

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 involuocrais, secas. Não deve conter menos que 0,4% de flavonóides totais, calculados como hiperosídeo ($C_{21}H_{20}O_{12}$) em relação ao material dessecado.

NOMES POPULARES

Maravilha.

CARACTERES ORGANOLÉPTICOS

A droga possui odor fraco e sabor levemente amargo.

DESCRIÇÃO MACROSCÓPICA

Flores dispostas em capítulos de 3 cm a 7 cm, envolvidas por um involúcro de 2 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 4 ou 5 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 quinqüedentada; anteras sagitadas e estilete indiviso. Pappus 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 aglo-

merados 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 tectores longos, multicelulares, bisseriados, cônicos, de ápice arredondado e tricomas glandulares multicelulares, de pedicelo unisseriado, com 3 a 5 células, ou bisseriado, com 3 ou 4 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-clara. O parênquima da lígula é atravessado longitudinalmente por 4 ou 5 feixes vasculares, com elementos de vaso apresentando espessamentos anelados e helicoidais. Junto às células parenquimáticas das corolas tubulosas são encontrados 5 feixes vasculares bifurcados abaixo da zona de soldadura das pétalas. Nas brácteas involuocrais, quando presentes, ocorrem tricomas tectores longos, multicelulares, bisseriados, cônicos, de ápice arredondado, e tricomas tectores com 4 ou 5 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 μ m 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 característicos: a cor 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; 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* (V.2.17.1), utilizando cromatoplaça de sílica-gel GF₂₅₄, como fase estacionária, e mistura de ácido fórmico anidro-ácido acético glacial-água-acetato de etila (11:11:27:100), como fase móvel. Aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 30 µl da solução amostra e 10 µl da solução de referência, preparados como segue.

Solução amostra: ferver sob refluxo 1 g da droga pulverizada com 20 ml de etanol a 55% (V/V) por 20 minutos e filtrar.

Solução referência: dissolver 10 mg de rutina e 5 mg de ácido clorogênico em metanol e completar o volume com o mesmo solvente a 10 ml.

Desenvolver o cromatograma em percurso de aproximadamente 10 cm. Deixar a placa secar em capela e examiná-la sob luz ultravioleta (365 nm). O cromatograma deverá apresentar mancha de coloração marrom, na mesma altura que a obtida com a solução referência da rutina (Rf aproximadamente 0,35) e mancha azul correspondente ao ácido clorogênico (Rf aproximadamente 0,55). O cromatograma obtido com a solução amostra deverá apresentar também mancha marrom (Rf aproximadamente 0,25), mancha azulada (Rf aproximadamente 0,30), duas manchas azuis correspondentes ao ácido clorogênico (Rf aproximadamente 0,55) e mancha vermelha junto ao fronte do solvente (Rf aproximadamente 0,95). Em seguida, nebulizar a placa com solução de difenilborato de aminoetanol a 1% (p/V)

em metanol e examinar sob luz ultravioleta (365 nm). O cromatograma obtido com a solução amostra deverá apresentar mancha verde (Rf aproximadamente 0,30), mancha laranja correspondente à rutina (Rf aproximadamente 0,35), mancha verde correspondente ao ácido clorogênico (Rf aproximadamente 0,55), mancha laranja-claro (Rf aproximadamente 0,60) e mancha verde (Rf aproximadamente 0,90). O cromatograma obtido com a solução amostra pode apresentar ainda, uma mancha de fluorescência amarelada logo abaixo da mancha correspondente à rutina e banda de fluorescência amarelada situada entre as manchas correspondentes à rutina e ao ácido clorogênico.

ENSAIOS DE PUREZA

Matéria estranha (V.4.2.2). No máximo 3%.

Determinação de água (V.4.2.3.). No máximo 12%.

Cinzas totais (V.4.2.4.). No máximo 10%.

DOSEAMENTO

A. Determinar o teor de *Flavonóides totais*. Pesar exatamente cerca de 0,4 g da droga pulverizada (800 µm) e colocar em balão de fundo redondo de 100 ml. Acrescentar 1 ml de uma solução aquosa de hexametilenotetramina 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 balão volumétrico de 100 ml, retornando o resíduo da droga e o algodão ao mesmo balão de fundo redondo, adicionado de 20 ml de acetona. Colocar em refluxo, por 10 minutos. Após resfriamento à temperatura ambiente, filtrar a solução para o balão volumétrico de 100 ml. Repetir a operação. Após, completar o volume do balão volumétrico com acetona. Em funil de separação, tratar 20 ml desta solução com 20 ml de água e após, extrair com 15 ml de acetato de etila, repetindo-se por três vezes, com porções de 10 ml de acetato de etila. Reunir as fases de acetato de etila e lavá-las em funil de separação, com duas porções de 50 ml de água, transferindo a seguir para balão volumétrico de 50 ml, completando-se o volume com acetato de etila (solução-mãe, SM). Pipetar 10 ml desta solução, adicionar 1 ml do reagente de cloreto de alumínio, diluindo-se em balão volumétrico de 25 ml com solução metanólica de ácido acético a 5% (V/V). Preparar o branco diluindo 10 ml da SM para 25 ml em balão volumétrico com solução metanólica de ácido acético a 5% (V/V). Após 30 minutos, medir a absorvância

da solução a 425 nm, em cubeta de 1 cm, utilizando o branco para ajuste do zero. Calcular a porcentagem de flavonóides totais segundo a fórmula:

$$TFT = \frac{A \times 62.500}{500 \times m \times (100 - PD)} \quad (\%; p/p)$$

Em que

A = absorvância medida;

m = massa da droga (g);

PD = perda por dessecação (%; p/p)

O resultado é fornecido em porcentagem (p/p) de flavonóides calculados como hiperosídeo ($C_{21}H_{20}O_{12}$).

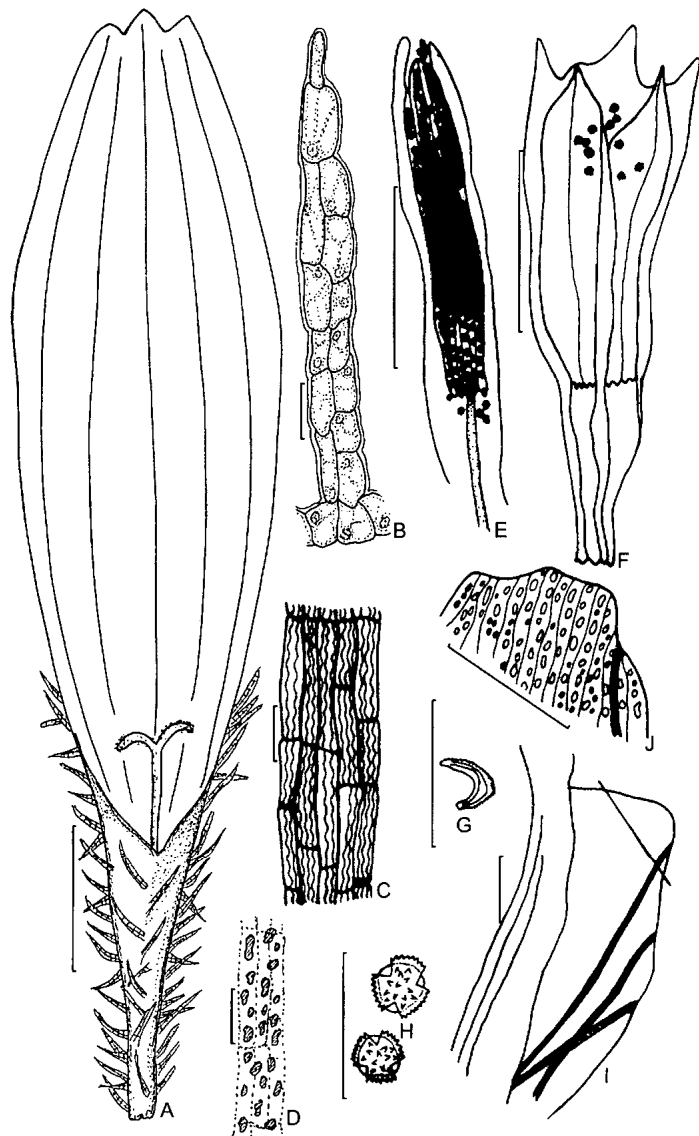
EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

XII.2 REAGENTES E SOLUÇÕES REAGENTES

Reagente de cloreto de alumínio

Dissolver 1 g de cloreto de alumínio com solução metanólica de ácido acético 5% (V/V), em balão volumétrico de 50 ml. Completar o volume.



Calendula officinalis L.

Figura 1: *Calendula officinalis* L. — A. flor pistilada lígular; B. tricoma multicelular bisseriado do tubo da corola da flor lígular; 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 tricólpados; I. fragmento de lígula; J. detalhe do parênquima com gotas de óleo na porção indicada em I. As réguas correspondem: A, B, C, D, G, H e J a 100 μ m; E, F e I a 500 μ m.