

## **CÁSCARA-SAGRADA, casca**

### *Rhamni purshianae cortex*

A droga vegetal é constituída de cascas secas de caules e ramos de *Frangula purshiana* (DC.) A.Gray (syn. *Rhamnus purshiana* DC.), contendo, no mínimo, 8,0% de glicosídeos hidroxiantracênicos, dos quais, no mínimo, 60,0% são cascarosídeos, expressos como cascarosídeo A (C<sub>27</sub>H<sub>32</sub>O<sub>14</sub>, 580,54).

#### IDENTIFICAÇÃO

##### **A. Descrição macroscópica**

Peças achatadas ou transversalmente acanaladas, ocasionalmente em rolos de comprimento variável, de 1-5 mm de espessura, de comprimento e largura variáveis, às vezes partidas em fragmentos pequenos, achatados e quase uniformes. Superfície externa quase lisa, marrom-púrpura escura, com estreitas costelas longitudinais e lenticelas transversais esparsas, alongadas e espaçadas, coberta com placas acinzentadas ou esbranquiçadas de líquens, eventualmente de musgos ou hepáticas. Superfície interna amarela a marrom-avermelhada, com estrias longitudinais. Fratura breve e granular na parte externa, algo fibrosa na parte interna.

##### **B. Descrição microscópica**

A secção transversal do córtex, apresenta externamente, periderme de coloração pardo-amarelada a pardo-avermelhada, constituída por 10 ou mais camadas de súber com células pequenas, retangulares, de paredes levemente espessas. O felogênio e a feloderme, quando presentes, formam poucas camadas de células com paredes finas e conteúdo claro. Adjacente à periderme, ocorrem externamente poucas camadas de células colenquimáticas seguidas por uma região parenquimática. O parênquima cortical apresenta células alongadas tangencialmente e cristais de oxalato de cálcio na forma de drusas e cristais prismáticos. Na região mediana do córtex se encontram grupos de 20 a 50 esclereídes (células pétreas), esses tangencialmente alongados, rodeados por uma bainha parenquimática com prismas monoclinicos ou drusas de oxalato de cálcio; raios floemáticos de 1 a 4 células de largura e 15 a 25 (até mais de 30) células no comprimento, com frequência dispostos em forma diagonal ou curvada e que convergem na região do floema externo; fibras floemáticas em feixes pequenos, rodeadas por uma bainha parenquimática com prismas monoclinicos de oxalato de cálcio, estão situadas entre os raios do floema. O parênquima, com paredes de coloração parda, contém grãos de amido e cristais de oxalato de cálcio.

##### **C. descrição microscópica do pó**

A amostra satisfaz todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração marrom-amarelada a marrom-avermelhada; numerosos grupos de fibras em vista longitudinal, de 0,95 a 1,1 mm de comprimento e 16 a 24 µm de largura, cada um circundado por uma bainha parenquimática com cristais prismáticos de oxalato de cálcio; grupos densos de células pétreas, cujas células individuais são pequenas, arredondadas ou alongadas ou estreladas, de paredes espessas com pontoações simples a ramificadas e lúmen bem aparente; fibras individuais estreitas, com paredes grossas, lignificadas e não lamelares, com pontoações simples, lúmen pequeno, frequentemente inconspícuo; grupos de células pétreas rodeadas por idioblastos com cristais prismáticos de oxalato de cálcio; fragmentos de súber com coloração entre pardo-avermelhado e amarelo; fragmentos de parênquima e células de raios do floema que se colorem de pardo-avermelhado a alaranjado ao agregar uma solução alcalina forte; grãos de amido esferoidais, de até 8 µm de diâmetro; oxalato de cálcio em prismas monoclinicos ou drusas de 6 a 20 µm de

diâmetro, ocasionalmente até 45 µm de diâmetro; fragmentos de parênquima contendo grãos de amido e cristais de oxalato de cálcio; fragmentos ocasionais de hepáticas, consistindo de células arredondadas dispostas em única camada, com células irregularmente engrossadas e fragmentos de musgos constituídos por pequenas células alongadas, de paredes estreitas, geralmente em única camada ou, ocasionalmente, em duas ou três.

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

*Fase estacionária:* sílica-gel F<sub>254</sub>, com espessura de 250 µm.

*Fase móvel:* acetato de etila, álcool metílico e água (100:17:13).

*Solução amostra:* pesar 0,5 g da droga vegetal e adicionar 5 mL de álcool etílico a 70% (v/v). Aquecer em banho-maria durante 15 minutos. Filtrar a amostra. Evaporar em banho-maria até secura, com temperatura máxima de 60 °C. Suspender o resíduo em 2 mL de álcool metílico

*Solução referência (1):* dissolver uma quantidade exatamente pesada de aloína em álcool metílico, para obter a concentração de 1 mg/mL.

*Solução referência (2):* dissolver uma quantidade exatamente pesada de emodina em álcool metílico, para obter a concentração de 1 mg/mL.

*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 placa e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de hidróxido de potássio a 5% (p/v) em álcool etílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Aquecer a cromatoplaça entre 100 °C e 105 °C durante cinco minutos. Examinar sob a luz visível.

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

<i>Parte superior da placa</i>	
Emodina: zona de coloração avermelhada	Zona de coloração avermelhada
Aloína: zona de coloração amarelada	Zona de coloração amarelada
	Zonas de coloração amarela
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

## TESTES

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

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

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** Método gravimétrico. No máximo 10,0%.

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 7,0%.

**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.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

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

## DOSEAMENTO

*Solução estoque:* pesar, com exatidão, cerca de 1,0 g de droga vegetal, adicionar 100 mL de água fervente e deixar em contato durante cinco minutos. Transferir a mistura para um balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com água destilada e homogeneizar. Filtrar a amostra, descartando os primeiros 20 mL. Transferir 10 mL do filtrado para um funil de separação e adicionar 0,1 mL de ácido clorídrico *M*. Extrair com 20 mL de uma mistura de hexano e éter etílico (3:1). Repetir a extração duas vezes. Após separar as fases, reservar a fase aquosa. Lavar a fase orgânica com 5 mL de água. Descartar a fase orgânica e reunir a fase aquosa com as águas de lavagem. Extrair a fase aquosa com 30 mL de acetato de etila saturado com água, preparado no momento da análise (150 mL de acetato de etila e 15 mL de água, misturados durante três minutos). Repetir a extração quatro vezes. Reunir as frações orgânicas obtidas com o acetato de etila. Utilizar a fase aquosa para o doseamento de cascarosídeos e a fase orgânica para o doseamento de glicosídeos hidroxiantracênicos sem os cascarosídeos.

### **Glicosídeos hidroxiantracênicos sem os cascarosídeos**

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

*Solução amostra:* transferir a fase orgânica da *Solução estoque* para uma cápsula de porcelana. Evaporar em banho-maria até resíduo. Dissolver o resíduo em 0,3 a 0,5 mL de álcool metílico e transferir para um balão volumétrico de 50 mL. Lavar a cápsula com água quente e transferir os resíduos para o balão volumétrico de 50 mL. Completar o volume com água e homogeneizar. Em seguida, transferir 20 mL da solução para um balão de fundo redondo de 100 mL, adicionar 2 g de cloreto férrico hexaidratado e 12 mL de ácido clorídrico. Aquecer a mistura sob refluxo durante quatro horas. Após o resfriamento transferir a solução para um funil de separação. Lavar o balão com 3 a 4 mL de hidróxido de sódio *M*, em seguida, com 3 a 4 mL de água. Transferir a água de lavagem para o funil de separação. Extrair com 30 mL de uma mistura de hexano e éter etílico (3:1). Repetir a extração três vezes. Transferir a fase orgânica para outro funil de separação e lavá-la, duas vezes, utilizando 10 mL de água em cada lavagem. Descartar a fase aquosa. Após esse procedimento diluir

a fase orgânica para 100 mL com a mistura de hexano e éter etílico (3:1). Em seguida, transferir 20 mL e evaporar até resíduo em banho-maria. Dissolver o resíduo com 10 mL de uma solução de acetato de magnésio 5 g/L em álcool metílico.

*Procedimento:* medir a absorvância em 440 nm e em 515 nm. Utilizar álcool metílico para ajuste do zero. A razão entre os valores de absorvância em 515 nm e em 440 nm, menor que 2,4, invalida o ensaio. Calcular o teor de glicosídeos hidroxiantracênicos sem cascarosídeos (HAC), em porcentagem, segundo a expressão:

$$\text{THAC} = \frac{A \times 6,95}{m}$$

em que,

THAC = teor de glicosídeos hidroxiantracênicos sem cascarosídeo % (p/p);

A = absorvância medida em 515 nm para a *Solução amostra*;

m = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

### Cascarosídeos

*Solução amostra:* diluir a fase aquosa num balão volumétrico de 50 mL com água. Utilizar 20 mL dessa solução.

*Solução branco:* álcool metílico.

*Procedimento:* medir a absorvância em 440 nm e em 515 nm, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. A razão entre os valores de absorvância em 515 nm e em 440 nm, menor que 2,4, invalida o ensaio. Calcular o teor de cascarosídeos, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\text{TC} = \frac{A \times 6,95}{m}$$

em que,

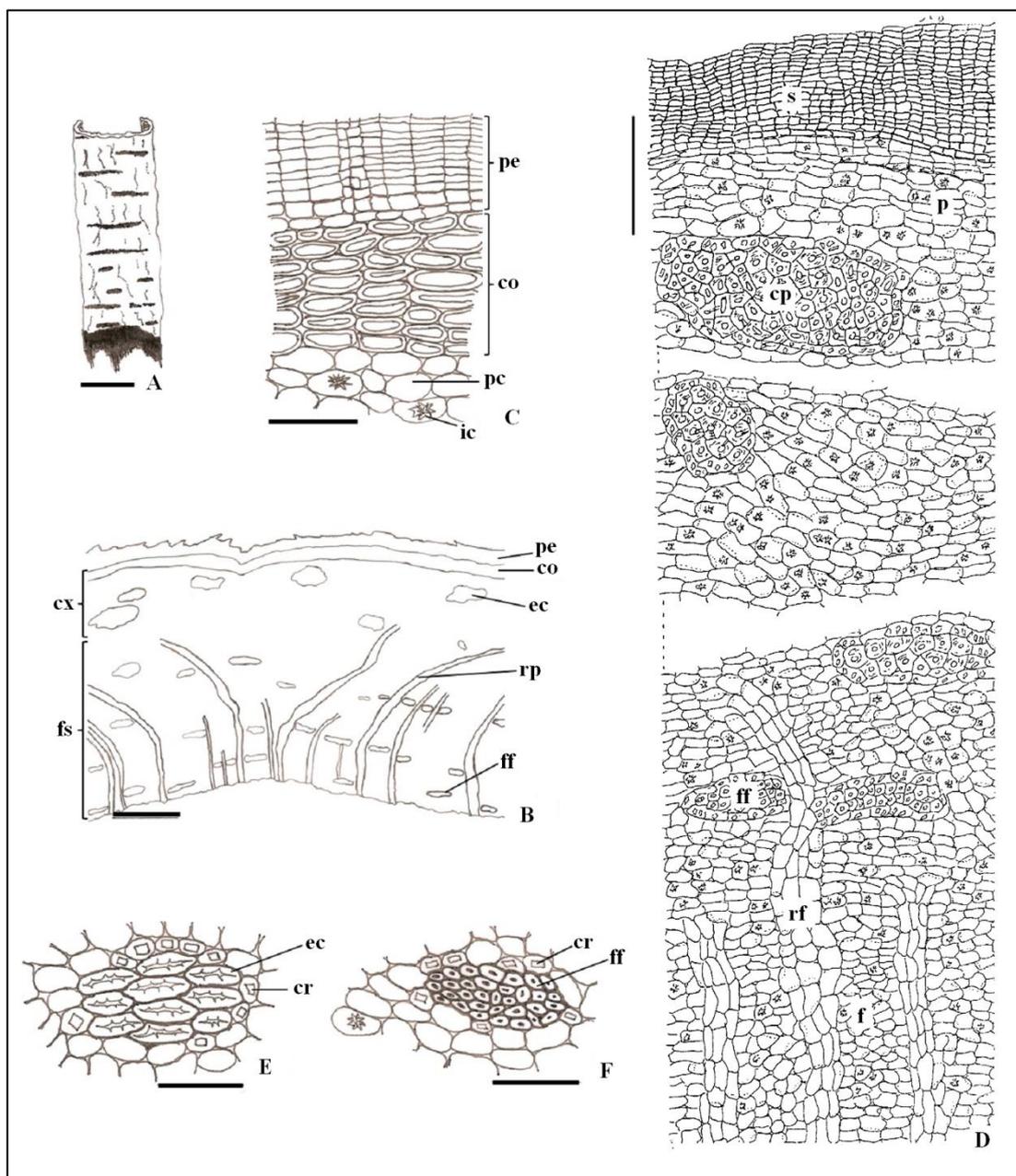
TC = teor de cascarosídeos % (p/p);

A = absorvância medida em 515 nm para a *Solução amostra*;

m = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação.

### EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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



**Figura 1** – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Frangula purshiana* (DC.) A.Gray

As escalas correspondem em A a 1 cm; em B a 200  $\mu$ m; em C a 50  $\mu$ m; em D a 100  $\mu$ m; em E e F a 50  $\mu$ m.

**A** – aspecto geral da casca em vista frontal. **B** - representação esquemática da casca em secção transversal: colênquima (co); córtex (cx); esclereídes (células pétreas) (ec); fibras do floema (ff); floema secundário (fs); periderme (pe); raio parenquimático do floema (rp). **C** - detalhe da secção transversal da parte mais externa da casca: colênquima (co); parênquima cortical (pc); periderme (pe); idioblastos com drusas (ic). **D** – detalhe de toda a secção transversal da casca: esclereídes (células pétreas) (cp); floema (f); fibras do floema (ff); parênquima (p); raios do floema (rf); súber (s). **E** - detalhe do feixe de esclereídes (ec) na região cortical da casca circundado por parênquima contendo cristais prismáticos (cr) em secção transversal. **F** - detalhe do feixe de fibras (ff) na região do floema secundário circundado por parênquima contendo cristais prismáticos (cr) em secção transversal.

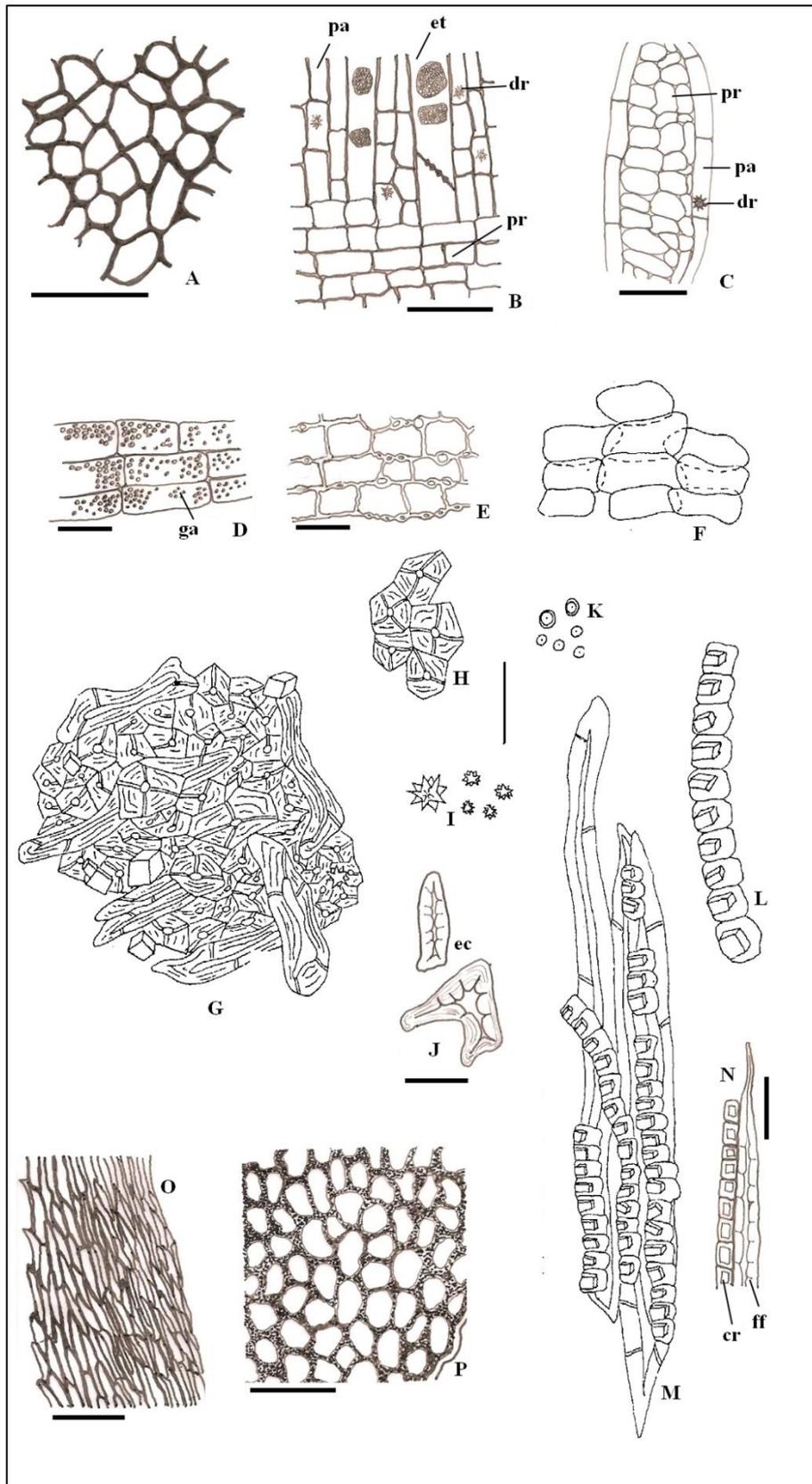


Figura 2 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Frangula purshiana* (DC.) A.Gray

As escalas correspondem a 50 µm.

**A** - fragmento do súber em vista frontal. **B** - fragmento da secção longitudinal radial do floema secundário: elemento de tubo crivado (et); parênquima axial (pa) contendo cristais de oxalato de cálcio do tipo drusa (dr) e parênquima radial (pr). **C** - fragmento da secção longitudinal tangencial do floema secundário mostrando parênquima radial (pr) e parênquima axial (pa) contendo drusa (dr). **D** - fragmento do parênquima cortical com grãos de amido (ga). **E** - fragmento do

parênquima do floema com abaulamento nas paredes celulares. **F** – fragmento de parênquima. **G** – fragmento com esclereídes (células pétreas). **H** – esclereídes agrupados. **I** – drusas. **J** – esclereídes (células pétreas) isolados (ec). **K** – grãos de amido isolados. **L** – bainha parenquimática cristalífera isolada. **M** – fibras do floema com bainhas cristalíferas. **N** – fragmento de fibra do floema com bainha cristalífera. **O** – fragmento de musgo. **P** – fragmento de hepática.