

HAMAMELIS, tintura

Hamamelidis tinctura

A tintura é obtida a partir das folhas de *Hamamelis virginiana* L., contendo, no mínimo, 0,6% de taninos totais, expressos em pirogalol (C₆H₆O₃, 126,11).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por maceração ou percolação, utilizando etanol a 65% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração castanho-amarelada.

IDENTIFICAÇÃO

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

Fase estacionária: sílica-gel F₂₅₄ (0,25 mm).

Fase móvel acetato de etila, tolueno, ácido fórmico e água (60:20:15:15).

Solução amostra: reduzir 5 mL da tintura de hamamelis a resíduo seco em banho-maria. Retomar o resíduo em 10,0 mL de água. Extrair a fase aquosa resultante com três porções de 10 mL de acetato de etila em funil de separação de 125 mL. Deixar em repouso em freezer a -18 °C por 15 minutos, para total separação das fases. Reunir as fases orgânicas e lavar com 20 mL de água.

Solução referência (1): pesar cerca de 1 mg de ácido gálico e dissolver em 1,0 mL de metanol.

Solução referência (2): pesar cerca de 1 mg de catequina e dissolver em 2,0 mL de metanol.

Procedimento: aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência (1)* e 10 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaça e deixar secar em capela de exaustão. A seguir, nebulizar a placa com cloreto férrico a 1% (p/v) em metanol.

Resultados: no esquema abaixo estão representadas as zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, a *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.

Parte superior da placa	
<p>Ácido gálico: zona de coloração azul-acinzentada Catequina: zona de coloração azul-acinzentada</p>	<p>Zona de coloração amarela Zona de coloração azul-acinzentada Zona de coloração azul-acinzentada</p> <p>Zona de coloração castanho-amarelada</p> <p>Zona de coloração castanho-amarelada</p>
Solução referência	Solução amostra

TESTES

Densidade relativa (5.2.5). 0,902 a 0,914.

Etanol (5.3.3.8). 58% (v/v) a 62% (v/v).

Resíduo seco (5.4.2.2.2). No mínimo 1,2%.

DOSEAMENTO

Taninos totais

Nota: proteger as amostras da luz durante a extração e a diluição. Utilizar água isenta de dióxido de carbono em todas as operações.

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

Solução estoque: pesar, com exatidão, cerca de 1,5 g de tintura de hamamelis em um balão volumétrico de 250 mL, completar o volume com água destilada e homogeneizar. Filtrar a mistura em papel de filtro. Rejeitar os primeiros 50 mL do filtrado.

Solução amostra para polifenóis totais: transferir, volumetricamente, 5 mL da *Solução estoque* para balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com água. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. 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 0,100 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 e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm (A_2) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Solução referência: dissolver, em água, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol, transferir para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL da solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. 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);

A_1 = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;

A_2 = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;

A_3 = absorvância medida para a *Solução referência*;

m_1 = massa em gramas da amostra utilizada no ensaio; e

m_2 = massa em gramas de pirogalol.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

HIDRASTE, rizoma e raiz *Hydrastidis rhizoma et radix*

A droga vegetal consiste de rizomas e raízes secos e fragmentados de *Hydrastis canadensis* L., contendo, no mínimo, 2,5% de hidrastina ($C_{21}H_{21}NO_6$, 383,39) e, no mínimo, 3,0% de berberina ($C_{20}H_{18}NO_4$, 336,36).

IDENTIFICAÇÃO

A. Descrição macroscópica