

de 50 mL de água. Transferir a fase acetato de etila para balão volumétrico de 50 mL, completar o volume com acetato de etila e homogeneizar.

Solução amostra: transferir 10 mL da *Solução estoque* para um balão volumétrico de 25 mL, adicionar 1 mL da solução de cloreto de alumínio a 2% (p/v) em solução de ácido acético a 5% (v/v) em metanol. Completar o volume do balão volumétrico de 25 mL com a solução de ácido acético a 5% (v/v) em metanol e homogeneizar.

Solução branco: transferir 10 mL da *Solução estoque* para um balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com a solução de ácido acético a 5% (v/v) em metanol e homogeneizar.

Procedimento: medir a absorvância da *Solução amostra* em 425 nm, após exatamente 30 minutos, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular o teor de flavonoides totais expressos em hiperosídeo, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\text{TFT} = \frac{A \times 1,25}{m}$$

em que,

TFT = teor de flavonoides totais expresso em hiperosídeo % (p/p);

A = absorvância medida para a *Solução amostra*; e

m = massa em gramas da tintura de calêndula, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

CAMOMILA, flor *Matricariae flos*

A droga vegetal consiste de capítulos florais secos de *Matricaria chamomilla* L., contendo, no mínimo, 0,4% de óleo volátil, e, no mínimo, 0,25% de apigenina-7-O-glucosídeo (C₂₁H₂₀O₁₀, 432,38).

SINONIMIA CIENTÍFICA

Matricaria recutita L.

Chamomilla recutita (L.) Rausch.

CARACTERÍSTICAS

As inflorescências possuem odor aromático e característico.

IDENTIFICAÇÃO

A. Descrição macroscópica

Capítulos de 10 a 17 mm de diâmetro, constituídos de uma porção central hemisférica ou cônica, de três a 10 mm de diâmetro, internamente oca e externamente coberta de flores tubulosas amarelas, sem páleas, rodeada por 12 a 17 flores marginais, liguladas e brancas. Capítulos maduros e secos com flores liguladas visivelmente voltadas para o pedicelo. Invólucro verde, formado por duas a três séries de brácteas oblongo-lanceoladas, glabras ou com tricomas glandulares bisseriados na face abaxial, imbricadas, com ápices obtusos e margem hialina. Flores marginais pistiladas, dispostas em uma só série, com o tubo da corola curto e reto, levemente amarelado, de até 1,5 mm de comprimento, comprimido na altura da abertura da lígula; lígula bem desenvolvida, tridentada, longo-ovalada ou oblonga, de sete a 10 mm de comprimento por até dois a três mm de largura, marcada por quatro nervuras longitudinais, estas raramente acompanhadas por uma ou duas nervuras paralelas mais curtas; estilete constituído de dois ramos papilosos. Flores centrais perfeitas, numerosas, de até 2,5 mm de comprimento, com tubo reto e limbo pentalobado; lobos agudos, iguais, alargando-se a partir de forte constrição, onde se observa grande densidade de tricomas glandulares; cinco estames, sinânteros e epipétalos; ovário ínfero, estilete igual ao das flores liguladas. Fruto aquênio ovóide, com três a cinco estrias longitudinais.

B. Descrição microscópica

Brácteas do invólucro, quando diafanizadas e em vista frontal, apresentam margem escariosa formada por células alongadas, de paredes finas e com cutícula levemente estriada; a epiderme tem numerosos estômatos anomocíticos e no mesofilo, por transparência, são visíveis elementos de condução e muitas fibras, com numerosas pontoações. A epiderme da corola das flores liguladas e tubulosas, em vista frontal, apresenta cutícula estriada e células com paredes periclinais muito finas e levemente sinuosas; em secção transversal, a epiderme das flores liguladas é fortemente papilosa na face abaxial, assim como na face adaxial dos lobos das flores tubulosas. Ocorrem tricomas glandulares esparsos na epiderme da corola ligulada, particularmente numerosos na débil constrição que corresponde à abertura da lígula e também na face abaxial e margem das corolas tubulosas, onde são abundantes. Em secção transversal, no mesofilo das corolas de ambas as flores ocorrem pequenos agrupamentos de cristais de oxalato de cálcio. As células do ápice dos estiletos, nos estigmas, são nitidamente papilosas. Os filetes dos estames são cilíndricos e a epiderme é composta de células pequenas de paredes levemente espessadas; nas paredes das anteras encontram-se agrupamentos de cristais de oxalato de cálcio e, no seu interior, grãos de pólen esféricos com três poros germinativos e exina espinhosa. Na base do ovário dos dois tipos de flores ocorre um anel formado por três camadas de esclereídes de paredes espessadas e pontoadas; a epiderme do ovário é formada por células alongadas com paredes sinuosas, apresentando fileiras longitudinais de tricomas glandulares com cabeça bisseriada de duas a quatro células, alternadas com células oblongas a fusiformes, contendo mucilagens; numerosos agrupamentos de cristais de oxalato de cálcio ocorrem nas paredes internas do ovário. Os aquênios apresentam células produtoras de mucilagem e tricomas glandulares na superfície; a base do aquênio é formada por um anel de esclereídes isodiamétricos, com paredes grossas e lúmen pequeno.

C. Descrição microscópica do pó

O pó atende a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração amarelada; fragmentos de brácteas do invólucro com margem escariosa e cutícula estriada; estômatos anomocíticos e elementos de condução e fibras com numerosas pontoações; fragmentos de epiderme das corolas com cutícula estriada; fragmentos de epiderme das corolas com papilas; fragmentos de estilete e estigmas com papilas na extremidade destes; fragmentos de ovários ou de aquênios com restos do anel formado pelas camadas de esclereídes de paredes

espessadas e pontoadas; fragmentos de paredes de ovários ou de aquênios com agrupamentos de cristais de oxalato de cálcio; tricomas glandulares bisseriados, com um pé de duas células e com cabeça formada por duas a quatro células por série, com cutícula bem expandida, formando vesícula onde se deposita o óleo volátil; grãos de pólen maduros com cerca de 30 µm; grupos de grãos de pólen imaturos com exina indistinta.

D. 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 50 µL de óleo volátil obtido na *Determinação de óleo volátil* em 1 mL de xileno.

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

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 entre 100 °C e 105 °C durante 1 minuto.

Resultados: no esquema abaixo estão representadas as zonas obtidas com a *Solução 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 Zona de coloração violácea
Levomenol: zona de coloração violácea	Zona de coloração violácea Zona de coloração azul
	Zona de coloração amarelo-esverdeada
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

TESTES

Perda por dessecação (5.2.9). *Método gravimétrico.* No máximo 12%.

Metais pesados (5.4.5). Cumpre o teste.

Matéria estranha (5.4.1.3). No máximo 5,0%.

Cinzas totais (5.4.1.5.1). No máximo 10,0%.

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.

Material fragmentado. Passar 20 g de droga vegetal íntegra por tamis (710) (5.2.11). No máximo 25%.

Aflatoxinas (5.4.4). Cumpre o teste.

Resíduos de agrotóxicos (5.4.3). Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

Determinação de óleo volátil

Proceder conforme descrito em *Determinação de óleos voláteis em drogas vegetais (5.4.1.6)*. Adicionar 30 g de droga recentemente moída em um balão de fundo redondo de 1000 mL contendo 500 mL de água como líquido de destilação e 0,5 mL de xilol no tubo graduado do aparelho tipo clewenger. Destilar a uma velocidade de 3 a 4 mL por minuto durante 4 horas. Após o final da destilação, desligar a água do condensador, porém continuar destilando até que todo conteúdo azul aderido às paredes do condensador se junte ao óleo recolhido no tubo graduado. Reiniciar o fluxo de água e destilar por mais 10 minutos. Medir o volume e expressar o rendimento por 100 g de droga (v/p).

Apigenina-7-O-glucosídeo

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência (5.2.17.4)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 340 nm, pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4 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: Fase móvel (1) e Fase móvel (2) (75:25)

Solução amostra: reduzir 4 g da droga a pó (500) (5.2.11). Introduzir 0,2 g da droga pulverizada em um balão de fundo redondo de 50 mL e adicionar 20 mL de etanol a 96 %. Aquecer, sob refluxo, em

banho-maria durante 15 minutos. Resfriar e filtrar em algodão. Lavar o algodão com 2 mL de etanol a 96%. Adicionar ao filtrado 1 mL de solução de hidróxido de sódio a 8,5% (p/v) recentemente preparada e aquecer sob refluxo em banho-maria por 1 hora. Resfriar. Diluir até 25,0 mL com etanol a 96%. A 5,0 mL dessa solução adicionar 0,05 g de ácido cítrico. Agitar durante 5 minutos. Diluir 500 µL do filtrado obtido à 1,0 mL com o *Diluyente*. Filtrar em unidade filtrante 0,45 µm.

Solução referência: dissolver 1,0 mg de apigenina-7-*O*-glucosídeo em 10,0 mL de metanol. Diluir 250 µL dessa solução 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*-glucosídeo total, segundo a expressão:

$$TA = \frac{A_1 \times m_2 \times P \times 0,625}{A_2 \times m_1}$$

em que,

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

A_1 = área sob o pico correspondente à apigenina-7-*O*-glucosídeo na *Solução amostra*;

A_2 = área sob o pico correspondente à apigenina-7-*O*-glucosídeo na *Solução referência*;

m_1 = massa em gramas da amostra, considerando a perda por dessecação;

m_2 = massa em gramas de apigenina-7-*O*-glucosídeo na *Solução referência*; e

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

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

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

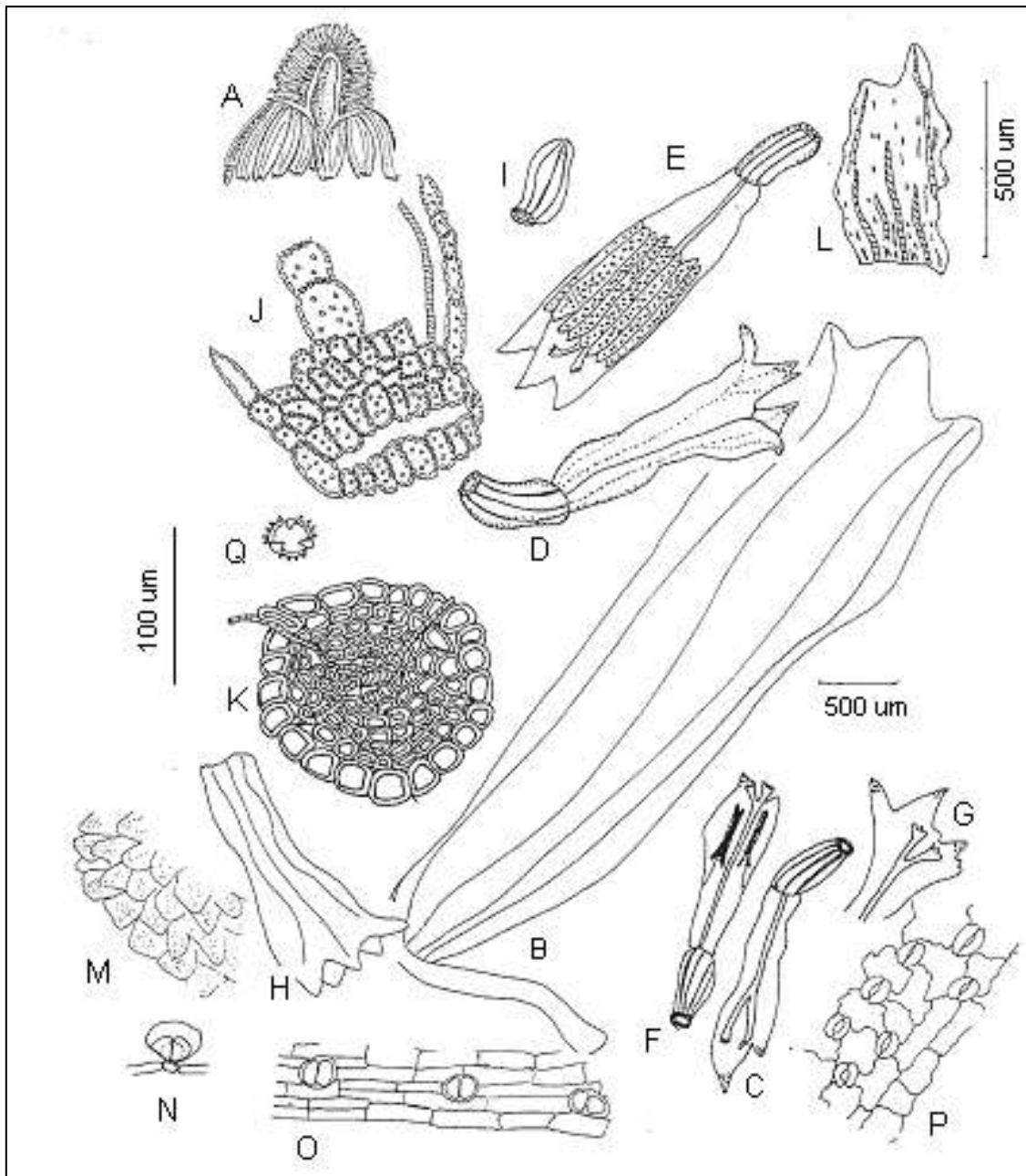


Figura 1–Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Matricaria chamomilla* L.

As escalas correspondem em A a 1 cm, em B e G a 1 mm, em C a F, H-I a 1 mm, em J-K a 100 μm , em L a Q a 500 μm . **A** – aspecto da secção longitudinal do capítulo. **B** - corola ligulada em vista lateral. **C** - fragmento de corola ligulada mostrando o estilete dividido em dois ramos papilosos. **D** - flor com corola tubulosa em vista lateral. **E** - flor tubulosa em vista lateral, seccionada longitudinalmente, mostrando os estames sinânteros. **F** - flor tubulosa em vista lateral, seccionada longitudinalmente, mostrando os estames epipétalos. **G** - fragmento de porção apical de corola mostrando o estilete dividido. **H** - corola tubulosa isolada. **I** - fruto isolado. **J** - anel de esclereídes de paredes espessadas e pontoadas da base do ovário, em vista lateral. **K** - anel de esclereídes de paredes espessadas e pontoadas da base do ovário, em vista frontal. **L** - fragmento de bráctea do involúcro com elementos de condução e muitas fibras. **M** - fragmento de corola com papilas evidentes. **N** - tricoma glandular em vista lateral. **O** - fragmento de epiderme da corola com tricomas glandulares, em vista frontal. **P** - fragmento da epiderme da bráctea do involúcro com estômatos anomocíticos. **Q** - grão de pólen isolado.