

## **CARQUEJA, caule alado**

### ***Baccharis trimerae herbae***

A droga vegetal consiste de caules alados, dessecados e fragmentados de *Baccharis trimera* (Less.) DC., contendo, no mínimo, 1,7% de ácidos cafeícos totais, expressos como ácido clorogênico (C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>O<sub>9</sub>, 354,31).

#### **NOMES POPULARES**

Carqueja-amarga.

#### **IDENTIFICAÇÃO**

##### **A. Descrição macroscópica**

Ramos cilíndricos, trialados, de até 1 m de comprimento, áfilos ou com raras folhas sésseis e reduzidas nos nós. Alas verdes, membranosas, com 0,5 a 1,5 cm de largura; alas dos ramos floríferos mais estreitas do que as demais. Planta dioica, portanto, quando presentes ramos floridos, esses devem ser somente pistilados ou somente estaminados. Inflorescências, quando presentes, do tipo capítulo, branco-amareladas, numerosas, sésseis, dispostas ao longo dos ramos superiores, formando espigas interrompidas, com receptáculo plano, não paleáceo; flores com papus presente, piloso e branco.

##### **B. Descrição microscópica**

O caule apresenta três alas divergentes, com costelas pronunciadas entre cada ala. O eixo caulinar, em secção transversal, apresenta epiderme uniestratificada, coberta por cutícula estriada. Ocorrem poucos estômatos e tricomas glandulares, bisseriados formados por duas células basais e a cabeça com duas séries de quatro células cada uma. O clorênquima é formado por três ou quatro camadas de células interrompidas na região do colênquima. Os canais secretores, de epitélio formado de três a 14 células e acompanhados de colênquima angular, situam-se externamente à endoderme. Internamente ao clorênquima há uma camada contínua de endoderme com estrias de Caspary. O sistema vascular é colateral. Os cordões de fibras do floema são formados por até sete camadas de células. Internamente ao xilema ocorre uma faixa de fibras quase contínua localizada junto ao parênquima medular. A medula é formada por células esféricas ou elípticas, contendo cristais de oxalato de cálcio, prismáticos e piramidais, dispostos principalmente na zona perimedular. Em secção transversal, as alas exibem estrutura isobilateral. A epiderme é uniestratificada e coberta por cutícula estriada. Ocorrem estômatos anomocíticos e anisocíticos, distribuídos em ambas as superfícies. Os tricomas tectores e glandulares ocorrem predominantemente na região dos bordos das alas e na junção dessas com o eixo caulinar. Os tricomas tectores ocorrem raramente e são multiloculares e unisseriados com cerca de seis células que se alargam em direção ao ápice e com célula apical afilada, em forma de T. Os tricomas glandulares são similares aos do eixo caulinar. Feixes vasculares colaterais estão dispostos linearmente no parênquima esponjoso, acompanhados de poucas fibras e rodeados por uma bainha parenquimática. Cada feixe está acompanhado por um ou dois canais secretores com epitélio de quatro a 14 células. O colênquima está restrito a apenas uma camada subepidérmica junto à nervura do bordo da ala; abaixo dele ocorre um grupo de fibras de paredes fortemente espessadas, que envolve um a três canais secretores de diferentes tamanhos.

##### **C. Descrição microscópica do pó**

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: fragmentos de epiderme com cutícula estriada e estômatos anomocíticos e anisocíticos, além dos tricomas descritos; porções de parênquima medular com cristais de oxalato de cálcio; porções de fibras acompanhadas de canais secretores; fragmentos de colênquima angular. Podem ocorrer, dependendo do grau de fragmentação, porções de ramos trialados com e sem capítulos.

#### D. Falsificações e adulterantes

*Baccharis trimera* é comumente adulterada com outras espécies de carquejas, a exemplo de *Baccharis articulata* (Lam.) Pers. e *Baccharis crispa* Spreng. Em *Baccharis articulata* ocorrem duas alas caulinares e um tricoma glandular multicelular e unisseriado, formado por cinco células, sendo a célula apical globosa, enquanto *Baccharis crispa* apresenta três alas caulinares e tricoma tector multicelular, unisseriado, formado por duas células basais, sendo a célula apical alongada e afilada.

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

*Fase estacionária*: sílica-gel GF<sub>254</sub> (0,250 mm).

*Fase móvel*: tolueno e acetato de etila (70:30).

*Solução amostra*: agitar 2 g da amostra com 10 mL de cloreto de metileno durante 10 minutos. Filtrar e desprezar a solução de cloreto de metileno. Extrair o resíduo com 10 mL de álcool metílico sob agitação magnética em temperatura de 40 °C. Filtrar e concentrar até resíduo em rotaevaporador (40 °C). Suspender o resíduo em 2 mL de álcool metílico.

*Solução referência*: dissolver 1 mg de quercetina e 1 mg de 3-*O*-metilquercetina em 1 mL de álcool metílico.

*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. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. A seguir, nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol a 1% (p/v) em álcool metílico. Examinar sob a luz do dia.

*Resultados*: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

<i>Parte superior da placa</i>	
<p>Quercetina: zona de fluorescência laranja</p> <p>3-O-Metil-quercetina: zona de fluorescência laranja</p>	<p>Zona de fluorescência laranja</p> <p>Zona de fluorescência laranja</p>
<b><i>Solução referência</i></b>	<b><i>Solução amostra</i></b>

## TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 2,0%.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 12,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 8,0%.

**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.

**Metais pesados (5.4.5).** Cumpre o teste.

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

## DOSEAMENTO

### Ácidos cafeicos totais

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência (5.2.17.4)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 325 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 75 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (4 µm), mantida a temperatura ambiente; fluxo da *Fase móvel* de 0,6 mL/minuto.

*Eluente (A)*: água, acetonitrila e ácido trifluoracético (95:5:0,05).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

<i>Tempo (minutos)</i>	<i>Eluente (A) (%)</i>	<i>Eluente (B) (%)</i>	<i>Eluição</i>
0 – 30	100 → 57	0 → 43	gradiente linear
30 – 35	57 → 0	43 → 100	gradiente linear
35 – 36	0 → 100	100 → 0	gradiente linear
36 – 42	100	0	isocrática

*Solução amostra*: pesar, com exatidão, cerca de 0,5 g da droga seca e pulverizada (250 µm) (5.2.11) em béquer de 50 mL. Adicionar 10 mL de mistura de álcool etílico e água (50:50) e levar ao banho-maria (40 °C) durante 10 minutos. Esfriar o extrato à temperatura ambiente. Filtrar o extrato em algodão para balão volumétrico de 25 mL. Extrair novamente o resíduo da droga retida no algodão com 10 mL de mistura de álcool etílico e água (50:50), levar ao banho-maria (40 °C), durante 10 minutos. Esfriar e filtrar para o mesmo balão volumétrico de 25 mL. Completar o volume com mistura de álcool etílico e água (50:50) e homogeneizar. Diluir 0,12 mL da solução resultante em 1 mL de mistura de água, acetonitrila e ácido trifluoracético (95:5:0,05). Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

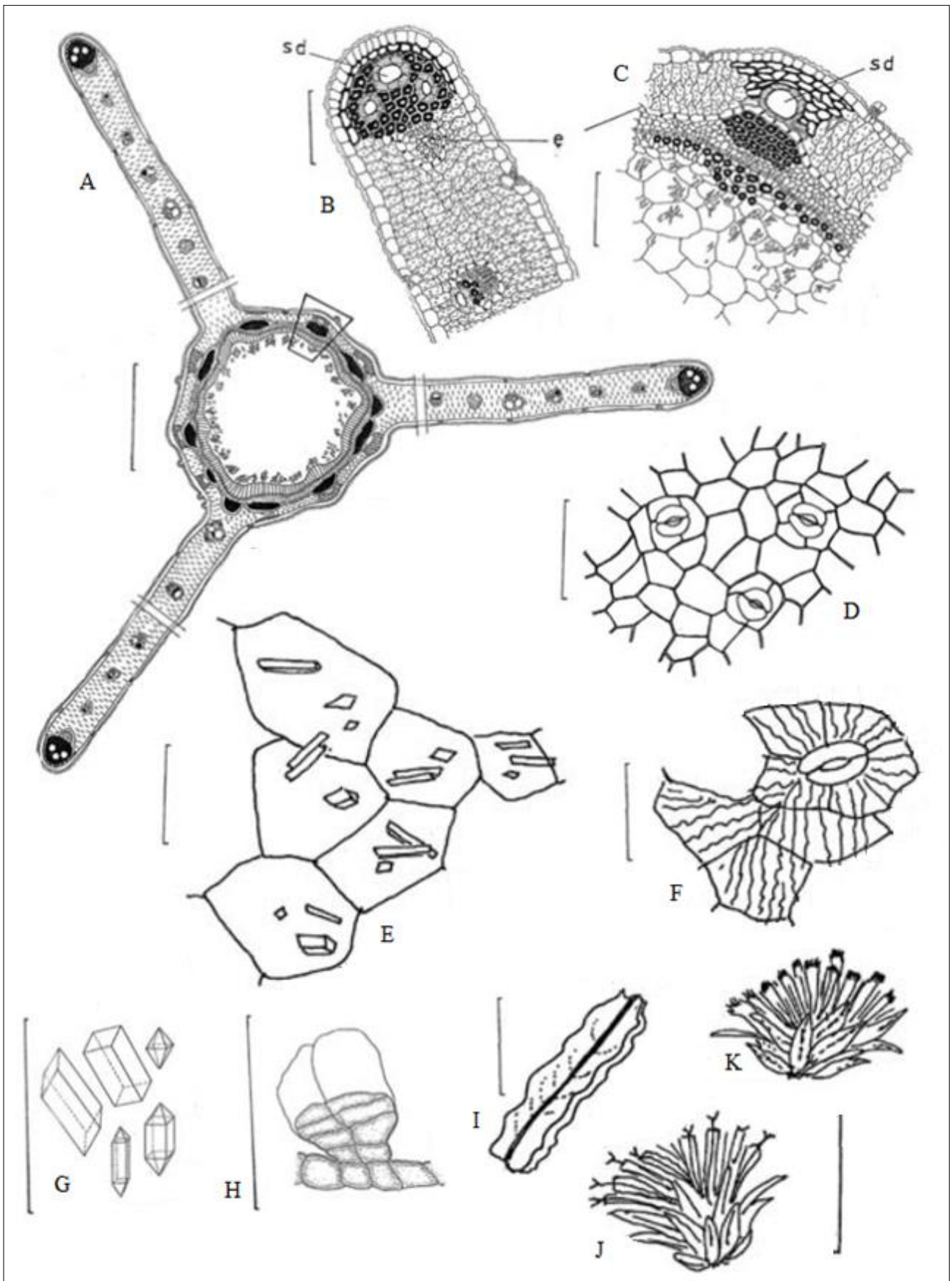
*Solução estoque*: dissolver 5,6 mg de ácido clorogênico em 5 mL de álcool metílico.

*Soluções para curva analítica*: diluir com mistura de água e acetonitrila (95:5) uma alíquota de 0,2 mL da *Solução estoque* para 0,4 mL, de modo a obter solução a 0,56 mg/mL. Realizar diluições sucessivas da solução anterior, em mistura de água e acetonitrila (95:5), de modo a obter concentrações de 0,28 mg/mL, 0,14 mg/mL, 0,07 mg/mL, 0,035 mg/mL, 0,017 mg/mL e 0,0085 mg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 10 µL das *Soluções para curva analítica* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Os tempos de retenção relativos aproximados em relação ao ácido clorogênico são 1,69 para o ácido 3,4-dicafeoilquínico; 1,76 para o ácido 3,5-dicafeoilquínico e 1,84 para o ácido 4,5-dicafeoilquínico. Calcular o teor de ácido clorogênico na amostra, em porcentagem (p/p), considerando o teor de água determinado, a partir da equação da reta obtida com as *Soluções para curva analítica*.

## EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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



**Figura 1** - Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Baccharis trimera* (Less.) DC.

As escalas correspondem: em A a 500 µm; em B, C, D e E a 100 µm; em F, G e H a 50 µm; em I a 5 cm; em J e K a 3 mm.

A. esquema representativo do caule com três alas, em secção transversal. B. detalhe da margem da ala; endoderme (e); canal secretor (sd). C. detalhe de uma porção do caule em secção transversal, indicado em A; endoderme (e); canal

secretor (sd). **D.** detalhe da epiderme da ala com estômatos anomocíticos e anisocíticos. **E.** porção de parênquima medular com cristais. **F.** fragmento de epiderme da ala em vista frontal, com cutícula estriada. **G.** cristais de oxalato de cálcio prismáticos e piramidais. **H.** tricoma glandular. **I.** fragmento de caule alado. **J.** capítulo com flores pistiladas. **K.** capítulo com flores estaminadas.