

ANGICO, casca
Anadenantherae cortex

A droga vegetal consiste de cascas secas do caule de *Anadenanthera colubrina* (Vell.) Brenan, contendo, no mínimo, 6% de taninos totais e, no mínimo, 0,19% de catequina (C₁₅H₁₄O₆, 290,27).

IDENTIFICAÇÃO

A. Descrição macroscópica

As cascas caulinares secas apresentam-se em fragmentos levemente curvos e muito rígidos, resinosos, com 6 a 8 cm de comprimento, 0,5 a 2,5 cm de largura e 0,5 a 1,5 cm de espessura. A superfície externa é rugosa, de coloração pardacenta e é geralmente recoberta de placas esbranquiçadas a acinzentadas, com esparsas manchas pretas. A superfície interna é de coloração pardo-avermelhada, apresentando estrias longitudinais devido à presença de grossas fibras estreitas e opostas entre si.

B. Descrição microscópica

Em secção transversal da casca há periderme bem desenvolvida, com 15 a 30 camadas de células tabulares, enfileiradas radialmente. No córtex, em secção transversal, há de 10 a 22 camadas ou mais de células de parênquima cortical achatadas radialmente, alternadas a faixas de fibras esclerenquimáticas; após as faixas de parênquima ocorrem faixas de feloderme, caracterizadas por células achatadas dispostas radialmente em fileiras sobrepostas. Raios e cordões parenquimáticos são evidentes. Algumas células parenquimáticas do parênquima cortical contêm cristais prismáticos, além de grãos de amido. Na secção longitudinal há camadas de fibras alternadas aos raios parenquimáticos.

C. Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanho-clara; porções de células do parênquima; fragmentos de fibras esclerenquimáticas libríformes; células parenquimáticas com cristais prismáticos e com células pétreas.

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 1 g da droga pulverizada e colocar em balão de fundo redondo adicionando 10 mL de álcool metílico. Aquecer, sob refluxo, durante 10 minutos. Filtrar em algodão.

Solução referência: pesar cerca de 1 mg de catequina 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 placa e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com vanilina a 1% (p/v) em álcool etílico e, em seguida, nebulizar com ácido clorídrico.

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>	
Catequina: zona de coloração rósea-avermelhada	Zona de coloração rósea-avermelhada Zona de coloração rósea-avermelhada Zona de coloração rósea-avermelhada Zona de coloração rósea-avermelhada
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

TESTES

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

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

Cinzas totais (5.4.1.5.1). No máximo 6,0%.

Metais pesados (5.4.5). Cumpre o teste.

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 0,750 g da droga pulverizada e transferir para um balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água e aquecer em banho-maria durante 30 minutos, à temperatura entre 85 °C e 90 °C. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o balão de fundo redondo transferindo as águas de lavagem com todo conteúdo da droga vegetal para o balão volumétrico. Completar o volume com água destilada. Deixar decantar e filtrar em papel de filtro o líquido sobrenadante. 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 e completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v). 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. 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, em água, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol e transferir para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água 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 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 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.

Catequina

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 23 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

Eluente (A): água e ácido fosfórico a 85% (v/v) (99:1).

Eluente (B): álcool metílico e ácido fosfórico a 85% (v/v) (99:1)

<i>Tempo (minutos)</i>	<i>Eluente (A) (%)</i>	<i>Eluente (B) (%)</i>	<i>Eluição</i>
0 - 15	70 → 50	30 → 50	gradiente linear
15 - 16	50 → 25	50 → 75	gradiente linear
16 - 17	25 → 70	75 → 30	gradiente linear
17 - 18	70	30	isocrática

Solução amostra: pesar 0,750 g da droga pulverizada e transferir para um balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água. Aquecer em banho-maria durante 30 minutos, a temperatura de 85 °C a 90 °C. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o balão de fundo redondo transferindo as águas de lavagem com todo conteúdo de droga vegetal para o balão volumétrico. Completar o volume com água. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

Solução referência: dissolver quantidade exatamente pesada de catequina em água, para obter solução a 4,05 µg/mL.

Procedimento: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção da catequina na amostra é de aproximadamente 6,1 minutos. Calcular o teor de catequina, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TC = \frac{C_r \times A_a \times 250 \times 100}{A_r \times m}$$

em que,

TC = teor de catequina % (p/p);

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

A_r = área sob o pico correspondente à catequina na *Solução referência*;

A_a = área sob o pico correspondente à catequina na *Solução amostra*;

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

250 = fator de diluição.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

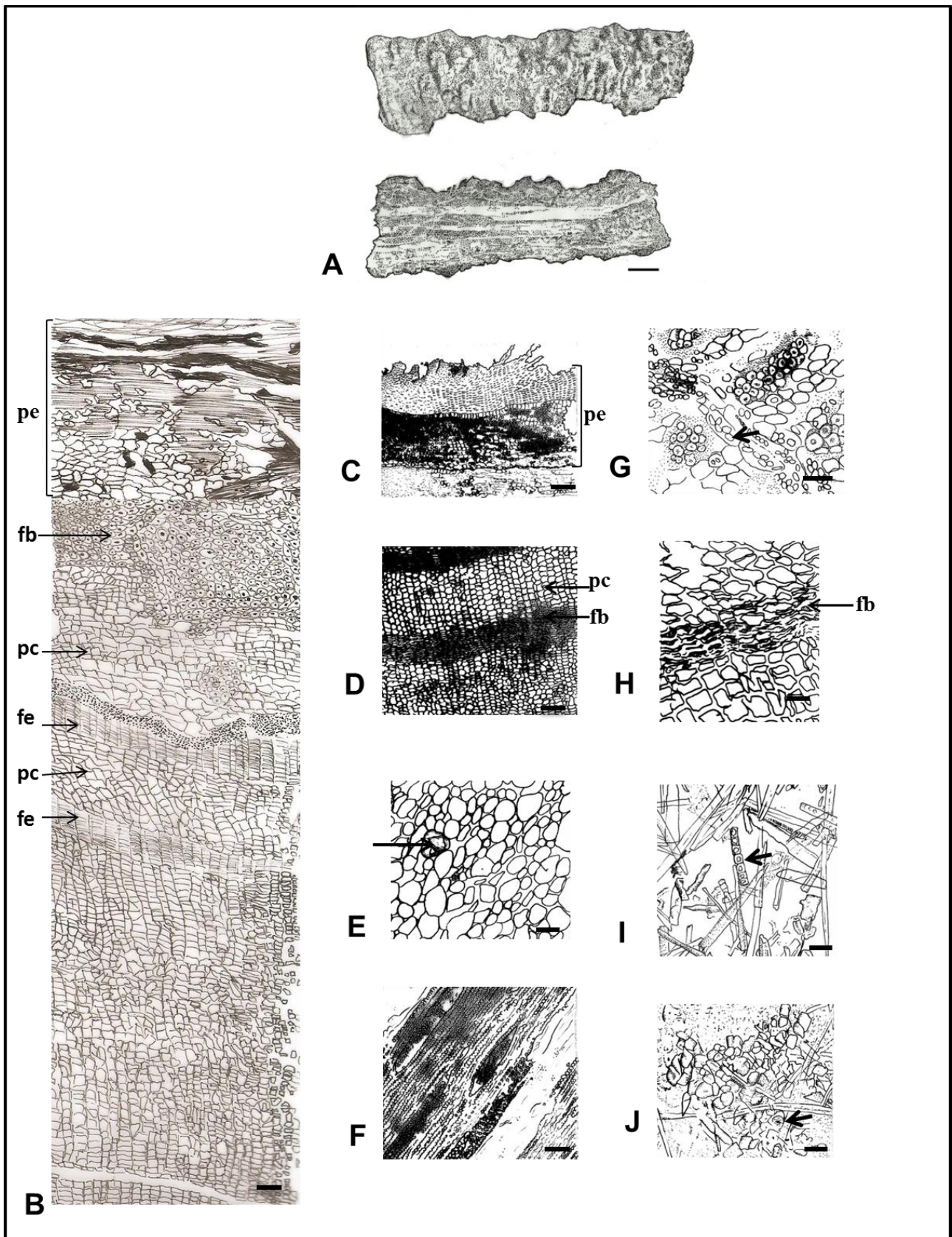


Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Adenanthera colubrina* (Vell.) Brenan

As escalas correspondem em **A** a 2 cm; **B**, **C**, **D**, **E**, **F** e **H** a 100 µm; **G**, **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 do caule, em secção transversal: feloderme (fe), fibras (fb), parênquima cortical (pc), periderme (pe). **C** - detalhe da secção transversal da casca: periderme (pe). **D** - detalhe da secção transversal da casca: parênquima cortical (pc) e faixas de fibras

(fb). **E** - detalhe da secção transversal da casca: cristal prismático nas células de parênquima cortical (seta). **F** - detalhe da secção longitudinal da casca mostrando um cordão parenquimático e um raio. **G** - detalhe da secção transversal na região dos raios parenquimáticos da casca: grãos de amido nas células de parênquima cortical (seta). **H** - detalhe da secção longitudinal da casca: fibras (fb). **I e J** - detalhes observados no pó. **I** - fibras libríformes e células parenquimáticas com cristais prismáticos (seta). **J** - células pétreas (seta).