

Figura 2 – Aspectos da microscopia do pé em *Hyoscyamus niger* L.

Complemento da legenda da Figura 2.

A, B, C, D e E – representação esquemática do pé. A – fragmento da epiderme em vista frontal, na face adaxial: estômato do tipo anisocítico (es); parênquima paliçádico (pp). B – fragmento da epiderme em vista frontal, na face abaxial: estômato do tipo anisocítico (es); tricoma tector (tt). C – fragmento da epiderme mostrando cristais e porções de elementos de vaso por transparência: idioblasto cristalífero (ic); feixe vascular (fv). D – fragmento de porção do mesofilo, em secção transversal: cutícula (cu); epiderme (ep); idioblasto cristalífero (ic); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp). E – tricomas ou porções destes, isolados: tricoma glandular (tg); tricoma tector (tt).

## MELISSA

### Melissae folium

*Melissa officinalis* L. – LAMIACEAE; 09913A droga vegetal é constituída de folhas secas contendo, no mínimo, 4,0% de derivados hidroxicinâmicos totais e, no mínimo 2,0% de ácido rosmarínico e, no mínimo, 0,6% de óleo volátil.

#### CARACTERÍSTICAS

**Características organolépticas.** As folhas amassadas têm odor forte, aromático, semelhante ao citral e sabor aromático agradável e ligeiramente amargo, um pouco adstringente.

#### DESCRIÇÃO MACROSCÓPICA

Folhas inteiras, membranosas, rugosas, opostas-cruzadas, quebradiças, pecioladas, verde-escuras e brilhantes na face adaxial e verde-claras na face abaxial, quando secas às vezes vinosas, principalmente na região próxima ao pecíolo e sobre as nervuras da face abaxial, com tricomas tectores e raros glandulares na face adaxial e com numerosos tricomas tectores e glandulares na face abaxial, estes últimos parecendo pequenos pontos, visíveis com lente de aumento de seis vezes; venação camptódroma-reticulódroma, nervuras depressas na face adaxial e proeminentes na face abaxial, nervuras de menor ordem formando malhas características. Lâmina ovalada a ovalado-cordiforme, com base ovalada, arredondada ou cordiforme, ápice obtuso e margem irregularmente crenado-serrada, finamente ciliada, medindo de 4,0 cm a 8,0 cm de comprimento e 3,0 cm a 5,0 cm de largura. Pecíolo de 0,3 cm a 5,0 cm de

comprimento, verde ou vinoso quando seco, côncavo na face adaxial, convexo na face abaxial e com duas costelas laterais; face adaxial coberta por longos tricomas tectores, os das costelas visíveis a olho nu.

## DESCRIÇÃO MICROSCÓPICA

Lâmina foliar com simetria dorsiventral, anfihipoestomática, com estômatos diaclíticos. Em vista frontal, a cutícula é estriada e as células da epiderme apresentam paredes anticlinais de contorno sinuoso na face adaxial e muito sinuosas na face abaxial na região entre as nervuras, e paredes retilíneas sobre as nervuras. A epiderme da lâmina foliar apresenta até seis tipos de tricomas: (1) tectores cônicos a triangulares, dentiformes, unicelulares, raramente bicelulares, curtos, de paredes verrucosas e cutícula espessa; (2) tectores pluricelulares unisseriados, de três a cinco células, sendo a apical de ápice agudo, de aspecto uncinado, de paredes espessas e cutícula áspera, verrucosa ou estriada; (3) tectores pluricelulares unisseriados, de três a nove células, muito longos, de paredes espessas e cutícula áspera, verrucosa ou estriada; (4) tectores, pluricelulares unisseriados, de três a nove células, muito longos e de base alargada, formada por uma coroa de células; (5) glandulares de cabeça unicelular ou bicelular, arredondada e pedicelo unicelular, bicelular ou tritelular; (6) glandulares peltados, quase sésseis, com pedicelo unicelular e localizado abaixo das demais células epidérmicas e com cabeça secretora octocelular, capitada, com cutícula dilatada, apresentando coloração geralmente parda. Em secção transversal, a cutícula é espessa, rugosa e estriada e a epiderme é uniestratificada, com células achatadas transversalmente na face adaxial, maiores do que as da face abaxial; são visíveis antocianinas, principalmente nas células da face abaxial das folhas jovens; os estômatos são projetados; tricomas tectores do tipo 1 ocorrem em maior número na face abaxial e os do tipo 2 são mais comuns sobre as nervuras da face adaxial; tricomas tectores do tipo 3 ocorrem principalmente na face adaxial e são mais comuns sobre as nervuras; tricomas tectores do tipo 4 são ocorrentes na face abaxial na região das nervuras e na região intercostal da face adaxial; tricomas glandulares dos tipos 5 e 6 são mais comuns na face abaxial. O parênquima paliçádico é compacto e uniestratificado, ocupando quase a metade da secção e o parênquima esponjoso é pouco frouxo e biestratificado ou triestratificado; na região do bordo foliar estes tecidos são mais compactos; grãos de amido presentes em todos os tecidos; gotas de óleo ausentes; cristais de oxalato de cálcio ausentes. A nervura principal, em secção transversal, apresenta cutícula lisa na face adaxial e estriada na abaxial, as células epidérmicas são isodiamétricas, o colênquima é angular, uniestratificado junto à face abaxial e com três a quatro camadas junto à face adaxial, seguido por clorênquima de células isodiamétricas, com uma a duas camadas junto à face abaxial e por até seis camadas junto à face adaxial, e por um parênquima também com células isodiamétricas, de paredes finas, com maiores espaços intercelulares e maior desenvolvimento junto à face

abaxial. O sistema vascular é formado em regra por um único feixe colateral, raro dois ou três, envolvido por uma endoderme contínua ou não; o câmbio fascicular é evidente. O pecíolo, em secção transversal, apresenta cutícula espessa, rugosa e estriada, epiderme uniestratificada de células isodiamétricas, que podem conter antocianinas, os estômatos são projetados; os tricomas são os mesmos citados para a lâmina; nas regiões das proeminências laterais, é bastante comum a ocorrência de tricomas tectores, longos e de base alargada, (tipo 4 – citado para a lâmina foliar), raros na face abaxial. Os tricomas tectores, unisseriados e longos (tipo 3), ocorrem principalmente na face adaxial e os tricomas tectores cônicos, dentiformes (tipo 1), ocorrem em maior número na face abaxial. Os tricomas glandulares octocelulares (tipo 6) são mais comuns na face abaxial. O colênquima é angular, possui cloroplastídeos e esta distribuído em toda a extensão do pecíolo, uniestratificado ou biestratificado na face adaxial e triestratificado na face abaxial; na região das costelas ocorrem até sete camadas. É seguido por um clorênquima mais compacto e com mais cloroplastídeos junto às costelas e por um parênquima formado por células isodiamétricas, de paredes delgadas, com espaços intercelulares pequenos e poucos cloroplastídeos. O sistema vascular é formado por três a cinco feixes colaterais, cada um deles envolvido por endoderme; o floema pode apresentar células pétreas junto às fibras e o xilema tem distribuição radial; o câmbio fascicular é evidente. Grãos de amido ocorrem em todos os tecidos, em maior densidade no clorênquima e na endoderme.

## DESCRIÇÃO MICROSCÓPICA DO PÓ

O pó atende a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: odor de citral; coloração esverdeada; fragmentos de epiderme foliar com células de paredes anticlinais sinuosas e estômatos diaclíticos e com cicatrizes dos tricomas tectores do tipo dentiforme; grande quantidade de tricomas conforme os descritos; fragmentos de mesofilo como descrito; cristais de oxalato de cálcio ausentes.

## DESCRIÇÃO MACROSCÓPICA DAS IMPUREZAS

Os caules, ramos, flores e frutos da própria espécie, se presentes como impureza, caracterizam-se: caule quadrangular, piloso quando jovem; flores pequenas, estipitadas e protegidas por brácteas foliáceas, semelhantes às demais folhas; cálice pubescente, tubuloso-campanulado, bilabiado, lábio superior tridentado e inferior bifido; corola branca a amarelada ou rosada, com tubo recurvado e limbo com dois lobos desiguais, o superior ereto, bifido e o inferior estendido, trilobado, com lobos obtusos, sendo o mediano o mais longo; estames quatro, didínamos, coniventes sob o lábio superior da corola, anteras com tecas divergentes; ovário súpero, tetralobado, com lóculos monospermicos; estilete ginobásico, bifido; fruto tetraquênio, de coloração marrom.

## DESCRIÇÃO MICROSCÓPICA DA IMPUREZA CORRESPONDENTE AO CAULE

Os caules da própria espécie, se presentes como impureza, apresentam, em estrutura primária, cutícula espessa e estriada, epiderme uniestratificada com células poliédricas, estômatos distribuídos próximos às costelas e localizados muito acima das demais células epidérmicas, muitos tricomas, mais comumente o tipo 6, além dos tipos 2 e 5 e os do tipo 4 distribuem-se nas costelas. O córtex apresenta colênquima angular distribuído por toda a extensão e mais desenvolvido nas costelas, clorênquima e parênquima cortical formado por células isodiamétricas com grandes espaços intercelulares. A endoderme possui grande quantidade de grãos de amido e envolve os quatro feixes colaterais. O parênquima medular é formado por células isodiamétricas de grande volume e de paredes delgadas. Em estrutura secundária, a epiderme e o córtex mantêm suas características, exceto a clara redução de tricomas e a comum ocorrência de células pétreas no parênquima cortical. O floema possui grande quantidade de fibras, o câmbio vascular é evidente e o xilema apresenta grande quantidade de grãos de amido. Estes grãos ocorrem em todos os tecidos, exceto na epiderme e em maior quantidade quando em estrutura secundária.

## IDENTIFICAÇÃO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* (5.2.17.1), utilizando sílica-gel GF<sub>254</sub> com espessura de 250 µm, como suporte e uma mistura de hexano e acetato de etila (90:10) como fase móvel. Aplicar, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução (1)* e 10 µL da *solução (2)*, recentemente preparadas, como descrito a seguir.

*Solução (1)*: transferir cerca de 2 g da droga moída para balão de fundo redondo de 250 mL, adicionar 100 mL de água. Adicionar 0,5 mL de xileno pela abertura lateral k e destilar durante uma hora conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais* (5.4.2.6). Após a destilação, transferir a fase orgânica para um balão aferido de 1 mL, lavar o tubo graduado do aparelho com um pouco de xileno e completar 1 mL com o mesmo solvente.

*Solução (2)*: dissolver 1 µg de citronelal e 10 µg de citral em 25 mL de xileno.

Desenvolver o cromatograma. Remover a placa, deixar secar ao ar. Em seguida, nebulizar a placa com solução de anisaldeído e deixar em estufa entre 100 °C e 105 °C, durante 10 a 15 minutos. O cromatograma obtido com a *Solução (2)* apresenta, no terço inferior, uma mancha dupla de coloração violeta-acinzentada a violeta-azulada (citral) e, acima desta, uma mancha de coloração cinzenta a violeta-acinzentada (citronelal). O cromatograma obtido com a *Solução (1)* apresenta manchas similares na posição e coloração às manchas obtidas no cromatograma da *Solução (2)* e, entre estas manchas, uma mancha violeta-avermelhada (epoxicariofileno). Outras manchas podem ser observadas.

## ENSAIOS DE PUREZA

**Material estranho (5.4.2.2).** No máximo 10,0% de caules e flores.

**Água (5.4.2.3).** No máximo 10,0%. Determinar em 1 g da amostra moída (355 µm), em estufa entre 100 °C e 105°C, durante 2 h.

**Cinzas totais (5.4.2.4).** No máximo 12,0%.

## DOSEAMENTO

Derivados hidroxicinâmicos totais

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

*Solução (1)*: transferir, exatamente, 0,2 g da droga pulverizada para balão de fundo redondo. Acrescentar 190 mL de etanol a 50% (v/v) e aquecer em banho-maria, sob refluxo, durante 30 minutos. Esfriar e filtrar. Lavar o filtro com 10 mL de etanol a 50% (v/v). Transferir o filtrado e a solução de lavagem para balão volumétrico de 200 mL e completar o volume com etanol a 50% (v/v).

*Solução (2)*: em um tubo de ensaio, adicionar 1 mL da *Solução (1)*, 2 mL de ácido clorídrico 0,5 M, 2 mL de uma solução preparada dissolvendo 10 g de nitrito de sódio e 10 g de molibdato de sódio em 100 mL de água e, após, 2 mL de hidróxido de sódio 2 M e completar o volume para 10 mL com água e misturar.

*Solução branco*: em outro tubo de ensaio, adicionar 1 mL da *Solução (1)*, 2 mL de ácido clorídrico 0,5 M, 2 mL de hidróxido de sódio 2 M e completar o volume para 10 mL com água.

Medir a absorvância da *Solução (2)* em 505 nm, após o seu preparo. Utilizar a *Solução branco* para o ajuste do zero. Calcular o teor, em percentagem, de derivados hidroxicinâmicos totais, expresso em ácido rosmarínico, considerando 400 como valor de absorvância específica do ácido rosmarínico em 505 nm, segundo a expressão:

$$DHC = \frac{A \times 5}{m}$$

em que

DHC = derivados hidroxicinâmicos totais, expresso em ácido rosmarínico (%);

A = absorvância da *Solução (2)*;

m = massa da droga vegetal considerando a determinação de água.

## Ácido rosmarínico

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* (5.2.17.4). Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 332 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 150 mm de

comprimento e 3,9 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (4 µm), mantida a temperatura ambiente; fluxo da fase móvel de 0,6 mL/minuto.

*Eluente A:* água e ácido trifluoracético (100:0,1).

*Eluente B:* acetonitrila e ácido trifluoracético (100:0,1).

*Gradiente da Fase móvel:* adotar sistema de gradiente descrito na tabela a seguir:

<b>Tempo (minutos)</b>	<b>Eluente A (%)</b>	<b>Eluente B (%)</b>	<b>Eluição</b>
0 – 14	90 → 61	10 → 39	gradiente linear
14 – 16	61 → 50	39 → 50	gradiente linear
16 – 18	50 → 90	50 → 10	gradiente linear
18 – 23	90	10	isocrática

*Solução amostra:* pesar exatamente, cerca de 0,1 g da droga seca e moída (800 µm) e colocar em tubo de centrífuga fechado. Adicionar 5 mL de etanol 40% (v/v) e levar ao banho de ultrassom durante 10 minutos. Centrifugar por 5 minutos a 1500 rpm. Separar o sobrenadante transferindo-o para balão volumétrico de 10 mL. Extrair novamente o resíduo da droga com 4 mL de etanol 40% (v/v) em banho de ultrassom durante 5 minutos. Centrifugar e transferir o sobrenadante para o mesmo balão volumétrico e completar o volume para 10 mL com etanol 40% (v/v). Diluir 50 µL da solução resultante em 0,3 mL de água.

*Solução padrão estoque:* dissolver 10 mg de ácido rosmarínico em 10 mL de metanol.

*Soluções para curva analítica:* diluir uma alíquota de 200 µL da *Solução padrão estoque*, à metade, de modo a obter solução a 0,25 mg/mL. Realizar diluições sucessivas da diluição anterior, em metanol, de modo a obter concentrações de 7,80 µg/mL, 15,60 µg/mL, 31,25 µg/mL, 62,50 µg/mL, 125 µg/mL e 250 µg/mL.

*Procedimento:* injetar, separadamente, 10 µL das *Soluções para curva analítica* e da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas dos picos. O tempo de retenção é de aproximadamente 10,3 minutos para o ácido rosmarínico. Calcular o teor de ácido rosmarínico na amostra a partir da equação da reta obtida com a curva de calibração. O resultado é expresso pela média das determinações em gramas de ácido rosmarínico por 100 gramas da droga (%), considerando o teor de água

## Óleos voláteis

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais (5.4.2.7)*. Utilizar balão de 1000 mL contendo 500 mL de água como líquido de destilação. Adicionar 0,5 de xilol pela abertura lateral k. Utilizar planta seca rasurada e não contundida. Proceder imediatamente à determinação do óleo volátil, a partir de 20 g da droga rasurada. Destilar por 4 horas.

## 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 arraste de 1 mL/minuto.

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

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

Calcular o Índice de Retenção Relativo, segundo a expressão:

$$K = 100 \times n + \frac{100 \times (t_x - t_z)}{(t_{z+1} - t_z)}$$

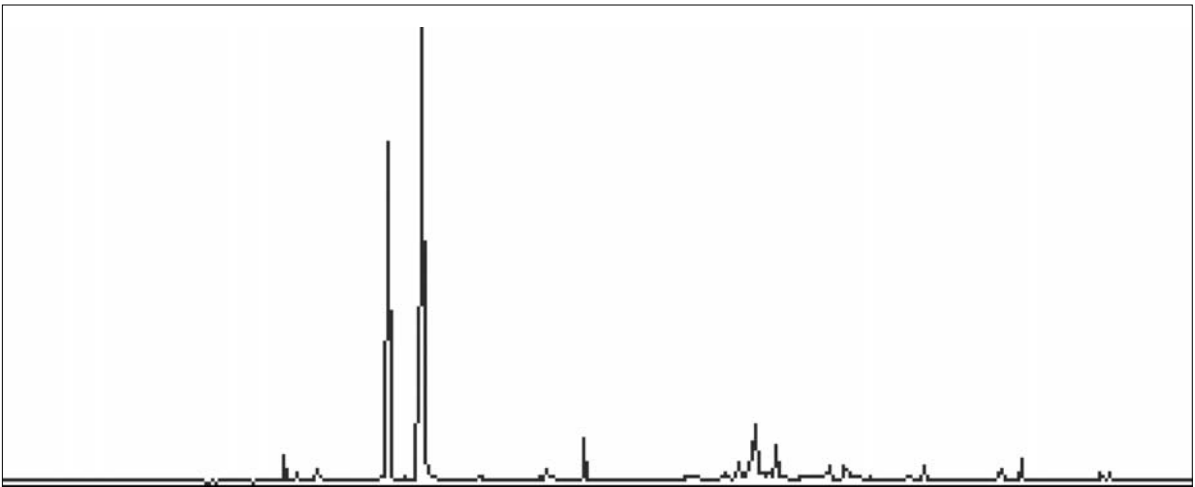
em que

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

$t_x$  = tempo de retenção do constituinte “x” (intermediário a  $t_z$  e  $t_{z+1}$ );

$t_z$  = tempo de retenção do alcano imediatamente anterior ao constituinte “x”;

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



**Figura 1** – Cromatograma ilustrativo obtido com o óleo volátil de *Melissa officinalis* L.

As porcentagens dos principais compostos estão dentro dos seguintes intervalos:

<i>Pico</i>	<i>Índice de Retenção</i>	<i>Constituinte</i>	<i>Teor (%)</i>
1	1234	Neral (cital b)	30,4 - 32,9
2	1265	Geranial (cital a)	49,0 - 53,3
3	1404	Beta-cariofileno	2,6 -3,1
4	1579	Óxido de cariofileno	3,9 - 6,4

#### EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente de vidro bem fechado, ao abrigo da luz, calor e umidade.

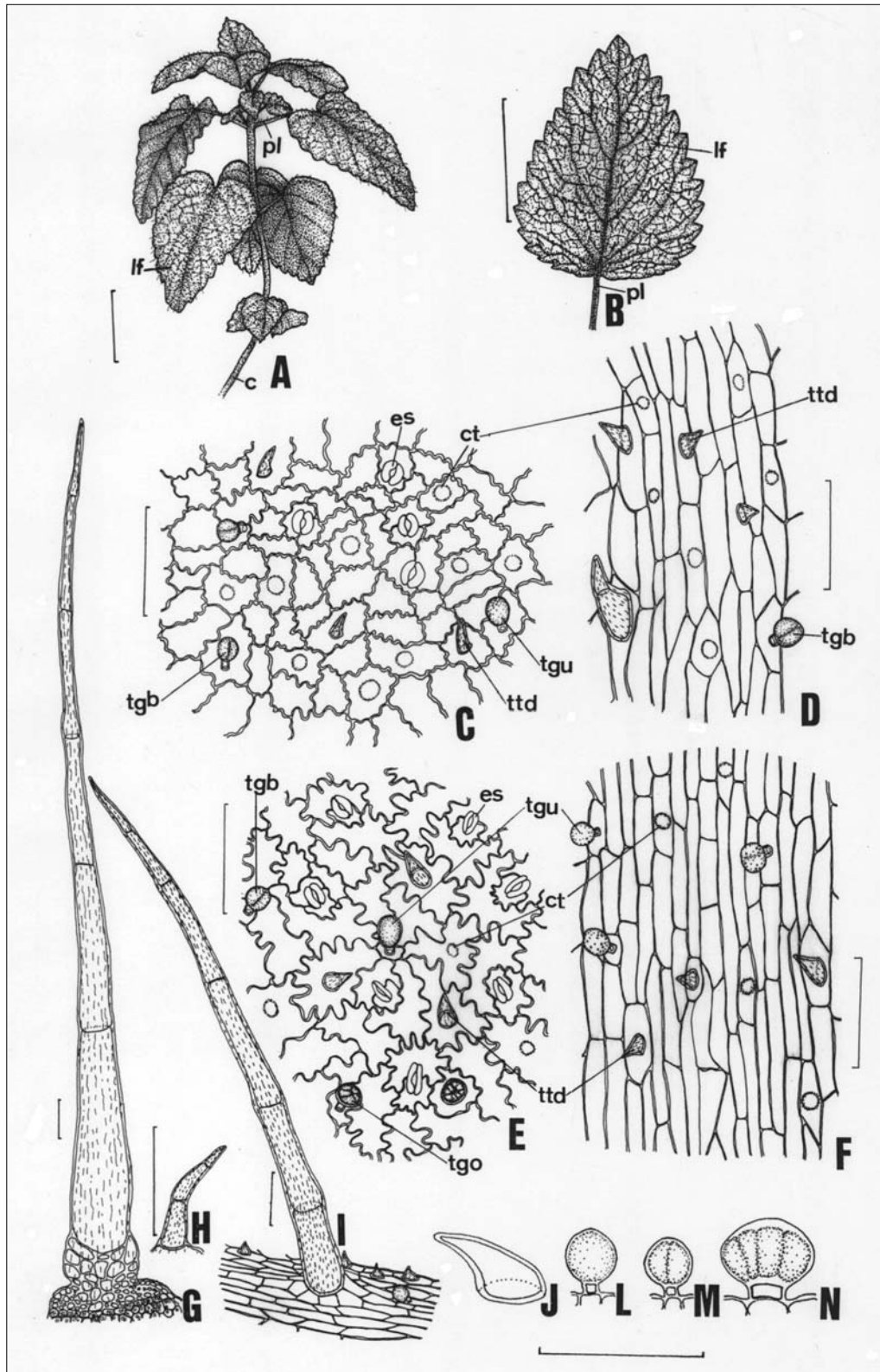


Figura 2 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Melissa officinalis* L.

Complemento da legenda da Figura 2. As escalas correspondem em A e B a 3 cm; em C, D, E, F, G, H, I, J, L, M e N a 100 µm.

**A** – aspecto geral de um ramo: caule (c); lâmina foliar (lf); pecíolo (pl). **B** – detalhe da face adaxial de uma folha: lâmina foliar (lf); pecíolo (pl). **C** – detalhe de uma porção da face adaxial da lâmina foliar, na região do intercostal, em vista frontal: cicatriz do tricoma tector do tipo dentiforme (ct); estômato (es); tricoma glandular com cabeça bicelular, tipo 5 (tgb); tricoma glandular com cabeça unicelular, tipo 5 (tgu); tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (tt). **D** – detalhe de uma porção da face adaxial da lâmina foliar, sobre a nervura principal, em vista frontal: cicatriz do tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ct); tricoma glandular com cabeça bicelular, tipo 5 (tgb); tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (tt). **E** – detalhe de uma porção da face abaxial da lâmina foliar, na região intercostal, em vista frontal: cicatriz do tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ct); estômato (es); tricoma glandular com cabeça bicelular, tipo 5 (tgb); tricoma glandular com cabeça octacelular, tipo 6 (tgo); tricoma glandular com cabeça unicelular, tipo 5 (tgu); tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (tt). **F** – detalhe de uma porção da face abaxial da lâmina foliar, sobre a nervura principal, em vista frontal: cicatriz do tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ct); tricoma glandular com cabeça unicelular, tipo 5 (tgu); tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (tt). **G** – detalhe de um tricoma tector pluricelular unisseriado, com coroa de células basais, tipo 4, em vista lateral. **H** – detalhe de um tricoma tector pluricelular unisseriado, de aspecto uncinado, tipo 2, em vista lateral. **I** – detalhe de um tricoma tector pluricelular unisseriado, tipo 3, em vista lateral. **J** – detalhe de um tricoma tector dentiforme, unicelular, tipo 1, em vista lateral. **L** – detalhe de um tricoma glandular de cabeça unicelular, tipo 5, em vista lateral. **M** – detalhe de um tricoma glandular de cabeça bicelular, tipo 5, em vista lateral. **N** – detalhe de um tricoma glandular, com cabeça secretora octocelular, tipo 6, em vista lateral.

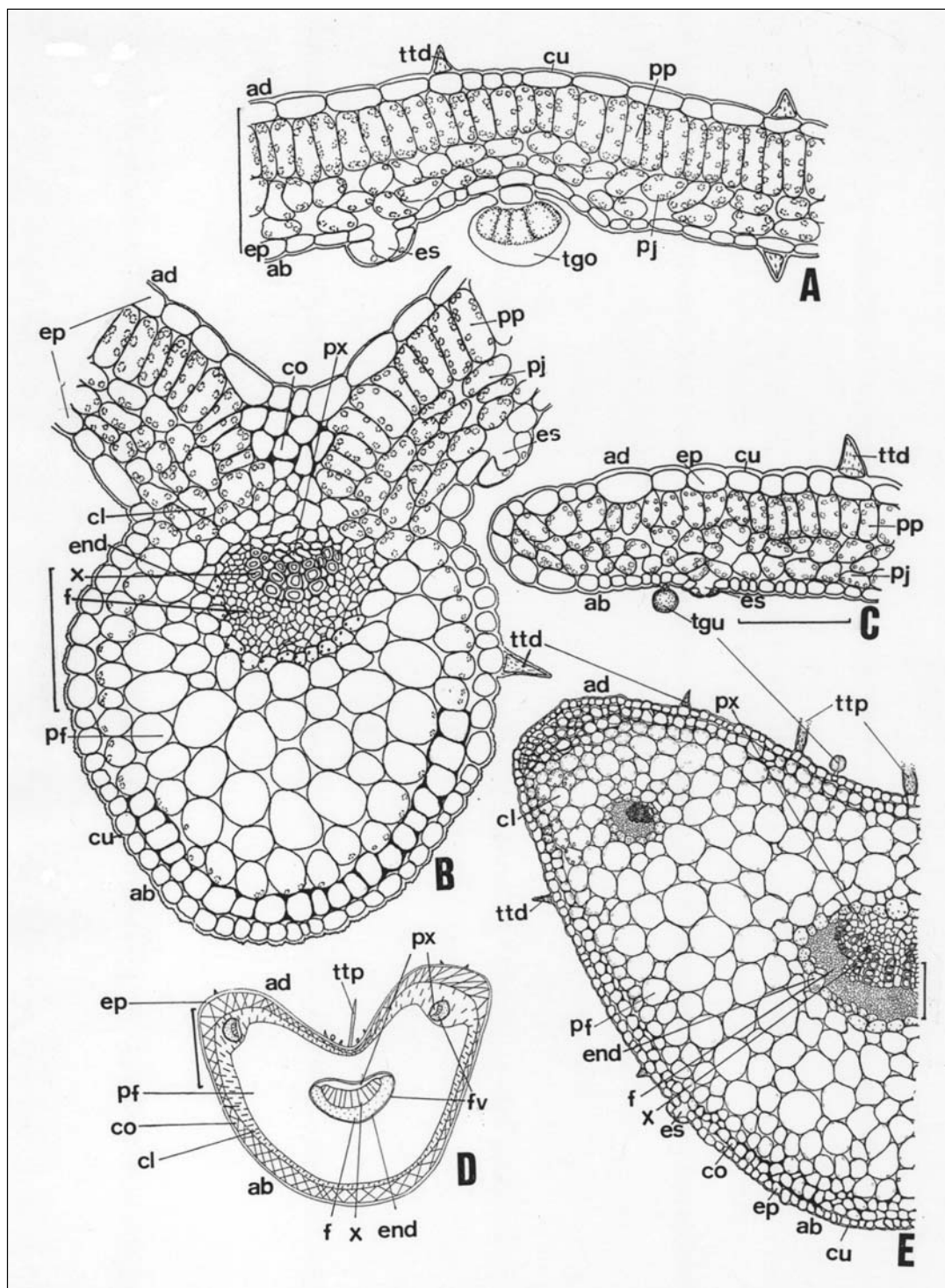


Figura 3 – Aspectos microscópicos em *Melissa officinalis* L.

Complemento da legenda da Figura 3. As escalas correspondem em A, B, C e E a 100 µm; em D a 400 µm.

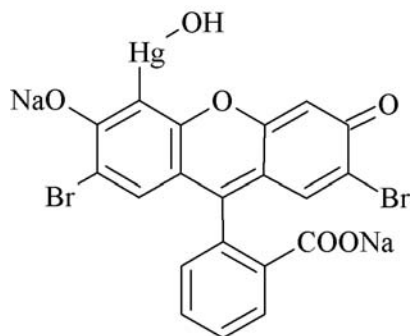
A – detalhe de uma porção da região do mesófilo, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); cutícula (cu); epiderme (ep); estômato (es); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ttd); tricoma glandular com cabeça octocelular, tipo 6 (tgo). B – detalhe da região da nervura principal e de porção do mesófilo, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); clorênquima (cl); colênquima (co); cutícula (cu); endoderme (end); epiderme (ep); estômato (es); floema (f); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); parênquima do xilema (px); tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ttd); xilema (x). C – detalhe de uma porção do bordo foliar, em



secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); cutícula (cu); epiderme (ep); estômato (es); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliádico (pp); tricoma glandular com cabeça unicelular, tipo 5 (tgu); tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ttt). **D** – representação esquemática do aspecto geral do pecíolo, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial (ad); clorênquima (cl); colênquima (co); endoderme (end); epiderme (ep); floema (f); feixe vascular (fv); parênquima fundamental (pf); parênquima do xilema (px); tricoma tector pluricelular unisseriado, tipo 3 (tpp); xilema (x). **E** – detalhe de porção do pecíolo, em secção transversal: face abaxial (ab); face adaxial(ad); clorênquima (cl); colênquima (co); cutícula (cu); endoderme (end); epiderme (ep); estômato (es); floema (f); parênquima fundamental (pf); parênquima do xilema (px); tricoma glandular com cabeça bicelular, tipo 5 (tgu); tricoma tector do tipo dentiforme, tipo 1 (ttt); tricoma tector pluricelular unisseriado, tipo 3 (tpp), xilema (x).

## MERBROMINA

### Merbrominum



$C_{20}H_8Br_2HgNa_2O_6$ ; 750,65  
merbromina; 05676

Sal de sódio do (2'7'-dibromo-3',6'-diidroxí-3-oxospiro[isobenzofuran-1(3H),9'-[9H]xanten]-4'-il) hidroximercúrio (2:1)  
[129-16-8]

Contém, no mínimo, 22,4% e, no máximo, 26,7% de mercúrio (Hg = 200,59) e, no mínimo, 18,0% e, no máximo, 22,4% de bromo (Br = 79,90), em relação à substância dessecada.

## DESCRIÇÃO

**Características físicas.** Escama ou grânulo verde-metálico a castanho-avermelhado.

**Solubilidade.** Facilmente solúvel em água, porém, algumas vezes deixa pequena quantidade de matérias insolúveis, praticamente insolúvel em etanol, acetona, éter etílico e em clorofórmio.

## IDENTIFICAÇÃO

**A.** A solução a 0,05% (p/v) apresenta cor vermelha e fluorescência verde amarelada.

**B.** A 5 mL de solução a 0,4% (p/v) adicionar três gotas de ácido sulfúrico SR. Produz-se precipitado laranja-avermelhado.

**C.** Aquecer 0,1 g da amostra com pequenos cristais de iodo em tubo de ensaio. Cristais vermelhos são sublimados na parte superior do tubo. Se forem produzidos cristais amarelos, atritar com bastão de vidro. A cor dos cristais passa para vermelho.

**D.** Pesar 0,1 g da amostra e adicionar 12 mL de solução de hidróxido de sódio a 16,67% (p/v). Evaporar até secura com agitação e incinerar a 600 °C por 1 hora. Dissolver o

resíduo em 5 mL de água e acidificar com ácido clorídrico. Adicionar tres gotas de cloro SR, 2 mL de clorofórmio e agitar; na camada clorofórmica produz-se cor castanho-amarelada.

## ENSAIOS DE PUREZA

**Aspecto da solução.** Dissolver 0,4 g da amostra em 20 mL de água, adicionar 3 mL de ácido sulfúrico SR e filtrar. A coloração do filtrado não é mais intensa que a da *Solução padrão de cor SC C (5.2.12)*.

## Halogênios solúveis

**Preparação amostra:** dissolver 5 g da amostra em 80 mL de água, adicionar 10 mL de ácido nítrico a 10% (p/v) e diluir para 100 mL com água. Homogeneizar e filtrar. Transferir 40 mL do filtrado para tubo de Nessler, adicionar 6 mL de ácido nítrico 10% (p/v) e diluir para 50 mL com água.

**Preparação padrão:** em tubo de Nessler adicionar 0,25 mL de ácido clorídrico 0,01 M, 6 mL de ácido nítrico 10% (p/v) e diluir para 50 mL com água.

**Procedimento:** adicionar aos tubos 1 mL de nitrato de prata 0,1 M, misturar bem e deixar em repouso por 5 minutos ao abrigo da luz. Qualquer turvação produzida na *Preparação amostra* não é mais intensa que aquela obtida na *Preparação padrão*.

## Sais de mercúrio solúveis

**Preparação amostra:** transferir para tubo de ensaio 5 mL do filtrado obtido em *Aspecto da solução* e adicionar 5 mL de água.

**Preparação padrão:** dissolver 40 mg de cloreto de mercúrio (II), exatamente pesados, em água e diluir para 1000 mL com o mesmo solvente. A 20 mL dessa solução adicionar 3 mL de ácido sulfúrico SR. Transferir para tubo de ensaio 5 mL da solução precedente e adicionar 5 mL de água.

**Procedimento:** adicionar aos tubos 1 gota de sulfeto de sódio SR. Qualquer coloração desenvolvida na *Preparação amostra* não é mais intensa que aquela obtida com a *Preparação padrão*.

**Compostos de mercúrio insolúveis.** Dissolver 2,5 g da amostra em 50 mL de água e deixar em repouso por 24 horas, ao abrigo da luz. Centrifugar e lavar o precipitado com pequenas porções de água até que a última lavagem seja incolor. Transferir o precipitado para frasco com rolha esmerilhada, adicionar, exatamente, 5 mL de iodo 0,05 M SV e deixar em repouso por 1 hora, agitando frequentemente. Adicionar, gota a gota, 4,3 mL de tiosulfato de sódio 0,1 M SV, com agitação. Adicionar 1 mL de amido SI. Desenvolve-se coloração azul.