

## **CRATEGO, folha e flor**

### *Crataegi folium cum flore*

A droga vegetal consiste das sumidades floridas secas, inteiras ou rasuradas de *Crataegus monogyna* Jacq., *Crataegus rhipidophylla* Gand. (syn. *C. oxyacantha* L., nom. rej.), *Crataegus laevigata* (Poir.) DC., *Crataegus pentagyna* Waldst. & Kit. ex Willd., *Crataegus nigra* Waldst. & Kit. e *Crataegus azarolus* L., ou de híbridos entre elas, contendo, no mínimo, 1,5% de flavonoides totais expressos como hiperosídeo (C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>O<sub>12</sub>; 464,38), em relação à droga seca.

### **CARACTERÍSTICAS**

As folhas secas possuem odor característico.

### **IDENTIFICAÇÃO**

#### **A. Descrição macroscópica**

Folhas simples, partidas a lobadas, com três ou mais lóbulos, alternas, pilosas e com pecíolo longo. Lâmina com base e ápice agudos, bordo serrilhado irregularmente, peninérvea, com nervuras secundárias partindo em ângulo agudo em relação à principal e terminando no bordo do limbo; nervuras de ordens superiores formando aréolas fechadas com poucas ramificações terminais. Flores pentâmeras, pequenas, longamente pedunculadas. Cálice com sépalas de ápice triangular a agudo, formando com o hipanto uma estrutura geralmente pilosa e de coloração pardo-esverdeada; sépalas com aproximadamente 2 mm de comprimento e 1 mm de largura. Corola com pétalas levemente pardas, livres entre si, de contorno arredondado e unha curta; pétalas com cerca de 4 mm comprimento e 5 mm de largura. Estames 15 a 20, com filetes e anteras expostos.

#### **B. Descrição microscópica**

Folhas hipostomáticas, de mesofilo dorsiventral. Em vista frontal, as células epidérmicas apresentam-se com dimensões variadas e paredes anticlinais de ondeadas a sinuosas. Os estômatos são ciclocíticos, com células-guarda reniformes e pronunciado espessamento na parede anticlinal interna; sobre as células subsidiárias a cutícula é estriada concentricamente em direção às células-guarda. Em ambas as faces ocorrem tricomas unicelulares, pontiagudos, longos e de paredes espessas; em sua base ocorrem sete ou oito células epidérmicas dispostas em roseta, recobertas por pronunciado acúmulo de cutícula. Em secção transversal, a epiderme é uniestratificada e o mesofilo apresenta dois a três estratos de parênquima paliçádico; o parênquima esponjoso apresenta células alongadas com braços curtos. Drusas são comuns em todo o clorênquima, enquanto que cristais prismáticos, cúbicos e rômnicos, de tamanhos variados, ocorrem nas proximidades dos feixes vasculares. A nervura principal apresenta três ou quatro estratos de colênquima anelar na face abaxial e um aglomerado de células colenquimáticas na face adaxial. O feixe vascular é colateral em arco aberto, com fibras floemáticas e xilemáticas em ambos os polos, estando o conjunto envolto por uma bainha parenquimática. Esse feixe pode ser único, ou em número de dois ou três. O pecíolo, em secção transversal, apresenta cutícula espessa e epiderme uniestratificada, seguida de cinco ou seis estratos de colênquima anelar e tecidos condutores organizados em um único feixe vascular em arco aberto. As pétalas apresentam epiderme papilosa, recoberta por cutícula ornamentada com pequenas projeções, também presentes nas sépalas e anteras. O mesofilo das pétalas é homogêneo, composto por 10 a 12 estratos de células na região central-mediana e dois ou três estratos nos bordos e terço superior. Nas anteras, o endotécio apresenta espessamentos anticlinais paralelos entre si, às vezes

entrelaçados na diagonal. Os grãos de pólen são tricolpados e ornamentados com pequenas papilas esféricas. Na face interna da base das sépalas está o nectário floral, formado por células com conteúdo denso, típicas de estruturas secretoras.

### C. Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração pardacenta; fragmentos de lâminas foliares mostrando as aréolas; fragmentos de epiderme foliar com células de paredes sinuosas e sem estômatos; fragmentos de epiderme foliar com células de paredes pouco sinuosas e estômatos ciclocíticos com células subsidiárias e cutícula estriada; tricomas unicelulares com paredes espessas, fragmentados ou íntegros; fragmentos de epiderme foliar com células dispostas em roseta na base dos tricomas; fragmentos de parênquima e epiderme, em secção transversal, com bases de tricomas; fragmentos de mesofilo dorsiventral com drusas disformes e/ou cristais prismáticos acompanhando os feixes vasculares; fragmentos de pétalas com epiderme papilosa e de sépalas com tecido secretor; fragmentos de anteras com células espessadas (endotécio) e grãos de pólen ornamentados; cristais isolados.

### D. 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:* acetato de etila, metil-etil-cetona, ácido fórmico anidro e água (50:30:10:10).

*Solução amostra:* pesar, com exatidão, cerca de 1 g da droga pulverizada (355 µm) (5.2.11), acrescentar 10 mL de álcool metílico, aquecer sob refluxo por cinco minutos, à temperatura de 65 °C. Após resfriamento à temperatura ambiente, filtrar a solução obtida em papel de filtro.

*Solução referência (1):* dissolver 1 mg de ácido clorogênico em 10 mL de álcool metílico.

*Solução referência (2):* dissolver 1 mg de hiperosídeo em 5 mL de álcool metílico.

*Procedimento:* aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra*, 20 µL da *Solução referência (1)* e 20 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaça e aquecer em estufa a temperatura entre 100 °C a 105 °C por 15 minutos, e, ainda morna, nebulizar com difenilborato de aminoetanol SR, seguido de uma solução de macrogol 400 a 5% (p/v) em álcool metílico. Deixar a placa secar ao ar durante 30 minutos e examinar a placa sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados:* no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução amostra*, *Solução referência (1)* e *Solução referência (2)*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| <i>Parte superior da placa</i>                      |  |
|---|--|
|   | Zona de fluorescência verde-amarelada    |
| Hiperosídeo: zona de fluorescência amarelo          | Zona de fluorescência amarelo-alaranjada |
| Ácido clorogênico: zona de fluorescência azul-claro | Zona de fluorescência azul claro         |
|   | Zona de fluorescência verde-amarelada    |
| <i>Solução referência</i>                           | <i>Solução amostra</i>                   |

## TESTES

**Matéria estranha (5.4.1.3).** No máximo 8,0% de ramos lignificados e 2,0% de outros materiais estanhos.

**Água (5.4.1.4).** No máximo 11,0%.

**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.

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

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

## DOSEAMENTO

### Flavonoides totais

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

*Solução estoque:* pesar, com exatidão, cerca de 0,4 g da droga pulverizada (250 µm) (5.2.11), transferir para erlenmeyer de 200 mL e adicionar 40 mL de álcool etílico a 60% (v/v). Aquecer em banho-maria à 60 °C durante 10 minutos com agitação frequente. Resfriar e filtrar em algodão para balão volumétrico de 100 mL. Retornar o resíduo insolúvel e o algodão para o mesmo erlenmeyer,

adicionar 40 mL de álcool etílico a 60% (v/v) e levar, novamente ao banho-maria por 10 minutos com agitação frequente. Filtrar a solução em algodão para o balão volumétrico como previamente descrito. Completar o volume com álcool etílico a 60% (v/v) e homogeneizar.

*Solução amostra:* transferir, volumetricamente, 5 mL da *Solução estoque* para balão de fundo redondo de 100 mL e evaporar até *secura* em rotaevaporador. Solubilizar o resíduo em 8 mL de mistura de solução álcool metílico com ácido acético glacial (10:100) e transferir para balão volumétrico de 25 mL. Lavar o balão de fundo redondo com 3 mL da mistura de solução álcool metílico com ácido acético glacial (10:100) e transferir para o balão volumétrico como previamente descrito. Adicionar 10 mL da *Solução reagente*. Levar ao banho de gelo para resfriar, por 10 minutos. Não permitir o congelamento. Completar o volume com ácido acético anidro e homogeneizar. Colocar imediatamente em banho de gelo. Retirar 10 minutos antes da leitura em espectrofotômetro.

*Solução branco:* transferir, volumetricamente, 5 mL da *Solução estoque* para balão de fundo redondo de 100 mL e evaporar até *secura* em rotaevaporador. Solubilizar o resíduo em 8 mL da mistura de solução álcool metílico com ácido acético glacial (10:100) e transferir para balão volumétrico de 25 mL. Lavar o balão de fundo redondo com 3 mL da mistura de solução álcool metílico com ácido acético glacial (10:100) e transferir para o balão volumétrico como previamente descrito. Adicionar 10 mL de ácido fórmico anidro. Levar ao banho de gelo para resfriar por 10 minutos. Não permitir o congelamento. Completar o volume com ácido acético anidro e homogeneizar. Colocar imediatamente em banho de gelo. Retirar 10 minutos antes da leitura em espectrofotômetro.

*Solução reagente:* ácido bórico a 2,5% (p/v) e ácido oxálico a 2% (p/v) em ácido fórmico anidro. Solubilizar com aquecimento, em capela de exaustão.

*Procedimento:* medir a absorvância da *Solução amostra* após 30 minutos, no comprimento de onda de 410 nm. Calcular o teor de flavonoides totais expressos em hiperosídeo, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TF = \frac{A \times 500}{m \times 405}$$

em que,

TF = teor de flavonoides totais expressos em hiperosídeos % (p/p);

A = absorvância medida para a *Solução amostra*;

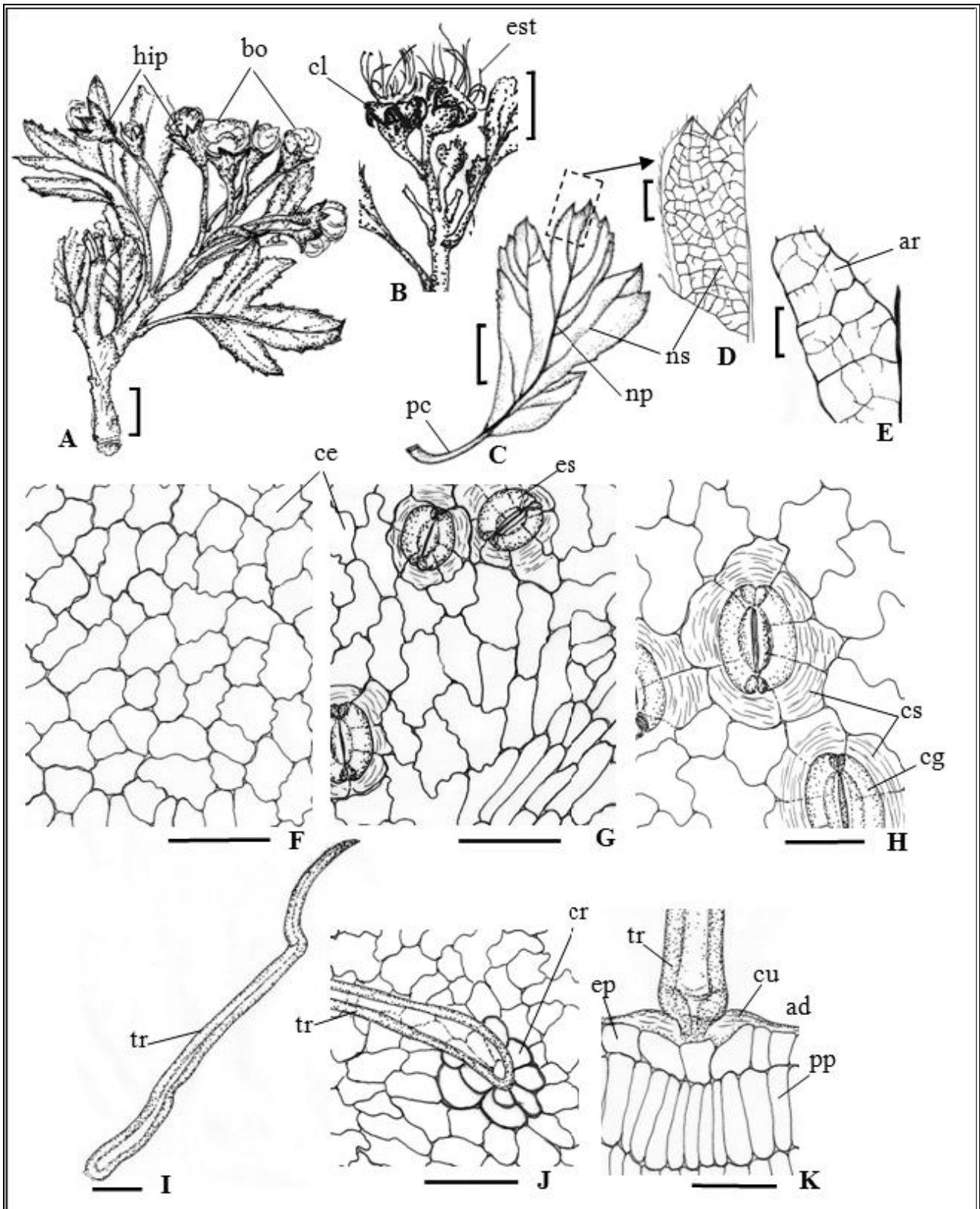
500 = fator de diluição;

405 = coeficiente de absorção específica do hiperosídeo;

m = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado.

## EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

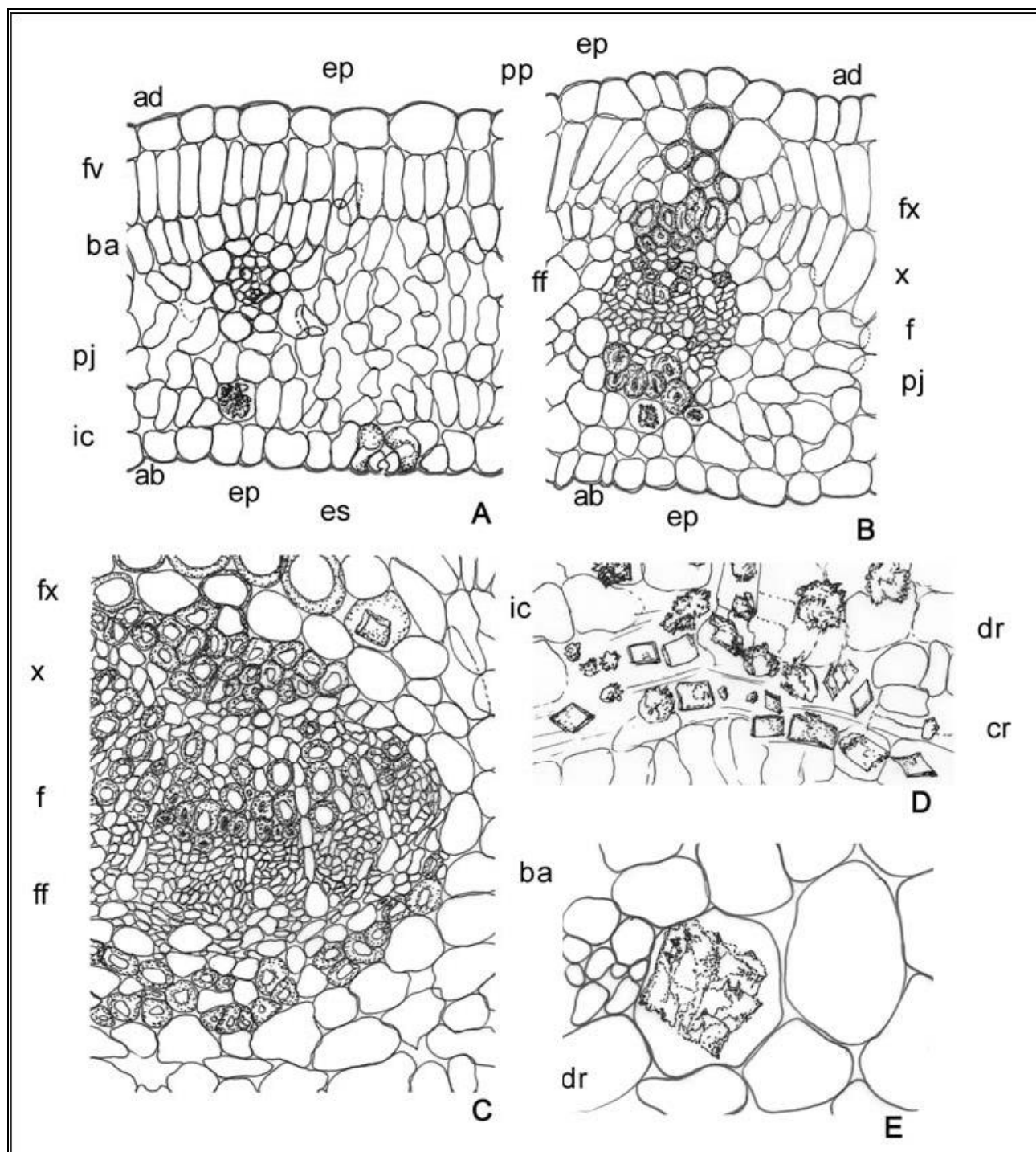


**Figura 1** – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em espécies de *Crataegus*

As escalas correspondem em **A, B, C** a 0,5 cm; em **D** a 1 mm; em **E** a 0,5 mm; em **F, G, I e J** a 50  $\mu\text{m}$ ; em **H e K** a 25  $\mu\text{m}$ .

**A** – aspecto geral de um ramo na fase de pré-antese: hipanto (hip); botão floral (bo). **B** – detalhe parcial de um ramo após a queda das corolas: cálice (cl); estames (est). **C** – aspecto geral de uma folha: pecíolo (pc); nervura principal (np); nervura secundária (ns). **D** – detalhe parcial da nervação foliar em destaque em **C**: nervura secundária (ns). **E** – detalhe parcial das aréolas e terminações vasculares: aréola (ar). **F e G** – vista frontal das faces adaxial e abaxial foliar, respectivamente: célula epidérmica comum (ce); estômato (es). **H** – detalhe dos estômatos: célula-guarda (cg); célula subsidiária (cs). **I** –

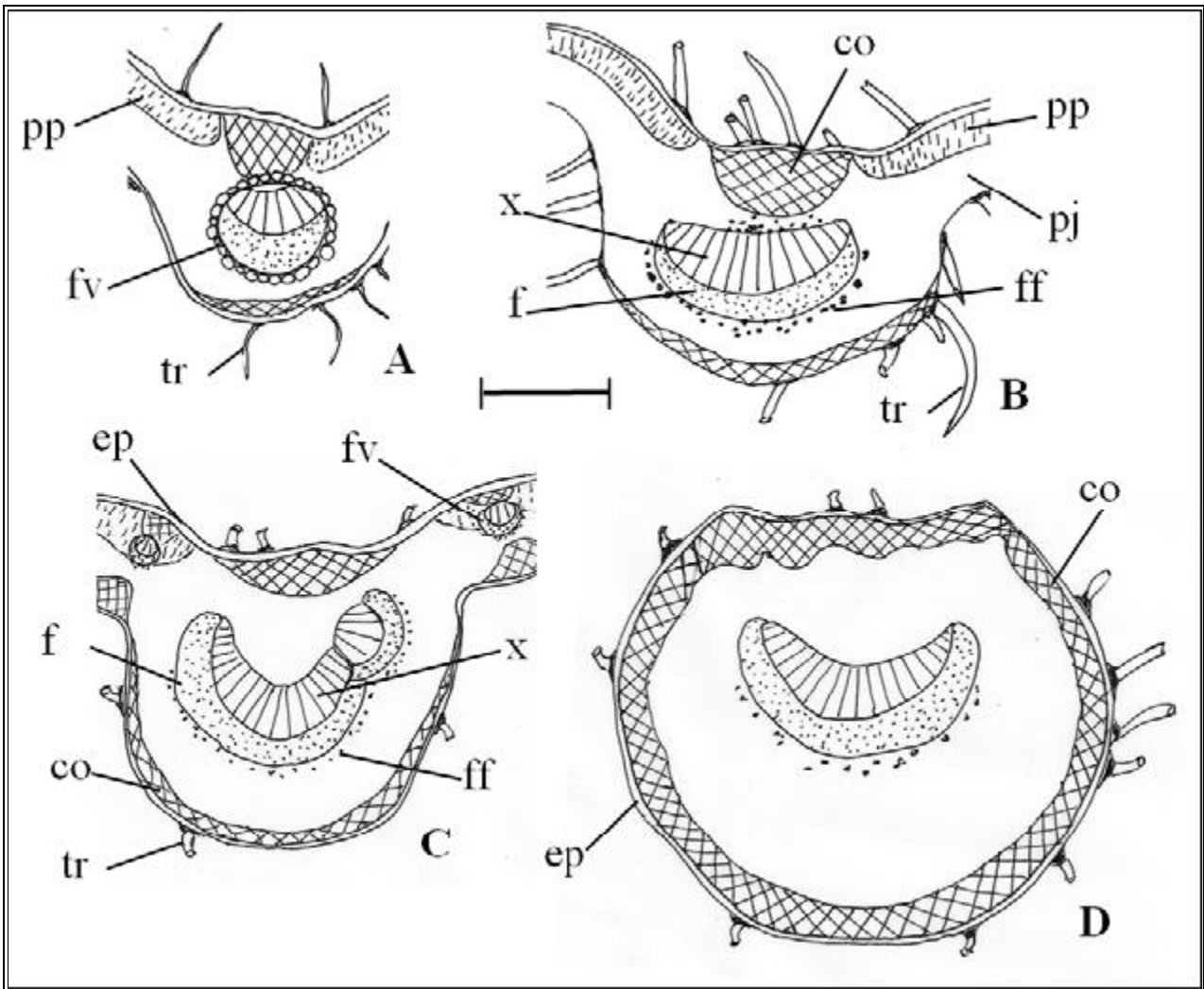
tricoma tector foliar: tricoma (tr). **J e K** - detalhes da inserção do tricoma em vista frontal e transversal, respectivamente: tricoma (tr); células em roseta (cr); epiderme (ep); cutícula (cu); face adaxial (ad); parênquima paliçádico (pp).



**Figura 2** – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em espécies de *Crataegus*

As escalas correspondem em **A, B, C e D** a 50  $\mu\text{m}$ ; em **E** a 25  $\mu\text{m}$ .

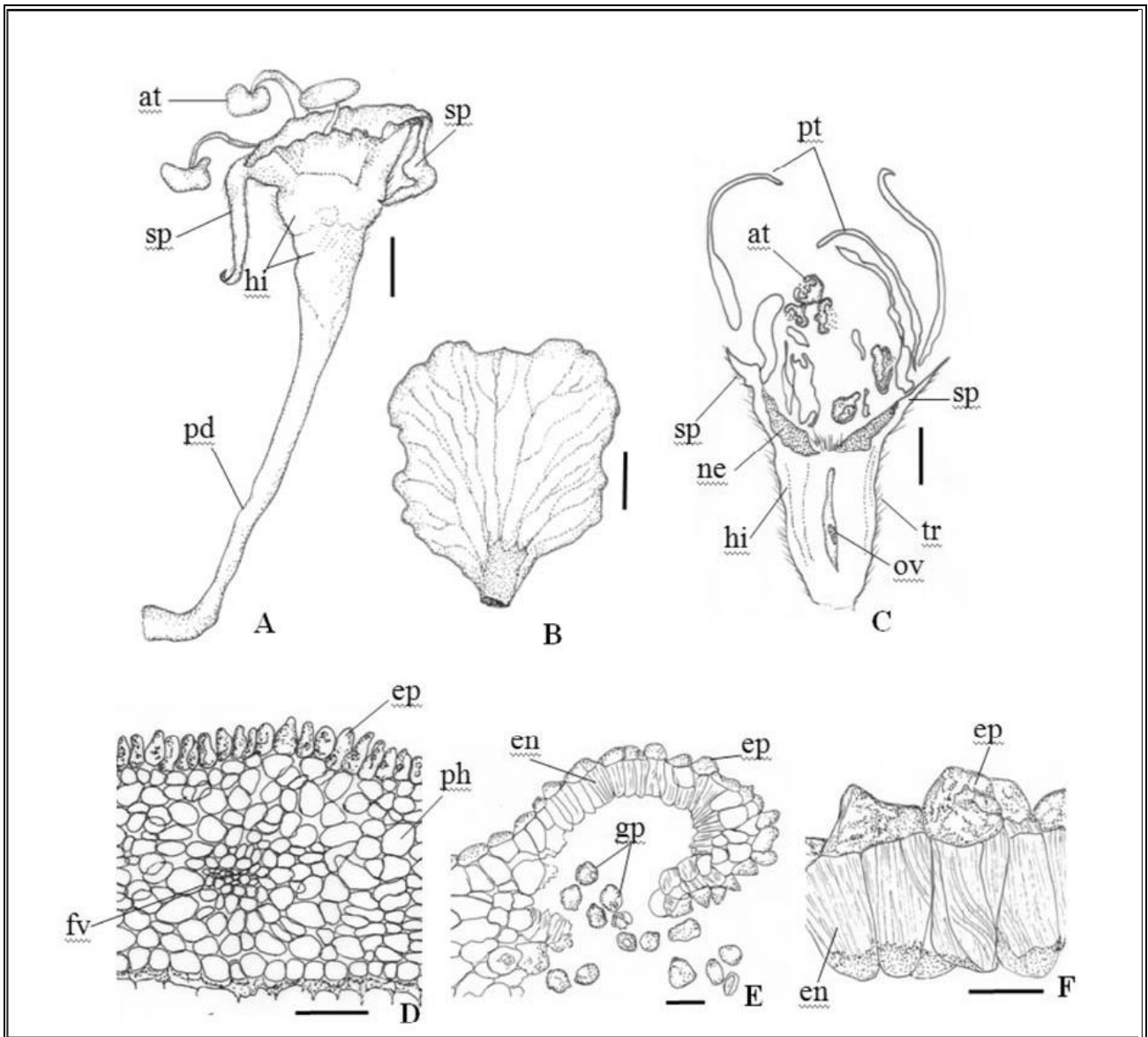
**A** – detalhe do mesófilo mediano com um feixe vascular terciário: face abaxial (ab); face adaxial (ad); feixe vascular (fv); bainha do feixe vascular (ba); parênquima esponjoso (pj); idioblasto cristalífero (ic); epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); estômato (es). **B** – detalhe de um feixe vascular secundário nas proximidades do bordo foliar: face abaxial (ab); face adaxial (ad); epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); fibras do floema (ff); fibra do xilema (fx); xilema (x); floema (f); parênquima esponjoso (pj); epiderme (ep). **C** – detalhe parcial do feixe vascular da nervura principal: fibra do xilema (fx); xilema (x); floema (f); fibras do floema (ff); idioblasto cristalífero (ic); bainha do feixe vascular (ba). **D** – fragmento do pó mostrando cristais próximos aos feixes vasculares: idioblasto cristalífero (ic); drusa (dr); cristal prismático (cr). **E** – detalhe de uma drusa em um fragmento do pó: drusa (dr).



**Figura 3** – Esquemas da distribuição dos tecidos na folha e no pecíolo em espécies de *Crataegus*

As escalas correspondem em **A, B, C e D** a 250 µm.

**A** – região apical da nervura principal: parênquima paliçádico (pp); feixe vascular (fv); tricoma (tr). **B** – região mediana da nervura principal: xilema (x); floema (f); colênquima (co); parênquima paliçádico (pp); parênquima esponjoso (pj); fibras do floema (ff); tricoma (tr). **C** – região basal da nervura principal: epiderme (ep); feixe vascular (fv); xilema (x); floema (f); colênquima (co); fibras do floema (ff); tricoma (tr). **D** – região mediana do pecíolo: colênquima (co); epiderme (ep).



**Figura 4** – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó das flores em espécies de *Crataegus*

As escalas correspondem em **A**, **B** e **C** a 1 mm; em **D** e **E** a 50  $\mu\text{m}$ ; em **F** a 25  $\mu\text{m}$ .

**A** – aspecto geral do hipanto, pedúnculo floral, algumas sépalas e anteras: antera (at); sépala (sp); hipanto (hi); pedúnculo floral (pd). **B** – aspecto geral de uma pétala. **C** – aspecto geral de uma flor em secção longitudinal mediana: antera (at); pétala (pt); sépala (sp); nectário (ne); hipanto (hi); óvulo (ov); tricoma (tr). **D** – detalhe parcial da base da pétala em secção transversal: epiderme (ep); parênquima homogêneo (ph); feixe vascular (fv). **E** e **F** – detalhes parciais da antera e parede da teca, respectivamente, em secções transversais: endotécio (en); epiderme (ep); grão de pólen (gp).