

**BOLDO, tintura**  
*Boldus tinctura*

A tintura é obtida a partir de folhas secas de *Peumus boldus* Molina, contendo, no mínimo, 0,01% de alcaloides totais expressos em boldina.

**PREPARAÇÃO**

A tintura é preparada a 10% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 60% (v/v) como líquido extrator.

**CARACTERÍSTICAS**

Líquido límpido, castanho-esverdeado escuro.

**IDENTIFICAÇÃO**

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

*Fase estacionária:* sílica-gel GF<sub>254</sub>.

*Fase móvel:* tolueno, álcool metílico e dietilamina (80:10:10).

*Solução amostra:* evaporar 25 mL da tintura em banho-maria até a consistência de extrato mole. Extrair, com auxílio de bastão de vidro, o resíduo ainda quente, duas vezes, com 10 mL de ácido clorídrico 2 M em cada vez. Filtrar e alcalinizar o filtrado em pH 9,0 com hidróxido de amônio 6 M. Extrair o filtrado duas vezes, em funil de separação, com 20 mL de éter etílico em cada vez, com agitação moderada para evitar a formação de emulsão. Reunir as fases orgânicas e evaporar o solvente em banho-maria. Dissolver o resíduo em 0,5 mL de álcool metílico.

*Solução referência:* dissolver 2 mg de boldina SQR em 5 mL de álcool metílico.

*Procedimento:* aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaça e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Nebulizar a placa com solução de iodobismutato de potássio aquoacético. Deixar secar ao ar durante cinco minutos. Nebulizar a placa com nitrito de sódio SR. Examinar sob a luz visível após 30 minutos.

*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>	
	Zona de coloração marron-amarelado Zona de coloração amarelo-alaranjado  Zona de coloração laranja Zona de coloração laranja
Boldina: zona de coloração castanha	Zona de coloração castanha
<b>Solução referência</b>	<b>Solução amostra</b>

## TESTES

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** Método por destilação, Tratamentos especiais, Líquidos com mais de 30% de álcool.  $60 \pm 5\%$  (p/v).

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 2,0%.

**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.

## DOSEAMENTO

**Alcaloides totais**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência (5.2.17.4)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 304 nm; 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 ambiente; fluxo da *Fase móvel* de 1,5 mL/minuto.

*Fase móvel:* mistura da *Eluente A* e *Eluente B* (16:84), preparadas como descrito a seguir.

*Eluente (A):* mistura de 0,2 mL de dietilamina e 99,8 mL de acetonitrila.

*Eluente (B):* mistura de 0,2 mL de dietilamina e 99,8 mL de água, ajustar o pH para 3,0 utilizando ácido fórmico anidro.

*Solução amostra:* pipetar uma alíquota de 10 mL da tintura, que equivale a 1 g da droga vegetal, evaporar, em banho-maria, a 80 °C até a consistência de extrato mole. Extrair, com auxílio de bastão de vidro, o resíduo ainda quente com 50 mL de ácido clorídrico 2 M durante cinco minutos. Filtrar e repetir o procedimento mais uma vez com o resíduo obtido. Filtrar. Combinar os filtrados resfriados em funil de separação e agitar com 100 mL de uma mistura de hexano e acetato de etila (1:1). Descartar a fase orgânica. Ajustar o pH da fase aquosa para 9,0 utilizando hidróxido de amônio 6 M. Extrair a fase aquosa com porções de 100 mL, 50 mL e 50 mL de cloreto de metileno. Combinar as fases orgânicas e evaporar em rotaevaporador até a secura. Transferir o resíduo para balão volumétrico de 10 mL utilizando *Fase móvel* como diluente. Completar o volume com *Fase móvel* e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência:* pesar, com exatidão, cerca de 12 mg de boldina SQR. Dissolver essa quantidade em balão volumétrico de 100 mL utilizando *Fase móvel* como dissolvente. Completar o volume com *Fase móvel* e homogeneizar. Transferir 1 mL da solução obtida, utilizando pipeta volumétrica, para balão volumétrico de 10 mL. Completar o volume com *Fase móvel* e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

#### *Adequabilidade do sistema*

*Resolução entre picos:* *Solução amostra*, mínimo 1,0 entre os picos referentes a isoboldina e a boldina.

*Procedimento:* injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos referentes a boldina e aos seis alcaloides descritos a seguir. Os tempos de retenção relativos à boldina, cujo tempo de retenção é de cerca de seis minutos, são, aproximadamente, 0,9 para isoboldina, 1,0 para boldina, 1,8 para *N*-óxido de isocoridina, 2,2 para laurotetanina, 2,8 para isocoridina e 3,2 para *N*-metil laurotetanina. Calcular o teor de alcaloides totais, expressos em boldina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TA = \frac{(\sum A) \times m_r}{A_r}$$

em que,

TA = teor de alcaloides totais expressos em boldina % (p/p);

$\Sigma A$  = soma das áreas sob os picos correspondentes aos seis alcaloides identificados no cromatograma obtido com a *Solução amostra*;

$m_r$  = massa em gramas de boldina SQR na *Solução referência*, considerando a pureza da substância de referência;

$A_r$  = área sob o pico correspondente à boldina na *Solução referência*.

#### EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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