

terminais oblíquas. **L** - fragmento de elemento de vaso com paredes terminais retas. **M** - fragmento de elemento de vaso com prolongamento curto. **N** - fragmento de elemento de vaso com prolongamento longo.

JUCÁ, casca *Libidibiae cortex*

A droga vegetal consiste de cascas secas do caule de *Libidibia ferrea* (Mart.) L.P. Queiroz, contendo, no mínimo, 8% de taninos totais e, no mínimo, 0,02% de ácido gálico (C₇H₆O₅, 170,12).

SINONÍMIA CIENTÍFICA

Caesalpinia ferrea Mart.

IDENTIFICAÇÃO

A. Descrição macroscópica

As cascas caulinares, quando secas, apresentam-se em fragmentos levemente curvos, variáveis em tamanho, com 9,0 a 13,0 cm de comprimento, 1,5 a 4,0 cm de largura e 0,2 a 0,6 cm de espessura. Externamente têm coloração acinzentada, com manchas esbranquiçadas, são enrugadas e muito duras; internamente a coloração é castanho-clara. Cascas com manchas lisas e mais claras podem estar presentes, pois elas anualmente se renovam.

B. Descrição microscópica

Em secção transversal, a porção externa da casca apresenta súber com oito a doze camadas de células tabulares enfileiradas, com paredes delgadas, seguidas por células parenquimáticas do córtex. O parênquima cortical apresenta células parenquimáticas de formato poliédrico, com esclereídes distribuídos em toda a extensão cortical, formando uma larga faixa. Idioblastos contendo drusas e cristais prismáticos também são visíveis neste parênquima. O floema apresenta células achatadas periclinalmente, e as células do cordão parenquimático do floema contêm cristais prismáticos. Em secção longitudinal, na região do floema, são evidenciadas células dos raios parenquimáticos multisseriados, com margens unisseriadas, fibras, cordões parenquimáticos e esclereídes.

C. Descrição microscópica do pó

O pó atende a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São característicos: coloração amarronzada; esclereídes predominantemente agrupados e também isolados; fibras esclerenquimáticas; porções de células parenquimáticas.

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, ácido fórmico e água (90:5:5).

Solução amostra: pesar cerca de 1 g de droga e levar a fervura com 5 mL de metanol durante 5 minutos. Filtrar e proceder à análise cromatográfica.

Solução referência: pesar cerca de 1 mg de ácido gálico e dissolver em 1 mL de metanol.

Procedimento: aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaça e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de cloreto férrico a 1% (p/v).

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	
Ácido gálico: zona de coloração azul-acinzentada	Zona de coloração marrom Zona de coloração azul-acinzentada (ácido gálico)
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

E. Aquecer, sob refluxo, cerca de 3 g da droga vegetal moída com 60 mL de água, durante 15 minutos. Esfriar e filtrar. A 2 mL do extrato adicionar duas gotas de ácido clorídrico SR e gotejar gelatina SR até precipitação. O aparecimento de um precipitado nítido indica reação positiva para taninos totais.

F. A 2 mL do extrato obtido no teste **B.** em *Identificação*, adicionar 10 mL de água e duas a quatro gotas de solução de cloreto férrico a 1% (p/v) em etanol. O desenvolvimento de coloração cinza escura indica reação positiva para taninos totais.

G. A 2 mL do extrato obtido no teste **B.** em *Identificação*, adicionar 0,5 mL de vanilina a 1% (p/v) em metanol e 1 mL de ácido clorídrico. O desenvolvimento de coloração vermelha indica reação positiva para taninos condensados.

H. A 5 mL do extrato obtido no teste **B.** em *Identificação*, adicionar 10 mL de ácido acético 2 M e 5 mL de acetato de chumbo SR. O aparecimento de precipitado esbranquiçado, indica a presença de taninos.

TESTES

Perda por dessecação (5.2.9). Método gravimétrico. No máximo 13%.

Metais pesados (5.4.5). Cumpre o teste.

Matéria estranha (5.4.1.3). No máximo 1%.

Cinzas totais (5.4.1.5.1). No máximo 8%.

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

Taninos totais

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

Solução estoque: pesar, com exatidão, cerca de 0,500 g da droga pulverizada e transferir para balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água. Aquecer em banho-maria à temperatura entre 85 °C e 90 °C durante 30 minutos. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o balão de fundo redondo e transferir as águas de lavagem com todo o conteúdo de droga vegetal para o balão volumétrico. Completar o volume com água. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

Solução amostra para polifenóis totais: diluir 5 mL da *Solução estoque* em balão volumétrico de 25 mL com água. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v). Determinar a absorvância em 760 nm (A_1) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele: a 10 mL da *Solução estoque* adicionar 0,1 g de pó de pele e agitar, mecanicamente, em erlenmeyer de 125 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Diluir 5 mL do filtrado em balão volumétrico de 25 mL com água. Transferir, volumetricamente, 2 mL desta solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v). Determinar a absorvância em 760 nm (A_2) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Solução referência: dissolver, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol em balão volumétrico de 100 mL com água. Transferir volumetricamente 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL e completar o volume com água. Transferir volumetricamente 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água destilada para balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v). Determinar a absorvância em 760 nm (A_3) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de taninos expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{62,5 \times (A_1 - A_2) \times m_2}{A_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos expressos em pirogalol % (p/p);

A₁ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;

A₂ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;

A₃ = absorvância medida para a *Solução referência*;

m₁ = massa em gramas da amostra, considerando a perda por dessecação; e

m₂ = massa em gramas de pirogalol.

Ácido gálico

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência (5.2.17.4)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 280 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura de 24°C; fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

Fase móvel (1): ácido trifluoracético a 0,05%.

Fase móvel (2): ácido trifluoracético a 0,05% em metanol.

Tempo (minutos)	<i>Fase móvel (1)</i> (%)	<i>Fase móvel (2)</i> (%)	Sistema de eluição
0 - 10	80 → 77,5	20 → 22,5	gradiente linear
10 - 20	77,5 → 60	22,5 → 40	gradiente linear
20 - 25	60 → 25	40 → 75	gradiente linear
25 - 28	25 → 80	75 → 20	gradiente linear
28 - 32	80	20	isocrático

Solução amostra: pesar, com exatidão, cerca de 4 g da droga pulverizada e transferir para balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 60 mL de água. Aquecer em banho-maria à temperatura entre 80 °C e 85 °C durante 30 minutos. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 100 mL. Lavar o balão de fundo redondo e transferir as águas de lavagem com todo conteúdo da droga vegetal para o balão volumétrico. Completar o volume com água. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 20 mL do filtrado. Em seguida, transferir 5,0 mL da solução restante para balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

Solução referência: dissolver quantidade exatamente pesada de ácido gálico em água, para obter solução a 6,8 µg/mL.

Procedimento: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Calcular o teor de ácido gálico, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TA = \frac{C_r \times A_a}{A_r \times m} \times FD \times 100$$

em que,

TA = teor de ácido gálico % (p/p);

C_r = concentração do ácido gálico na *Solução referência* em g/mL;

A_r = área sob o pico correspondente ao ácido gálico na *Solução referência*;

A_a = área sob o pico correspondente ao ácido gálico na *Solução amostra*;

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

FD = fator de diluição (200).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

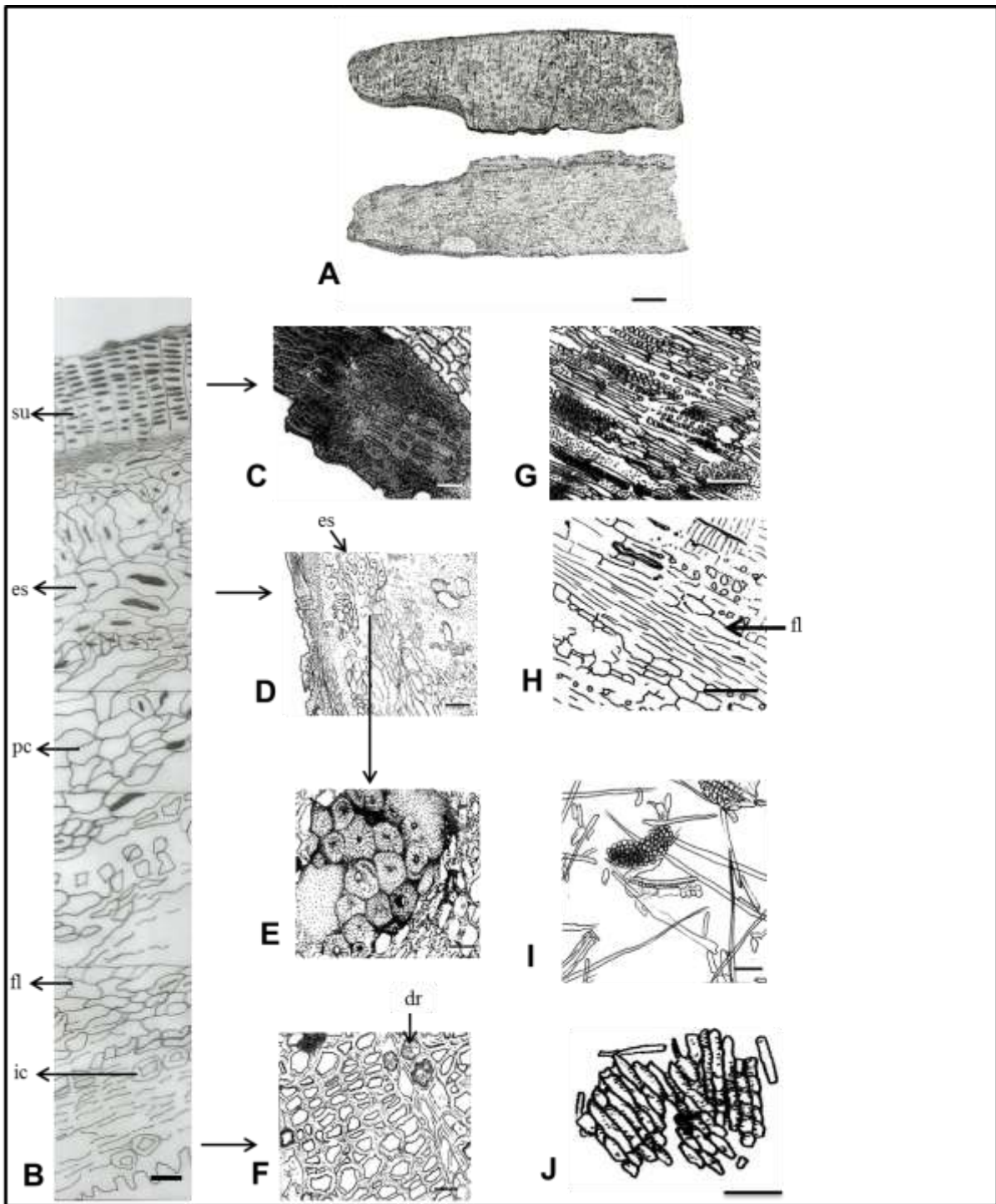


Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Libidibia ferrea* (Mart.)
L.P. Queiroz

As escalas correspondem em **A** a 1 cm; **B** a 25 μ m, **C**, **D**, **F** e **G** a 100 μ m; **E**, **H**, **I** e **J** a 25 μ m.

A - aspecto geral da casca do caule, em vista frontal e interna, respectivamente. **B** - detalhe da distribuição dos tecidos da casca do caule, em secção transversal: súber (su); parênquima cortical (pc); esclereíde (es); floema (fl); idioblasto contendo cristal prismático (ic). **C** - detalhe da secção transversal da casca, mostrando o ritidoma com células tabulares enfileiradas. **D** e **E** - aspecto de esclereídes distribuídos por toda a extensão da região cortical. **F** - idioblastos contendo drusas (dr). **G** - na região do floema, em secção longitudinal, são evidenciadas células dos raios multisseriados, fibras e cordão parenquimático. **H** - detalhe do floema em secção longitudinal: floema (fl). **I-J** - detalhes observados no pó. **I** - fragmentos de fibras e de células parenquimáticas. **J** - fragmentos de células parenquimáticas.