

DOSEAMENTO

Transferir, exatamente, 3 mL da amostra ou volume contendo entre 60 mg e 90 mg de NaClO ou entre 57 mg e 87 mg de cloro ativo para erlenmeyer de 250 mL com tampa. Adicionar cerca de 50 mL de água, 1 g de iodeto de potássio e 10 mL de ácido acético 6 *M*. Tampar, agitar e deixar em repouso, ao abrigo da luz, por 15 minutos. Lavar as paredes do frasco com poucos mililitros de água e titular o iodo formado com tiossulfato de sódio 0,1 *M* SV. Adicionar 1 mL de amido SR quando a coloração da solução se tornar amarelo esverdeada. Continuar a titulação até desaparecimento da cor azul. Cada mL de tiossulfato de sódio 0,1 *M* SV equivale a 3,723 mg de NaClO e a 3,545 mg de cloro ativo.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipientes bem fechados e opacos, preferencialmente em temperatura abaixo de 25 °C.

ROTULAGEM

Observar a legislação vigente

HORTELÃ PIMENTA *Menthae piperitae folium*

Mentha x piperita L. – LAMIACEAE; 09914

A droga vegetal é constituída de folhas secas, inteiras, quebradas, cortadas ou pulverizadas da espécie e de suas variedades, contendo, no mínimo, 1,2% de óleo volátil em folhas inteiras e, no mínimo, 0,9% de óleo volátil em folhas rasuradas.

CARACTERÍSTICAS

Características organolépticas. A droga tem odor forte, aromático, penetrante, semelhante ao mentol e sabor aromático picante, com sensação de frescor agradável.

DESCRIÇÃO MACROSCÓPICA

Folhas inteiras, membranosas, rugosas, quebradiças, oposto-cruzadas, pecioladas, verdes a verde-amarronzadas quando secas, com numerosos tricomas glandulares na face abaxial da lâmina, visíveis no aumento de seis vezes ou contra a luz, como pontos claros, amarelos, brilhantes e tricomas tectores distribuídos sobre as nervuras; venação camptódroma-broquidódroma, nervura principal espessa e pronunciada em ambas as faces, nervuras secundárias em ângulo aproximado de 45°, depressas na face adaxial e salientes na face abaxial. Lâmina ovalada a ovalado-lanceolada, ápice agudo, base irregularmente arredondada e assimétrica, margem irregularmente serrada, com dentes agudos, medindo de 3,0 cm a 9,0 cm de comprimento e 1,0 cm a 5,0 cm de largura. Pecíolo de 0,5 cm a 1,0 cm de comprimento, verde, quando seco vinoso-acastanhado,

côncavo na face adaxial, convexo na face abaxial e com costelas laterais, com tricomas iguais aos da lâmina

DESCRIÇÃO MICROSCÓPICA

Lâmina foliar de simetria dorsiventral, hipo-anfiestomática, com estômatos diaclíticos. Em vista frontal, a cutícula é lisa e as células da epiderme têm paredes anticlinais de contorno ondulado na região entre as nervuras e paredes retilíneas sobre as nervuras. Ocorrem cinco tipos de tricomas em ambas as faces: (1) tricoma tector pluricelular, longo, delgado, agudo, unisseriado, com duas a quatorze células, a célula basal de maior comprimento e a apical de ápice obtuso; alguns destes tricomas quando com maior número de células apresentam coroa de células basais; cutícula espessa e marcadamente estriada; (2) tricoma tector pluricelular, com duas a seis células, bisseriado na base, com cutícula espessa e estriada; (3) tricoma glandular com pedicelo unicelular, curto e cabeça unicelular, arredondada, com cutícula delgada; (4) tricoma glandular com pedicelo unicelular, bicelular ou tricelular, curto e cabeça unicelular elíptica, com cutícula delgada; (5) tricoma glandular peltado, de pedicelo curto, formado por uma ou duas células na porção basal e cabeça pluricelular com oito células de disposição radial, geralmente com cutícula dilatada e de coloração parda. Em secção transversal, a cutícula é delgada e a epiderme é uniestratificada, com células achatadas tangencialmente, ricas em gotas de óleo; os estômatos são projetados; tricomas tectores do tipo 1 ocorrem em maior número na face abaxial e sobre a região da nervura principal e os do tipo 2 são raros; tricomas glandulares, dos tipos 3 e 4, estão distribuídos por toda a lâmina; tricomas glandulares peltados, do tipo 5, são depressos na epiderme e mais frequentes na face abaxial da região intercostal; parênquima paliçádico uniestratificado, com células compactas e curtas; parênquima esponjoso triestratificado ou mais, preenchendo em torno de 60% da secção; gotas de óleo abundantes; cristais de oxalato de cálcio ausentes. A nervura principal, em secção transversal, apresenta cutícula espessa na face abaxial, as células epidérmicas são poligonais, ovaladas, pequenas e com parede periclinal externa espessa, o colênquima é angular, uniestratificado ou com mais camadas junto à face adaxial, seguido nesta face por um clorênquima com até cinco camadas de células poligonais e pelo parênquima. Este último, junto a face abaxial, é formado por até dez camadas de células isodiamétricas com grandes espaços intercelulares. O sistema vascular é formado por um ou mais feixes colaterais abertos ou não, apresentando floema bem desenvolvido com calota de fibras voltada para a face abaxial, ou com algumas fibras isoladas localizadas externamente. O pecíolo, em secção transversal, apresenta cutícula espessa e lisa, epiderme uniestratificada, de células poliédricas, estômatos projetados, com maior frequência de tricomas do tipo 1, o córtex apresenta colênquima angular com até oito camadas na região das costelas e uniestratificado na face abaxial; clorênquima mais compactado na região das costelas; parênquima cortical formado por células ovaladas, de grande volume, com maiores espaços intercelulares junto à face abaxial; endoderme rica em grãos de amido; sistema vascular com três ou mais feixes colaterais, o central amplamente aberto,

com floema expressivo, com ou sem fibras. Gotas de óleo ocorrem no clorênquima, no parênquima cortical e na endoderme.

DESCRIÇÃO MICROSCÓPICA DO PÓ

O pó atende a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. Examinar ao microscópio, utilizando solução de hidrato de cloral. São características: folhas quebradas ou cortadas, frequentemente amassadas, de cor verde-acastanhada; fragmentos da lâmina com células epidérmicas de paredes sinuosas e estômatos diacíticos numerosos, principalmente na face abaxial; tricomas como os descritos, principalmente os do tipo 1; fragmentos do mesofilo heterogêneo assimétrico, como descrito; fibras; elementos traqueais de espessamento helicoidal; cristais amarelos de mentol sob a cutícula dos tricomas peltados podem ser observados; cristais de oxalato de cálcio ausentes.

DESCRIÇÃO MACROSCÓPICA DAS IMPUREZAS

Os caules, ramos, flores, frutos e sementes da própria espécie, se presentes como impureza, caracterizam-se por apresentar: caule quadrangular com costelas bem definidas até o quarto nó, ramificado, na maioria das variedades vinoso quando adulto, verde-claro quando jovem e esbranquiçado nos nós basais; tricomas não visíveis a olho nu; flores reunidas em inflorescências espigadas; cálice glabro, com cinco dentes; corola rosado-violácea ou branca, com quatro lobos, o superior alargado; estames quatro, didínamos, inclusos na corola; ovário súpero, tetralobado, estilete ginobásico; sementes raras e estéreis.

DESCRIÇÃO MICROSCÓPICA DA IMPUREZA CORRESPONDENTE AO CAULE

Os caules da própria espécie, se presentes como impureza, apresentam, em estrutura secundária e em secção transversal, cutícula espessa e estriada, epiderme uniestratificada, de células poligonais, com ou sem idioblastos de areia cristalina e com ou sem células contendo antocianinas; tricomas e estômatos raros; colênquima angular, formado por uma a muitas camadas na região das costelas; clorênquima com até dez camadas, com esclereídes isolados e com idioblastos de areia cristalina; endoderme com estrias de Caspary evidentes e sem grãos de amido; floema com ou sem fibras isoladas ou em pequenos grupos; zona cambial evidente de até quatro camadas; xilema totalmente esclerificado ou não; gotas de óleo em todos os tecidos, exceto no câmbio e no xilema; parênquima medular desenvolvido. Quando em estrutura primária, células da epiderme repletas de antocianinas; tricomas iguais aos descritos para a folha; colênquima formado por uma camada nas regiões intercostais e até nove camadas nas costelas; clorênquima rico em cloroplastídeos e grãos de amido; endoderme evidente e rica em grãos de amido; sistema vascular com feixes colaterais mais desenvolvidos nas costelas; câmbio fascicular e interfascicular evidente; parênquima medular com células isodiamétricas de grande volume.

Adulteração: Mentha crisper L. apresenta tricomas glandulares com cabeça de doze células e tricomas tectores de paredes finas e de uma a seis células.

IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada (5.2.17.1)*, utilizando sílica-gel GF₂₅₄, com espessura de 250 µm, como fase estacionária e tolueno e acetato de etila (95:5) como fase móvel. Aplicar, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução (1)* e 10 µL da *Solução (2)*, recentemente preparadas, descritas a seguir.

Solução (1): agitar 0,2 g da droga recentemente pulverizada com 2 mL de cloreto de metileno. Filtrar. Evaporar à secura (40 °C) e dissolver o resíduo em 0,1 mL de tolueno.

Solução (2): diluir 50 mg de mentol SQR, 20 µL de 1,8-cineol, 10 mg de timol e 10 µL de acetato de mentila em tolueno e completar a 10 mL com o mesmo solvente.

Desenvolver o cromatograma. Remover a placa, deixar secar ao ar. Observar sob luz ultravioleta (254 nm). O cromatograma, obtido com a *Solução (1)*, apresenta, na parte superior da cromatoplaça, quatro manchas principais, que correspondem em posição, cor e intensidade de fluorescência àquelas obtidas com a *Solução (2)*. Em seguida, nebulizar a placa com anisaldeído SR e deixar em estufa entre 100 °C e 105 °C, durante 5 a 10 minutos. A mancha correspondente ao acetato de mentila (Rf 0,81 aproximadamente) apresenta coloração azul-violeta, a mancha correspondente ao timol (Rf 0,65 aproximadamente) apresenta coloração rósea, a mancha correspondente ao 1,8-cineol (Rf 0,60 aproximadamente) apresenta coloração de azul a violeta-castanho e a mancha correspondente ao mentol (Rf 0,55 aproximadamente) apresenta coloração de azul a violeta.

ENSAIOS DE PUREZA

Material estranho (5.4.2.2). No máximo 10% de caules quadrangulares, glabros ou com tricomas tectores; escassos fragmentos de caules reconhecidos pelas fibras, além de numerosos elementos de vaso, fragmentos de flores como os descritos.

Água (5.4.2.3). No máximo 12,0%.

Cinzas totais (5.4.2.4). No máximo 15,0%.

DOSEAMENTO

Óleo volátil

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais (5.4.2.7)*. Utilizar balão de 500 mL contendo 200 mL de água como líquido de destilação. Adicionar 0,5 mL de xileno pela abertura k. Utilizar planta seca rasurada. Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil, a partir de 20 g da droga. Destilar por 4 horas.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

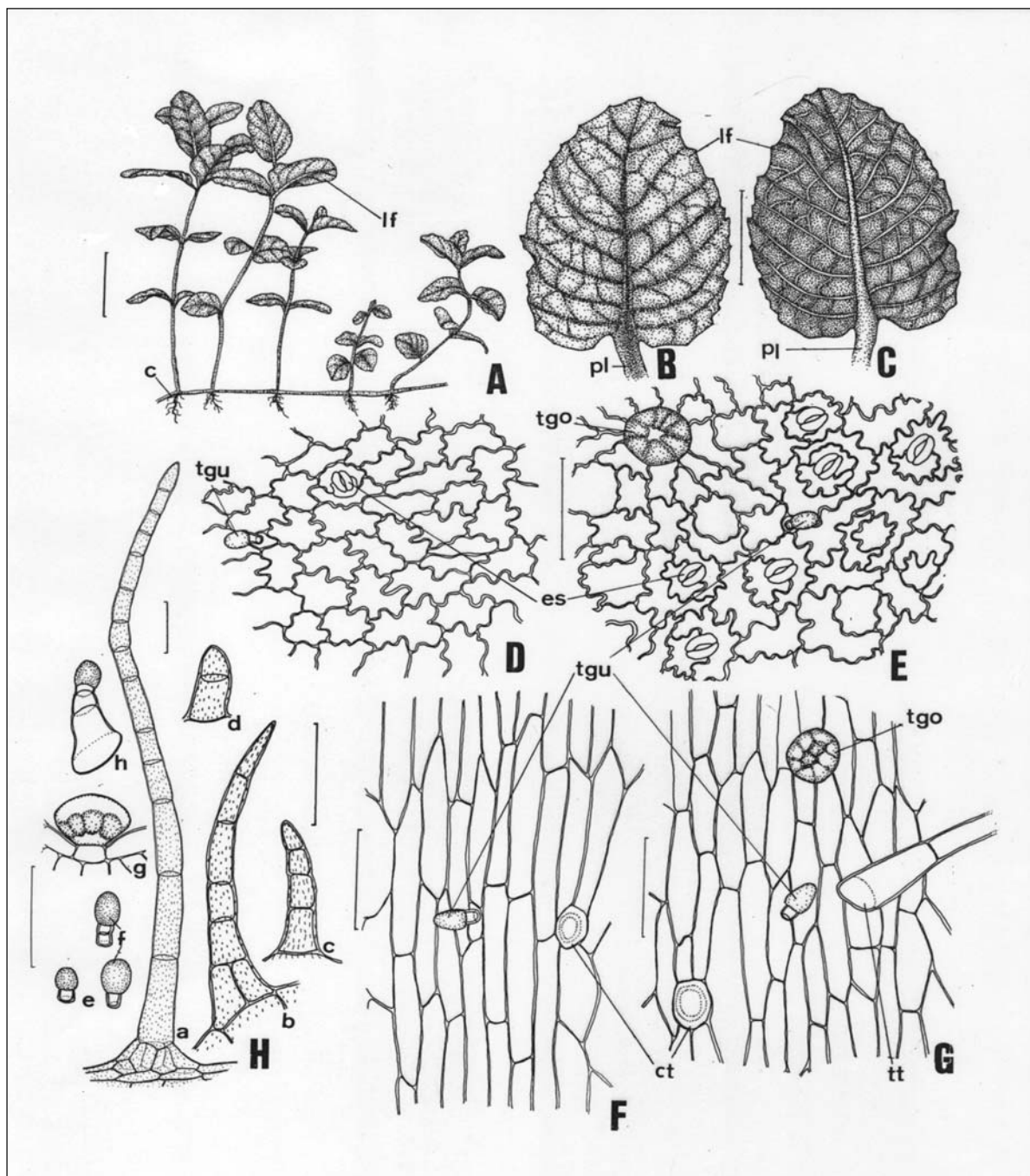


Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Mentha piperita* L.

Complemento da legenda da **Figura 1**. As escalas correspondem em **A** a 2,5 cm; em **B** e **C** a 1 cm; em **D**, **E**, **F**, **G** e **H** a 100µm.

A – aspecto geral de um ramo: caule (c); lâmina foliar (lf). **B** – vista da face adaxial de uma folha: lâmina foliar (lf); pecíolo (pl). **C** – vista da face abaxial de uma folha: lâmina foliar (lf); pecíolo (pl). **D** – detalhe de uma porção da face adaxial da epiderme da lâmina foliar, na região intercostal, em vista frontal: estômato (es); tricoma glandular com cabeça unicelular (tgu). **E** – detalhe de uma porção da face abaxial da epiderme da lâmina foliar, na região intercostal, em vista frontal: estômato (es); tricoma glandular com cabeça octacelular (tgo); tricoma glandular com cabeça unicelular (tgu). **F** – detalhe de uma porção da face adaxial da epiderme da lâmina foliar, sobre a nervura principal, em vista frontal: cicatriz do tricoma tector (ct); tricoma glandular com cabeça unicelular (tgu). **G** – detalhe de uma porção da face abaxial da epiderme da lâmina foliar, sobre a nervura principal, em vista frontal: cicatriz do tricoma tector (ct); tricoma glandular com cabeça octacelular (tgo); tricoma glandular com cabeça unicelular (tgu); tricoma tector (tt). **H** – tricomas: detalhe de um tricoma tector pluricelular unisseriado, com coroa de células basais, em vista lateral (a); detalhe de um tricoma tector pluricelular unisseriado, com a base bisseriada, em vista lateral (b); detalhe de um tricoma tector tetracelular unisseriado, em vista lateral (c); detalhe de um tricoma tector bicelular unisseriado, em vista lateral (d); detalhe de tricoma glandular de cabeça arredondada e pedicelo unicelular, em vista lateral (e); detalhe de tricomas glandulares de cabeça unicelular elíptica, pedicelo unicelular ou bicelular e unisseriado, em vista lateral (f); detalhe de tricoma glandular, com cabeça secretora octacelular, em vista lateral (g); detalhe de tricoma glandular de cabeça unicelular, pedicelo tricelular e unisseriado, em vista lateral (h).

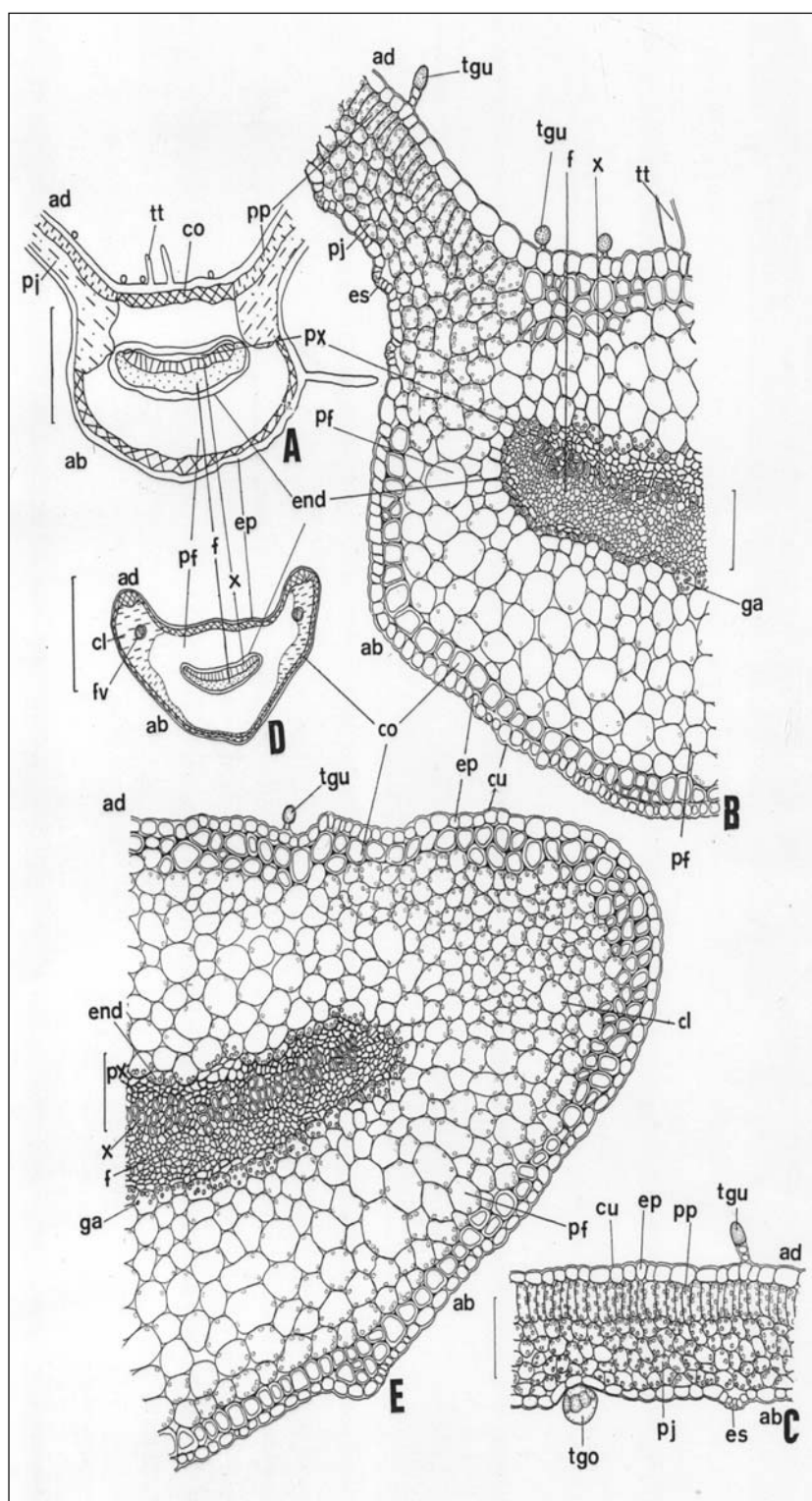


Figura 2 – Aspectos microscópicos em *Mentha piperita* L.

Complemento da legenda da **Figura 2**. As escalas correspondem em **A** a 400 μm ; em **B**, **C** e **E** a 100 μm ; em **D** a 1000 μm .

A – representação esquemática do aspecto geral da região da nervura principal e de porção da região intercostal, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); parênquima esponjoso (pj); tricoma tector (tt); colênquima (co); parênquima paliádico (pp); parênquima do xilema (px); endoderme (end); epiderme (ep); xilema (x); floema (f); parênquima fundamental (pf). **B** – detalhe da região da nervura principal e de porção da região intercostal, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); parênquima paliádico (pp); tricomas glandulares com cabeça unicelular (tgu); parênquima esponjoso (pj); floema (f); xilema (x); tricoma tector (tt); estômato (es); parênquima do xilema (px); parênquima fundamental (pf); endoderme (end);

colênquima (co); epiderme (ep); cutícula (cu); grão de amido (ga). **C** – detalhe da lâmina foliar na região intercostal, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); tricomas glandulares com cabeça unicelular (tgu); parênquima paliçádico (pp); epiderme (ep); cutícula (cu); estômato (es); parênquima esponjoso (pj); tricoma glandular com cabeça octacelular (tgo). **D** – representação esquemática do aspecto geral do pecíolo, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); floema (f); xilema (x); epiderme (ep); endoderme (end); colênquima (co); feixe vascular (fv); clorênquima (cl); parênquima fundamental (pf). **E** – detalhe de porção do pecíolo, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); tricomas glandulares com cabeça unicelular (tgu); colênquima (co); epiderme (ep); cutícula (cu); clorênquima (cl); parênquima fundamental (pf); grão de amido (ga); floema (f); xilema (x); parênquima do xilema (px); endoderme (end).

HORTELÃ PIMENTA ÓLEO VOLÁTIL *Menthae piperitae aetheroleum*

Mentha x piperita L. – LAMIACEAE

Óleo volátil obtido por arraste de vapor d'água das partes aéreas, recém coletadas, da espécie vegetal. O óleo volátil é constituído de, no mínimo, 35,0% de mentol.

CARACTERÍSTICAS

Características organolépticas. Líquido incolor, amarelo pálido ou amarelo esverdeado pálido, com odor e sabor característicos, seguido de sensação de frescor.

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 tolueno e acetato de etila (95:5), como fase móvel. Aplicar, separadamente, à placa, em forma de banda, 20 µL da *Solução (1)* e 10 µL da *Solução (2)*, preparadas recentemente, como descrito a seguir.

Solução (1): dissolver 0,1 mL do óleo volátil em 1 mL de tolueno.

Solução (2): diluir 50 mg de mentol SQR, 20 µL de 1,8-cineol, 10 mg de timol e 10 µL de acetato de mentila em tolueno e completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente.

Desenvolver o cromatograma. Remover a placa, deixar secar ao ar. Observar sob luz ultravioleta (254 nm). As quatro manchas principais obtidas com a *Solução (1)*, na parte superior do cromatograma, correspondem em posição, cor e atenuação de fluorescência àquelas obtidas com a *Solução (2)*. Em seguida, nebulizar a placa com anisaldeído SR e deixar em estufa entre 100 °C e 105 °C, durante 5 a 10 minutos. Examinar imediatamente à luz visível. As manchas principais correspondem a acetato de mentila (com Rf de aproximadamente 0,81 e coloração azul-violeta), timol (com Rf de aproximadamente 0,65 e coloração rósea), 1,8-cineol (com Rf de aproximadamente 0,60 e coloração de azul a violeta-castanho) e mentol (com Rf de aproximadamente 0,55 e coloração de azul a violeta).

ENSAIOS DE PUREZA

Densidade relativa (5.2.5). 0,900 a 0,916.

Índice de refração (5.2.6). 1,457 a 1,467.

Poder rotatório (5.2.8). –10° a –30°.

Índice de acidez (5.2.29.7). No máximo, 1,4. Determinar em 5 g de óleo volátil, diluídos em 50 mL de mistura de solventes.

PERFIL CROMATOGRÁFICO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás* (5.2.17.5). Utilizar cromatógrafo provido de detector de ionização de chamas, utilizando mistura de nitrogênio, ar sintético e hidrogênio (1:1:10) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, preenchida com polidifenildimetilsiloxano, com espessura do filme de 0,25 µm; temperatura da coluna de 60 °C a 300 °C, a 3 °C por minuto (total: 80 minutos), temperatura do injetor a 220 °C e temperatura do detector a 250 °C; utilizar hélio a uma pressão de 80 kPa como gás de arraste; fluxo do gás de 1 mL/minuto.

Solução amostra: diluir o óleo volátil na razão de 2:100 em éter etílico.

Procedimento: injetar 1 µL da *Solução amostra* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. Os índices de retenção relativo dos constituintes do óleo são calculados em relação a uma série homóloga de hidrocarbonetos e comparados com amostras de referência. A concentração relativa é obtida por normalização (integração manual ou eletrônica).

Calcular o Índice de Retenção Relativo, segundo a expressão:

$$IR = 100 \times n + \frac{100 \times (tr_x - tr_z)}{(tr_{z+1} - tr_z)}$$

em que

n = número de átomos de carbono do alceno com tempo de retenção imediatamente anterior ao constituinte “x” a ser caracterizado;

tr_x = tempo de retenção do constituinte “x” (intermediário a tr_z e tr_{z+1});

tr_z = tempo de retenção do alceno imediatamente anterior ao constituinte “x”;

tr_{z+1} = tempo de retenção do alceno com “n + 1” carbonos (imediatamente posterior ao constituinte “x”).

Observar **Figura 1** a seguir.

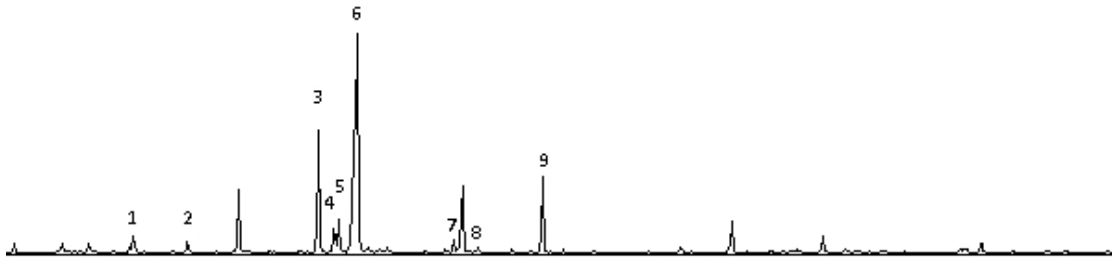


Figura 1 – Cromatograma ilustrativo, obtido com o óleo volátil de *Mentha x piperita*

As porcentagens dos principais constituintes estão dentro dos seguintes intervalos:

<i>Pico</i>	<i>Índice de Retenção</i>	<i>Constituinte</i>	<i>Teor (%)</i>
1	1023	Limoneno	0,5 – 5,0
2	1025	1,8-Cineol	0,5 – 13,0
3	1147	Mentona	6,0 – 30,0
4	1156	Isomentona	2,0 – 10,0
5	1160	Neo-mentol	2,0 – 3,5
6	1165	Mentol	35,0 – 79,0
7	1230	Pulegona	máximo 2,0
8	1237	Carvona	máximo 1,0
9	1290	Acetato de mentila	3,0- 10,0

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipientes de vidro, hermeticamente fechados, ao abrigo da luz, oxigênio e calor.