

CÁSCARA-SAGRADA, tintura
Rhamni purshianae tinctura

A tintura é obtida a partir de cascas secas de *Frangula purshiana* (DC.) A. Gray (syn. *Rhamnus purshiana* DC.), contendo, no mínimo, 0,75% de glicosídeos hidroxiantracênicos, dos quais, no mínimo, 60% são cascarosídeos, expressos como cascarosídeo A (C₂₇H₃₂O₁₄, 580,54).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração marrom escuro.

IDENTIFICAÇÃO

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

Fase estacionária: sílica-gel F₂₅₄ (0,25 mm).

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

Soluções amostra: secar 0,5 mL da tintura até resíduo, em banho-maria, em temperatura máxima de 60°C. Adicionar 5 mL de álcool metílico e filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

Solução referência (1): dissolver uma quantidade, pesada com exatidão, de aloína em álcool metílico, para obter a concentração de 1000 µg/mL.

Solução referência (2): dissolver uma quantidade, pesada com exatidão, de emodina em álcool metílico, para obter a concentração de 1000 µg/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 5% em álcool etílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Aquecer a placa entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente cinco minutos. Examinar sob a luz visível.

Resultados: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, a *Solução referência (2)* e a *Solução amostra*, após nebulização com solução de hidróxido de potássio 5% e exame sob a luz ultravioleta e após o aquecimento e exame sob a luz visível, na ordem. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

<i>Parte superior da placa</i>	
Emodina: zona de fluorescência escura	Zona de fluorescência escura Zona de fluorescência azul Zona de fluorescência azul
	Zonas de fluorescência amarelada Zonas de fluorescência alaranjada
Aloina: zona de fluorescência amarelada	Zona de fluorescência amarelada Zonas de fluorescência azulada Zonas de fluorescência amarelada
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

<i>Parte superior da placa</i>	
Emodina: zona de coloração avermelhada	Zona de coloração avermelhada
	Zona de coloração amarelada Zona de coloração vermelha
Aloina: zona de coloração amarelada	Zona de coloração amarelada Zona de coloração rosa Zona de coloração alaranjada
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

TESTES

Densidade relativa (5.2.5). 0,9044 a 0,9115.

Álcool etílico (5.3.3.8.1). Método II. 60% (v/v) a 64% (v/v).

Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1). Cumpre o teste.

Resíduo seco (5.4.2.2.2). No mínimo 3,0% (p/p).

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

Solução estoque: medir 10,0 mL da tintura e transferir para um balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com água e homogeneizar. Filtrar a amostra, descartar 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 duas quantidades de 20 mL cada, de uma mistura hexano e éter etílico (3:1). Após separar as fases, reservar a fase aquosa. Lavar a fase orgânica com 5 mL de água. Descartar a fase orgânica e reunir as fases aquosas com as águas de lavagem. Extrair a fase aquosa com quatro quantidades, cada uma de 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). Combinar as frações 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 o solvente em banho-maria até resíduo. Dissolver o resíduo em 0,3 mL 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, diluir com água, completar o volume 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 três quantidades, cada uma com 30 mL, de uma mistura de hexano e éter etílico (3:1). 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.

Solução branco: álcool metílico.

Procedimento: medir a absorvância em 440 nm e 515 nm, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. A razão entre os valores de absorvância em 515 nm e 440 nm, menor que 2,4, invalida o ensaio. Calcular o teor de glicosídeos hidroxiantracênicos sem os 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 tintura utilizada, determinada a partir da densidade.

Cascarosídeos

Solução amostra: diluir a fase aquosa da *Solução estoque* em um balão volumétrico de 50 mL com água e homogeneizar. Utilizar 20 mL dessa solução.

Solução branco: álcool metílico.

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

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

em que,

TC = teor de cascarosídeos % (p/p);

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

m = massa em gramas da tintura utilizada, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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