

hélio a 35 cm/s como gás de arraste e razão de split de 1:20; fluxo do gás de arraste de 1 mL/minuto.

Solução amostra A: amostra de álcool etílico a ser testada.

Solução amostra B: transferir 150 µL de 4-metilpentan-2-ol para um balão volumétrico de 100 mL e completar com a amostra. Homogeneizar. Transferir 10 mL dessa solução para balão volumétrico de 50 mL e completar o volume com a amostra. Homogeneizar.

Solução padrão A: transferir 100 µL de metanol para balão volumétrico de 50 mL e completar o volume com a amostra. Homogeneizar. Transferir 5 mL dessa solução para um balão volumétrico de 50 mL e completar o volume com a amostra. Homogeneizar.

Solução padrão B: transferir 50 µL de metanol e 50 µL de acetaldeído para balão volumétrico de 50 mL e completar com a amostra. Homogeneizar. Transferir 100 µL dessa solução para balão volumétrico de 10 mL e completar o volume com a amostra. Homogeneizar.

Solução padrão C: transferir 150 µL de acetal para um balão volumétrico de 50 mL e completar com a amostra. Homogeneizar. Transferir 100 µL dessa solução para balão volumétrico de 10 mL e completar o volume com a amostra. Homogeneizar.

Solução padrão D: transferir 100 µL de benzeno para balão volumétrico de 100 mL e completar com a amostra. Homogeneizar. Transferir 100 µL dessa solução para balão volumétrico de 50 mL e completar o volume com a amostra. Homogeneizar.

Injetar, separadamente, 1 µL da *Solução amostra* e da *Solução padrão* no cromatógrafo a gás. Obter os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. Calcular a soma de todas as quantidades de acetaldeído e acetal, expressos como acetaldeído, pela seguinte fórmula:

$$\text{Acetaldeído (ppm)} = [(10 \times \text{AE})/(\text{AT} - \text{AE})] + [(30 \times \text{CE})/(\text{CT} - \text{CE})]$$

em que

AE = área sob o pico de acetaldeído obtido do cromatograma da *Solução amostra A*;

AT = área sob o pico de acetaldeído obtido do cromatograma da *Solução padrão B*;

CE = área sob o pico de acetal obtido do cromatograma da *Solução amostra A*;

CT = área sob o pico de acetal obtido do cromatograma da *Solução padrão C*.

Calcular a quantidade de benzeno pela seguinte fórmula:

$$\text{Benzeno (ppm)} = (2\text{BE})/(\text{BT} - \text{BE})$$

em que

BE = área sob o pico de benzeno obtido do cromatograma da *Solução amostra A*;

BT = área sob o pico de benzeno obtido do cromatograma da *Solução padrão D*.

Desconsiderar quaisquer picos com área menor que 0,03 vezes a área sob o pico correspondente ao 4-metilpentan-2-ol no cromatograma obtido da *Solução amostra B* (9 ppm). A área sob o pico correspondente ao metanol no cromatograma da *Solução amostra A* não pode ser maior que a metade da área sob o pico correspondente no cromatograma da *Solução padrão A*. A quantidade de acetaldeído encontrada na *Solução amostra A* não deve ser maior que 10 ppm. A quantidade de benzeno encontrada na *Solução amostra A* não deve ser maior que 2 ppm. O total de impurezas obtidas no cromatograma da *Solução amostra B* não pode ser maior que a área correspondente ao pico de 4-metilpentan-2-ol, obtido no mesmo cromatograma.

DOSEAMENTO

Determinar a quantidade de C₂H₆O a 20 °C, a partir da densidade relativa empregando a tabela de alcoometria (5.2.26).

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipientes bem fechados.

ROTULAGEM

Observar a legislação vigente.

ALECRIM ÓLEO VOLÁTIL Oleum rosmarini aetheroleum

Rosmarinus officinalis L. - LAMIACEAE

O óleo volátil de alecrim é obtido por arraste à vapor d'água das sumidades floridas.

CARACTERÍSTICAS

Características organolépticas. Líquido incolor ou de cor levemente amarelo-esverdeado, de odor forte característico e sabor aromático, canforáceo e amargo.

IDENTIFICAÇÃO

A. Proceder conforme descrito em *Perfil cromatográfico*. Preparar a *Solução amostra* e a *Solução padrão* como descrito a seguir.

Solução amostra: dissolver 0,2 mL do óleo volátil de alecrim em 1 mL de *n*-hexano. Armazenar sob refrigeração, em frasco hermeticamente fechado e ao abrigo da luz.

Solução padrão: dissolver 50 µL de 1,8-cineol (eucaliptol), 30 mg de acetato de bornila e 10 mg de borneol em 10 mL de *n*-hexano. Armazenar sob refrigeração, em frasco hermeticamente fechado e ao abrigo da luz.

Os tempos de retenção dos picos característicos do cromatograma da *Solução amostra*, deverão ser similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução padrão* ou a identificação confirmada com a cromatografia gasosa acoplada a detector seletivo de massas (**Figura 1**).

B. Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada (5.2.17.1)*, utilizando cromatoplaça de sílica-gel GF₂₅₄, com espessura de 250 µm, como suporte, e cloreto de metileno, como fase móvel. Aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 10 µL de cada uma das soluções descritas a seguir.

Solução (1): diluir 0,5 mL da amostra a ser examinada em acetato de etila e completar o volume com o mesmo solvente para 10 mL.

Solução (2): dissolver 50 mg de borneol, 50 mg de acetato de bornila e 100 µL de 1,8-cineol em acetato de etila e completar o volume com o mesmo solvente a 10 mL.

Desenvolver o cromatograma. Remover a placa, deixar secar ao ar. Nebulizar com uma solução de *p*-anisaldeído, seguida de aquecimento em estufa a 100 °C - 105 °C durante 10 minutos. O cromatograma obtido com a *Solução (2)*, deverá apresentar no terço inferior da placa uma mancha de coloração verde intenso com borda amarelada (borneol) e no terço mediano duas manchas de intensidade média, sendo uma de coloração violeta (cineol) e outra de coloração verde com borda amarelada (acetato de bornila). O cromatograma da *Solução (1)* deverá apresentar duas manchas de coloração verde com borda amarelada, sendo uma de intensidade mediana, correspondente ao borneol e outra de baixa intensidade, correspondente ao acetato de bornila. Uma mancha violeta intensa, corresponde ao cineol. No terço superior da placa deverá aparecer uma mancha vermelha intensa.

ENSAIOS DE PUREZA

Densidade relativa (5.2.29.1). A 20°, no mínimo, 0,894 e, no máximo, 0,912.

Índice de refração (5.2.29.4). A 20 °C, no mínimo, 1,460 e, no máximo, 1,476.

Poder rotatório (5.2.29.5). No mínimo, -5° e, no máximo, +15°.

Índice de acidez (5.2.29.7). No máximo 1%.

PERFIL CROMATOGRÁFICO

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás (5.2.17.5)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector de ionização de chama, utilizando mistura de nitrogênio, hidrogênio e ar sintético (1:1:10) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 60 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, preenchida com polietilenoglicol, com espessura de filme de 0,25 µm. A temperatura do injetor deverá ser ajustada para 200 °C, a temperatura do detector para 240 °C e a temperatura da coluna programada para iniciar em 50 °C durante 10 minutos, com incremento de 50 °C a 200 °C a 2 °C por minuto e manter a 200 °C durante 25 minutos (total: 110 min). Usar hélio purificado como gás de arraste (1 mL/minuto).

Solução amostra: dissolver 0,2 mL do óleo volátil de alecrim em 1 mL de *n*-hexano. Armazenar sob refrigeração, em frasco hermeticamente fechado e ao abrigo da luz.

Solução padrão: dissolver 10 mg de canfeno, 50 µL de 1,8-cineol (eucaliptol), 50 mg de cânfora, 30 mg de acetato de bornila e 10 mg de borneol em 10 mL de *n*-hexano. Armazenar sob refrigeração, em frasco hermeticamente fechado e ao abrigo da luz.

Procedimento: injetar volume de 1 µL da *Solução amostra* e da *Solução padrão* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50 e a concentração relativa obtida por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o cromatograma obtido através do perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução padrão* ou a identificação confirmada com a cromatografia gasosa acoplada a detector seletivo de massas operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama (**Figura 1**).

O cromatograma, poderá ainda, apresentar os seguintes compostos: acetato de bornila, borneol, β-pineno, β-mirceno, limoneno, *p*-cimeno, α-terpineol e verbenona.

Verificar a presença, no cromatograma obtido com a *Solução amostra*, o teor mínimo dos seguintes compostos: α-pineno: 9%; canfeno: 2,5%; cineol: 16% e cânfora: 5%.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipientes de vidro hermeticamente fechados, ao abrigo da luz e do calor.

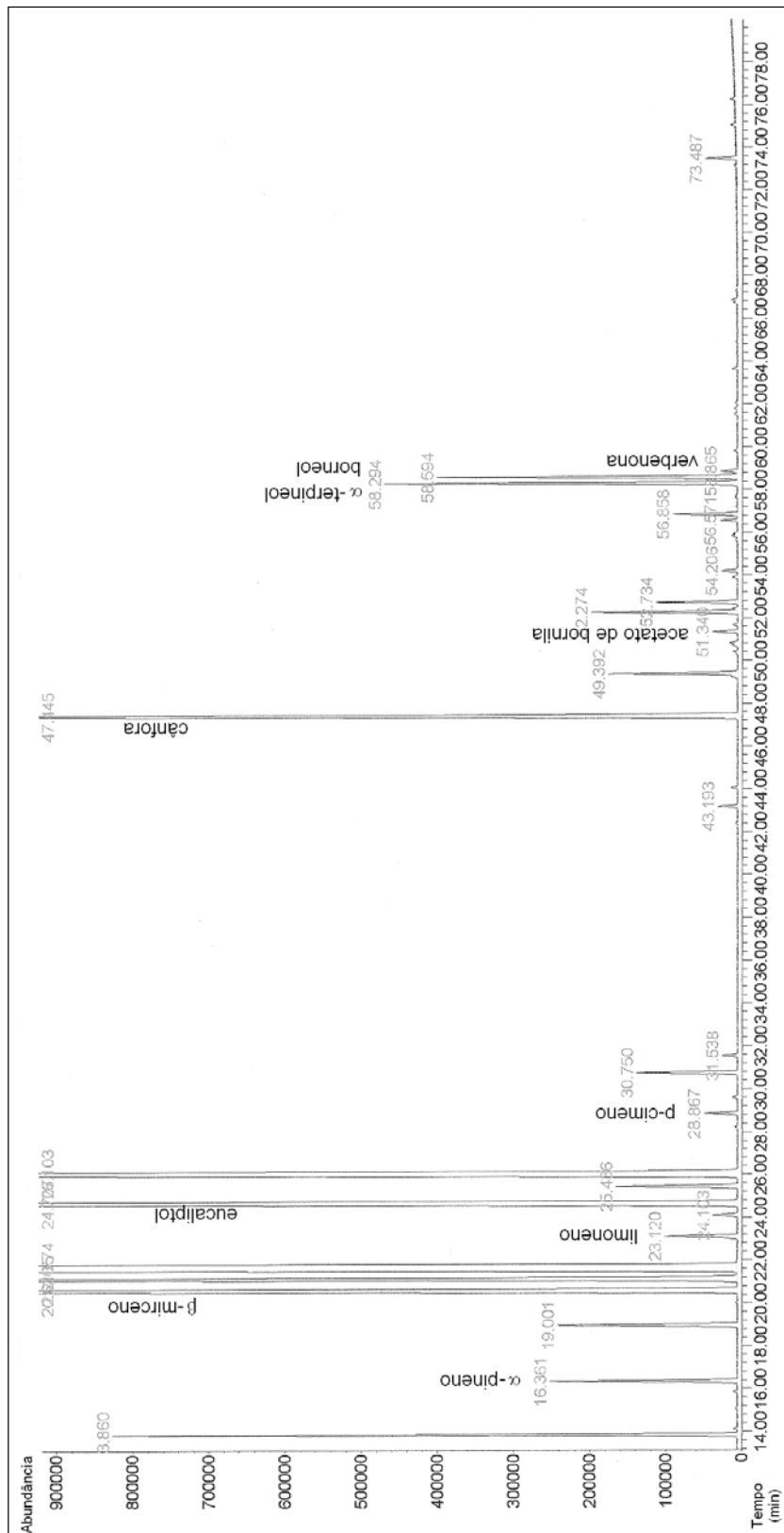


Figura 1 – Cromatograma ilustrativo obtido com o óleo volátil de *Rosmarinus officinalis* L por cromatografia gasosa acoplada a detector de massas.