

JUCÁ, casca *Libidibia cortex*

A droga vegetal consiste de cascas secas do caule de *Libidibia ferrea* (Mart.) L.P. Queiroz (syn. *Caesalpinia ferrea* Mart.), contendo, no mínimo, 8,0% de taninos totais e, no mínimo, 0,02% de ácido gálico (C₇H₆O₅, 170,12).

IDENTIFICAÇÃO

A. Descrição macroscópica

As cascas caulinares, quando secas, apresentam-se em fragmentos levemente curvos, variáveis em tamanho, com 9 a 13 cm de comprimento, 1,5 a 4 cm de largura e 0,2 a 0,6 cm de espessura. Externamente têm coloração acinzentada, com manchas esbranquiçadas, são enrugadas e muito duras; internamente a coloração é castanho-clara. Cascas com manchas lisas e mais claras podem estar presentes, pois elas anualmente se renovam.

B. Descrição microscópica

Em secção transversal, a porção externa da casca apresenta súber com oito a doze camadas de células tabulares enfileiradas, com paredes delgadas, seguidas por células parenquimáticas do córtex. O parênquima cortical apresenta células parenquimáticas de formato poliédrico, com esclereídes distribuídos em toda a extensão cortical, formando uma larga faixa. Idioblastos contendo drusas e cristais prismáticos também são visíveis nesse parênquima. O floema apresenta células achatadas periclinalmente, e as células do cordão parenquimático do floema contêm cristais prismáticos. Em secção longitudinal, na região do floema, são evidenciadas células dos raios parenquimáticos multisseriados, com margens unisseriadas, fibras, cordões parenquimáticos e esclereídes.

C. Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração amarronzada; esclereídes predominantemente agrupados e também isolados; fibras esclerenquimáticas; porções de células parenquimáticas.

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

Fase estacionária: sílica-gel F₂₅₄, com espessura de 250 µm.

Fase móvel: acetato de etila, ácido fórmico e água (90:5:5).

Solução amostra: pesar cerca de 1 g de droga e levar a fervura com 5 mL de álcool metílico durante cinco minutos. Filtrar e proceder à análise cromatográfica.

Solução referência: pesar cerca de 1 mg de ácido gálico e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

Procedimento: aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaça e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de cloreto férrico a 1% (p/v).

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> | |
|--|--|
| Ácido gálico: zona de coloração azul-acinzentada | Zona de coloração marron Zona de coloração azul-acinzentada |
| <i>Solução referência</i> | <i>Solução amostra</i> |

E. Aquecer, sob refluxo, cerca de 3 g da droga vegetal moída com 60 mL de água, durante 15 minutos. Esfriar e filtrar. A 2 mL do extrato adicionar duas gotas de ácido clorídrico SR e gotejar gelatina SR até precipitação. O aparecimento de um precipitado nítido indica reação positiva para taninos totais.

F. A 2 mL do extrato obtido no teste **B.** em *Identificação*, adicionar 10 mL de água e duas a quatro gotas de solução de cloreto férrico a 1% (p/v) em álcool etílico. O desenvolvimento de coloração cinza escura indica reação positiva para taninos totais.

G. A 2 mL do extrato obtido no teste **B.** em *Identificação*, adicionar 0,5 mL de vanilina a 1% (p/v) em álcool metílico e 1 mL de ácido clorídrico. O desenvolvimento de coloração vermelha indica reação positiva para taninos condensados.

H. A 5 mL do extrato obtido no teste **B.** em *Identificação*, adicionar 10 mL de ácido acético 2 M e 5 mL de acetato de chumbo SR. O aparecimento de precipitado esbranquiçado, indica a presença de taninos.

TESTES

Perda por dessecação (5.2.9.1). *Método gravimétrico.* No máximo 13,0%.

Metais pesados (5.4.5). Cumpre o teste.

Matéria estranha (5.4.1.3). No máximo 1,0%.

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.

Resíduos de agrotóxicos (5.4.3). Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

Taninos totais

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

Solução estoque: pesar, com exatidão, cerca de 0,500 g da droga pulverizada e transferir para balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água. Aquecer em banho-maria à temperatura entre 85 °C e 90 °C durante 30 minutos. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o balão de fundo redondo e transferir as águas de lavagem com todo o conteúdo de droga vegetal para o balão volumétrico. Completar o volume com água e homogeneizar. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

Solução amostra para polifenóis totais: diluir 5 mL da *Solução estoque* em balão volumétrico de 25 mL com água. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm (A_1) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele: a 10 mL da *Solução estoque* adicionar 0,1 g de pó de pele e agitar, mecanicamente, em erlenmeyer de 125 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Diluir 5 mL do filtrado em balão volumétrico de 25 mL com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm (A_2) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Solução referência: dissolver, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol em balão volumétrico de 100 mL com água, completar o volume e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir volumetricamente 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água destilada para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm (A_3) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de taninos totais expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{(A_1 - A_2) \times m_2 \times 62,5}{A_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);

A_1 = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;

A_2 = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;

A_3 = absorvância medida para a *Solução referência*;

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

m_2 = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

Ácido gálico

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência (5.2.17.4)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 280 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura de 24 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

Eluente (A): ácido trifluoracético a 0,05% (v/v).

Eluente (B): ácido trifluoracético a 0,05% em álcool metílico (v/v).

| <i>Tempo (minutos)</i> | <i>Eluente (A) (%)</i> | <i>Eluente (B) (%)</i> | <i>Eluição</i> |
|------------------------|------------------------|------------------------|------------------|
| 0 - 10 | 80 → 77,5 | 20 → 22,5 | gradiente linear |
| 10 - 20 | 77,5 → 60 | 22,5 → 40 | gradiente linear |
| 20 - 25 | 60 → 25 | 40 → 75 | gradiente linear |
| 25 - 28 | 25 → 80 | 75 → 20 | gradiente linear |
| 28 - 32 | 80 | 20 | isocrática |

Solução amostra: pesar, com exatidão, cerca de 4 g da droga pulverizada e transferir para balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 60 mL de água. Aquecer em banho-maria à temperatura entre 80 °C e 85 °C durante 30 minutos. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 100 mL. Lavar o balão de fundo redondo e transferir as águas de lavagem com todo conteúdo da droga vegetal para o balão volumétrico. Completar o volume com água e homogeneizar. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 20 mL do filtrado. Em seguida, transferir 5,0 mL da solução restante para balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

Solução referência: dissolver quantidade exatamente pesada de ácido gálico em água, para obter solução a 6,8 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

Procedimento: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Calcular o teor de ácido gálico, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TA = \frac{C_r \times A_a}{A_r \times m} \times 200 \times 100$$

em que,

TA = teor de ácido gálico % (p/p);

C_r = concentração do ácido gálico na *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;

A_r = área sob o pico correspondente ao ácido gálico na *Solução referência*;
 A_a = área sob o pico correspondente ao ácido gálico na *Solução amostra*;
 m = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;
 200 = fator de diluição.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

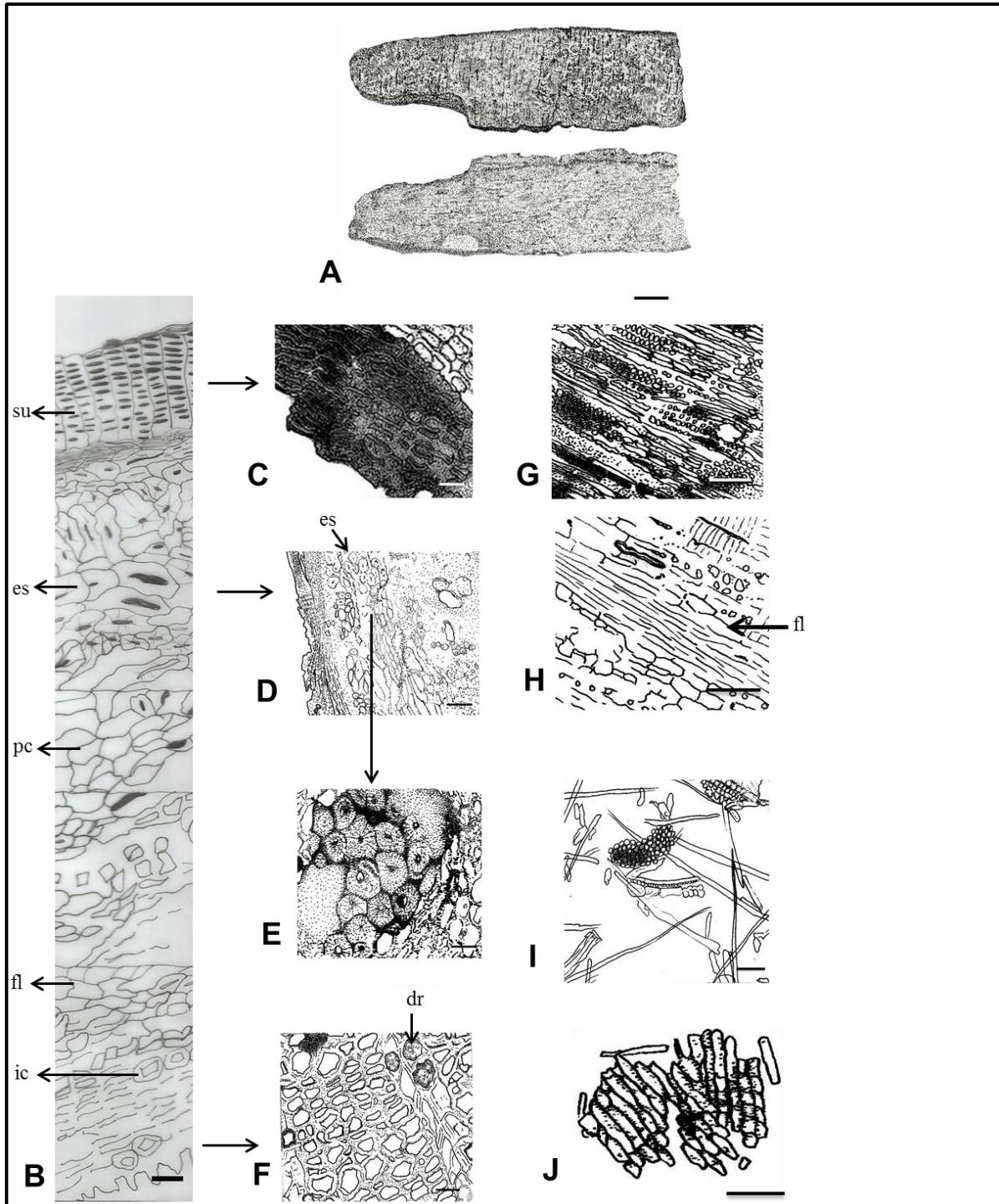


Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Libidibia ferrea* (Mart.)
 L.P.Queiroz

As escalas correspondem em **A** a 1 cm; **B** a 25 µm, **C, D, F e G** a 100 µm; **E, H, I e J** a 25 µm.

A - aspecto geral da casca do caule, em vista frontal e interna, respectivamente. **B** - detalhe da distribuição dos tecidos da casca do caule, em secção transversal: súber (su); parênquima cortical (pc); esclereíde (es); floema (fl); idioblasto contendo cristal prismático (ic). **C** - detalhe da secção transversal da casca, mostrando o ritidoma com células tabulares enfileiradas. **D e E** – aspecto de esclereídes distribuídos por toda a extensão da região cortical. **F** - idioblastos contendo drusas (dr). **G** - na região do floema, em secção longitudinal, são evidenciadas células dos raios multisseriados, fibras e cordão parenquimático. **H** – detalhe do floema em secção longitudinal: floema (fl). **I-J** – detalhes observados no pó. **I** – fragmentos de fibras e de células parenquimáticas. **J** – fragmentos de células parenquimáticas.