



Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Matricaria chamomilla* L. por cromatografia a gás acoplada a detector por ionização de chama. 1-(Z)-β-farneseno, 2- óxido de bisabolol B, 3- bisabolona, 4- α-bisabolol, 5- camazuleno, 6- óxido de bisabolol A.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

CAMOMILA, tintura *Matricariae flos tinctura*

A tintura é obtida a partir de capítulos florais secos *Matricaria chamomilla* L., contendo, no mínimo, 0,025% de apigenina-7-O-glicosídeo (C₂₁H₂₀O₁₀, 432,38).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10,0% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando etanol a 70,0% como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de cor laranja-amarelada ou castanho-esverdeado, com odor característico.

IDENTIFICAÇÃO

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

Fase estacionária: sílica-gel GF₂₅₄.

Fase móvel: tolueno e acetato de etila (97:3).

Solução amostra: diluir 500 µL da tintura em 500 µL de etanol.

Solução referência: diluir 2 µL de camazuleno, 5 µL de levomenol e 10 mg de acetato de bornila em 5 mL de tolueno.

Revelador: dissolver 1 g de vanilina em 100 mL de metanol. Adicionar 4 mL de ácido clorídrico e 5 mL de ácido sulfúrico.

Procedimento: aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaça e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de vanilina sulfúrica SR, aquecer a 105 °C durante 1 minuto.

Resultados: no esquema abaixo estão representadas as zonas obtidas com a *Solução de referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.

Parte superior da placa	
Camazuleno: zona de coloração vermelho rosada	Zona de coloração vermelho rosada
Acetato de bornila: zona de coloração azul violácea	Zona de coloração azul violácea
Levomenol: zona de coloração violácea	Zona de coloração violácea
	Zona de coloração violácea
	Zona de coloração amarelo-esverdeada
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

TESTES

Densidade relativa (5.2.5). 0,9010 a 0,9500.

Etanol (5.3.3.8.1). 60% (v/v) a 70% (v/v).

Metanol e 2-propanol (5.4.2.2.1). No máximo 0,05% (v/v) de metanol e, no máximo, 0,05% (v/v) de 2-propanol.

Resíduo seco (5.4.2.2.2). No mínimo 2,5%.

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.

DOSEAMENTO

Apigenina-7-O-glicosídeo

Proceder conforme descrito em *Cromatografia líquida de alta eficiência (5.2.17.4)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 340 nm; pré-coluna empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm); fluxo da *Fase móvel* de 0,6 mL/minuto.

Fase móvel (1): água e ácido fórmico (99,5:0,5).

Fase móvel (2): metanol e ácido fórmico (100:0,08).

Tempo (minutos)	<i>Fase móvel (1) %</i>	<i>Fase móvel (2) %</i>	Sistema de eluição
0 - 3	75→50	25→50	gradiente linear
3 - 20	50	50	Isocrático
20 - 23	50→0	50→100	gradiente linear
23 - 30	0	100	Isocrático
30 - 31	0→75	100→25	gradiente linear
31 - 40	75	25	Isocrático

Diluyente: mistura da *Fase móvel (1)* e *Fase móvel (2)* (75:25).

Solução amostra: diluir 25 µL da tintura em 975 µL do *Diluyente*. Filtrar através de membrana de 0,45 µm.

Solução referência: dissolver 1,0 mg de apigenina-7-glicosídeo em 10,0 mL de metanol. Diluir 250 µL até 2 mL com o *Diluyente*.

Procedimento: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Calcular o teor, em porcentagem, de apigenina-7-O-glicosídeo total, segundo a expressão:

$$TA = \frac{A_1 \times m_2 \times P \times 0,0125}{A_2 \times m_1}$$

em que,

TA = teor de apigenina-7-O-glicosídeo % (p/p);

A₁ = área sob o pico correspondente à apigenina-7-O-glicosídeo na *Solução amostra*;

A₂ = área sob o pico correspondente à apigenina-7-O-glicosídeo na *Solução referência*;

m₁ = massa em gramas da tintura, determinada a partir da densidade;

m₂ = massa em gramas de apigenina-7-O-glicosídeo na *Solução referência*; e

P = pureza percentual declarada da substância de referência apigenina-7-O-glicosídeo.

Adequabilidade do sistema: preparar uma solução contendo 50 µg/mL de rutina em metanol. Misturar 250 µL da solução de rutina e 250 µL da *Solução referência* de apigenina-7-*O*-glicosídeo descrita acima. Completar o volume a 1 mL. Injetar 10 µL dessa solução. O cromatograma obtido deve apresentar resolução mínima de 2 minutos entre os picos de apigenina-7-*O*-glicosídeo e rutina.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

CANELA-DA-CHINA, óleo *Cinnamomi cassiae aetheroleum*

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de folhas e ramos jovens de *Cinnamomum cassia* (L.) J. Presl.

CARACTERÍSTICAS

Líquido fluído, límpido, incolor ou amarelo-claro, com cheiro característico.

IDENTIFICAÇÃO

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

Fase estacionária: sílica gel GF₂₅₄(0,25 mm).

Fase móvel: metanol, tolueno (10:90).

Solução amostra: diluir 0,5 mL do óleo volátil em 1,0 mL de acetona e completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente.

Solução referência: dissolver 50 µL de aldeído *trans*-cinâmico, 10 µL de eugenol, 50 mg de cumarina em acetona e completar o volume para 5 mL com o mesmo solvente.

Procedimento: aplicar em duas cromatoplasas, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução referência* e 2 µL da *Solução amostra*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplasa e deixar secar ao ar. Examinar a primeira placa sob a luz ultravioleta em 254 nm, nebulizar a placa com anisaldeído R e aquecer entre 100 °C e 105 °C durante 5 a 10 minutos. Nebulizar a segunda placa com solução de hidróxido de potássio a 10% em metanol, deixar secar a temperatura ambiente e examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

Resultados: nos esquemas abaixo estão representadas as zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*, com a primeira placa após o exame sob a luz ultravioleta em 254 nm, nebulização com anisaldeído R e com a segunda placa após a nebulização com solução de hidróxido de potássio