flores liguladas inteiras ou trituradas, acompanhadas de escassas flores tubulosas, separadas do receptáculo e das brácteas involucrais, secas. Não deve conter menos que 0,4% de flavonoides totais,

calculados como hiperosídeo ($C_{21}H_{20}O_{12}$, 464,4), em relação ao material dessecado.

CARACTERÍSTICAS

Características organolépticas. A droga possui odor fraco e sabor levemente amargo.

DESCRIÇÃO MACROSCÓPICA

Flores dispostas em capítulos de 3 cm a 7 cm de diâmetro, envolvidas por um involúcro de duas séries de brácteas. As flores da periferia são liguladas, pistiladas, de 1,5 cm a 3,0 cm de comprimento e 0,5 cm a 0,7 cm de largura na porção mediana da lígula. Corolas amareladas ou alaranjadas, com o limbo tridentado, apresentando quatro ou cinco nervuras e tubo curto coberto de tricomas, ocasionalmente acompanhadas de um estilete filiforme e um estigma bifido. As flores do centro são escassas, tubulosas, pequenas, curtas, de aproximadamente 0,5 cm de comprimento, hermafroditas, amarelas ou alaranjadas, raro quase avermelhadas, com corola quinquedentada; anteras sagitadas e estilete indiviso. Papus ausente.

DESCRIÇÃO MICROSCÓPICA

Em vista frontal, a face adaxial da epiderme da corola ligulada mostra células retangulares, alongadas, de contorno levemente sinuoso, com cutícula estriada e é destituída de estômatos. Na região apical desta mesma face, as células são menores e arranjadas menos regularmente; no extremo basal da lígula existe uma camada de células com espessamento nas paredes externas contendo prismas e pequenos aglomerados de cristais. A face abaxial da epiderme é semelhante à adaxial, diferindo desta por apresentar poucos estômatos anomocíticos, os quais são relativamente grandes na região apical da lígula, quando comparados com as demais células epidérmicas desta porção. Na região basal da face abaxial ocorrem tricomas teectores longos, multicelulares, bisseriados, cônicos, de ápice arredondado e tricomas glandulares multicelulares, de pedicelo unisseriado, com três a cinco células, ou bisseriado, com três ou quatro células em cada fileira, ambos com cabeça ovalada, multicelular, geralmente bisseriada. As células do parênquima subjacente da corola ligulada apresentam numerosas gotas de óleo de coloração amarelo-alaranjada a amarelo-claro. O parênquima da lígula é atravessado longitudinalmente por quatro ou cinco feixes vasculares, com elementos de vaso apresentando espessamentos anelados e helicoidais. Junto às células parenquimáticas das corolas tubulosas são encontrados cinco feixes vasculares bifurcados abaixo da zona de soldadura das pétalas. Nas brácteas involucrais, quando presentes, ocorrem tricomas teectores longos, multicelulares, bisseriados, cônicos, de ápice arredondado, e tricomas teectores com quatro ou cinco células, unisseriadas, das quais a célula apical é muito mais longa do que as demais e frequentemente dobrada e achatada, além de tricomas glandulares mais raros, multicelulares, de pedicelo bisseriado, cônico, com células basais mais longas e irregulares do que as demais. Nas anteras observa-se o

endotécio, composto de células ligeiramente alongadas que, em vista frontal, mostram espessamentos característicos, restritos às paredes transversais (anticlinais). Associados ao endotécio, ocorrem esclereídes pequenos, alaranjados, com paredes pouco espessadas e numerosas pontuações. Os grãos de pólen são equinados, tricolpados, medindo em torno de 45 μm de diâmetro. As células epidérmicas dos estigmas são poligonais a levemente alongadas em vista frontal e mostram papilas curtas, bulbosas, enquanto as dos ovários são pequenas, poligonais em vista frontal, contendo pigmentos castanhos. Nos ovários ocorrem tricomas glandulares iguais aos das corolas liguladas. Os aquênios, quando presentes, têm forma navicular, com ornamentações dentadas na face dorsal.

DESCRIÇÃO MICROSCÓPICA DO PÓ

O pó deve atender a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanho-amarelada; presença de tubos das flores liguladas; partes de lígulas; fragmentos da epiderme das lígulas com cutícula estriada; fragmentos de parênquima subepidérmico com gotas de óleo; fragmentos de epiderme com estômatos anomocíticos grandes; células basais das corolas contendo cristais; fragmentos de tecido vascular; corolas das flores tubulosas; anteras das flores tubulosas; fragmentos de anteras na maioria das vezes com porções de feixes condutores; grãos de pólen equinados, tricolpados; fragmentos de células epidérmicas dos estigmas com papilas bulbosas; fragmentos de paredes de ovários com células pigmentadas: aquênios e tricomas iguais aos descritos acima.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada (5.2.17.1)*, utilizando sílica-gel GF₂₅₄, com espessura de 250 μm , como suporte, e mistura de ácido fórmico anidro, água e acetato de etila (10:10:80), como fase móvel. Aplicar, separadamente, à placa, em forma de banda, 20 μL da *Solução (1)* e 10 μL da *Solução (2)*, descritas a seguir.

Solução (1): ferver sob refluxo 1 g da droga pulverizada com 10 mL de metanol durante 10 minutos e filtrar.

Solução (2): dissolver 2,5 mg de rutina, 1 mg de ácido cafeico e 1 mg de ácido clorogênico em metanol, e completar o volume para 10 mL utilizando o mesmo solvente.

Desenvolver o cromatograma. Remover a placa, deixar secar em estufa a temperatura entre 100 °C e 105 °C e, ainda morna, nebulizar com uma solução de difenilborato de aminoetanol a 1% (p/v) em metanol, seguido de uma solução de macrogol 400 a 5% (p/v) em metanol. Deixar a placa secar ao ar livre por 30 minutos. Examinar sob luz ultravioleta (365 nm). O cromatograma obtido com a *Solução (2)*, deve apresentar no terço inferior da placa duas manchas fluorescentes, uma de coloração marrom-amarelada (rutina) e outra de coloração azul claro (ácido clorogênico); e no terço superior, uma mancha fluorescente

de coloração azul claro (ácido cafeico). O cromatograma da *Solução (1)* deve apresentar mancha fluorescente marrom-amarelada correspondente em posição à mancha obtida com a rutina no cromatograma da *Solução (2)*; manchas fluorescentes verde amarelada e azul claro, correspondentes em posição à mancha obtida com o ácido clorogênico no cromatograma da *Solução (2)*; manchas fluorescentes verde amarelada e azul claro correspondente em posição à mancha obtida com o ácido cafeico no cromatograma da *Solução (2)*. Outras manchas podem estar presentes.

ENSAIOS DE PUREZA

Matéria estranha (5.4.2.2). No máximo 3,0%.

Água (5.4.2.3). No máximo 12,0%.

Cinzas totais (5.4.2.4). No máximo 10,0%.

DOSEAMENTO

Flavonoides totais

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

Solução estoque: pesar, exatamente, cerca de 0,4 g de droga pulverizada (800 µm), e transferir para balão de fundo redondo de 100 mL. Acrescentar 1 mL de solução aquosa de metenamina a 0,5% (p/v), 20 mL de acetona e 2 mL de ácido clorídrico. Aquecer em banho-maria, sob refluxo, por 30 minutos. Filtrar a mistura em algodão para um balão volumétrico de 100 mL, retornar o resíduo da droga e o algodão ao mesmo balão de fundo redondo, adicionar 20 mL de acetona. Colocar em refluxo, por 10 minutos. Após resfriamento até temperatura ambiente, filtrar a solução para o balão volumétrico de 100 mL. Repetir a operação. Em seguida, completar o volume do balão volumétrico com acetona. Em funil de separação, adicionar 20 mL dessa solução e 20 mL de água destilada

e, após, extrair com 15 mL de acetato de etila, repetir três vezes, com porções de 10 mL de acetato de etila cada vez. Reunir as fases de acetato de etila e lavá-las em funil de separação, com duas porções de 50 mL de água destilada. Transferir a fase de acetato de etila para balão volumétrico de 50 mL e completar o volume com acetato de etila.

Solução amostra: a 10 mL da *Solução estoque*, adicionar 1 mL de solução de cloreto de alumínio a 2% (p/v) em solução de ácido acético 5% (v/v) em metanol. Diluir em balão volumétrico de 25 mL com solução de ácido acético 5% (v/v) em metanol.

Solução branco: adicionar 10 mL da *Solução estoque* em balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com solução de ácido acético a 5% (v/v) em metanol.

Exatamente após 30 minutos, medir a absorvância da *Solução amostra* a 425 nm, em cubeta de 1 cm, utilizando *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular a porcentagem de flavonoides totais segundo a expressão:

$$\text{TFT} = \frac{A \times 1,25}{(m - PD)}$$

em que

A = absorvância da *Solução amostra* medida;

m = massa da droga (g);

PD = perda por dessecação (% p/p).

O resultado é fornecido em porcentagem (p/p) de flavonoides totais calculados como hiperosídeo (C₂₁H₂₀O₁₂). Alternativamente, realizar os cálculos considerando A(1%, 1cm) = 500.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipientes de vidro ou metal, bem fechados, ao abrigo da luz e do calor.

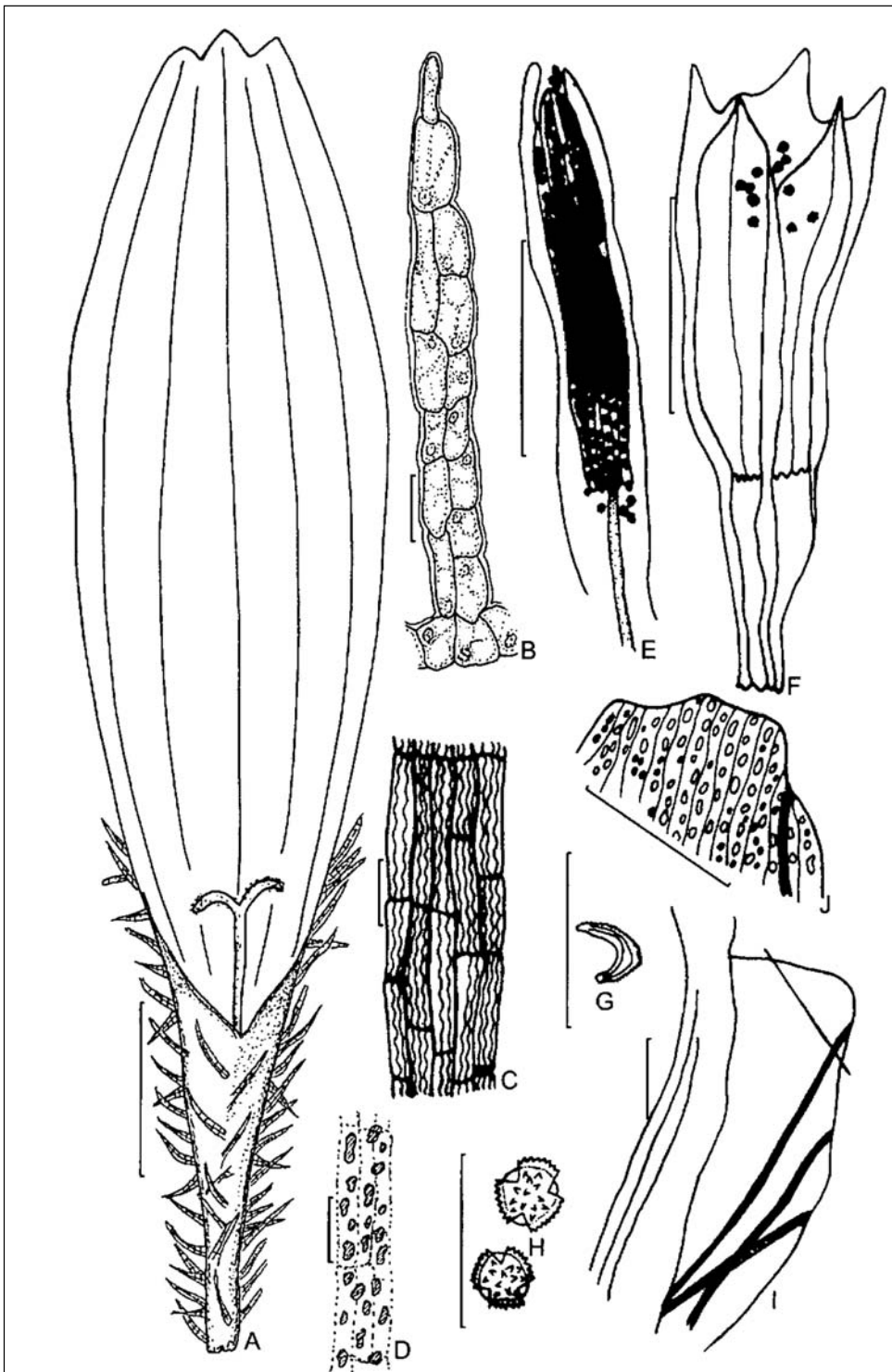


Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Calendula officinalis* L.

Complemento da legenda da **Figura 1**. As escalas correspondem em **A, B, C, D, G, H e J** a 100 μm ; em **E, F e I** a 500 μm .

A – flor pistilada ligulada. **B** – tricoma tector multicelular bisseriado do tubo da corola da flor ligulada. **C** – epiderme da lígula com cutícula estriada. **D** – parênquima da lígula contendo gotas de óleo. **E** – anteras da flor tubulosa. **F** – corola da flor tubulosa do disco. **G** – fruto. **H** – grãos de pólen tricolpados. **I** – fragmento de lígula. **J** – detalhe do parênquima com gotas de óleo na porção indicada em **I**.