

COENTRO, óleo

Coriandri aetheroleum

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de frutos secos de *Coriandrum sativum* L., contendo, no mínimo, 65,0% de linalol ($C_{10}H_{18}O$, 154,25).

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, incolor a amarelo-claro com odor característico de especiarias.

IDENTIFICAÇÃO

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

Fase estacionária: sílica-gel GF₂₅₄.

Fase móvel: acetato de etila e tolueno (5:95).

Solução amostra: diluir 10 µL da amostra a ser examinada em 1 mL de tolueno.

Solução referência: diluir 10 µL de linalol e 2 µL de acetato de geranila em 1 mL de tolueno.

Revelador: misturar, na ordem, 0,5 mL de anisaldeído, 10 mL de ácido acético glacial, 85 mL de álcool metílico e 5 mL de ácido sulfúrico.

Procedimento: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com o *Revelador*, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante 10 a 15 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>	
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>
Acetato de geranila: zona de coloração rosa-violácea	Zona de coloração rosa-violácea
Linalol: zona de coloração rosa-violácea	Zona de coloração rosa-violácea
	Zona de coloração rosa-violácea de menor intensidade

TESTES

Densidade relativa (5.2.5). 0,860 a 0,880.

Índice de refração (5.2.29.4). 1,462 a 1,470.

Rotação óptica (5.2.8). +7° a +13°.

Índice de acidez (5.2.29.7). No máximo 3. Determinar em 5 g de amostra.

Perfil cromatográfico. Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás (5.2.17.5)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, coluna capilar de 60 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com polietilenoglicol, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio ultrapuro como gás de arraste (1 mL/minuto).

Temperatura:

	Tempo (minutos)	Temperatura (°C)
Coluna	0 – 10	60
	10 – 75	60 → 190
	75 – 120	190
Injector		220
Detector		240

Solução amostra: óleo volátil de coentro.

Solução referência (1): dissolver 10 µL de α-pineno, 10 µL de limoneno, 10 µL de γ-terpineno, 10 µL de p-cimeno, 10 mg de cânfora, 20 µL de linalol, 10 µL de α-terpineol, 10 µL de acetato de geranila

e 10 µL de geraniol em 1 mL de hexano. Armazenar, sob refrigeração, em frasco hermeticamente fechado e ao abrigo da luz.

Solução referência (2): diluir 5 µL de geraniol em hexano e diluir para 10 mL com o mesmo solvente.

Procedimento: injetar volume de 0,2 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:65. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o 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 referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia a gás, acoplada a detector seletivo de massas, operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama.

Adequabilidade do sistema

Resolução entre picos: *Solução referência* (1), mínimo 1,5 entre os picos referentes ao linalol e cânfora.

Limite de exclusão: área sob o pico do cromatograma obtido com a *Solução referência* (2) (0,05%).

No cromatograma obtido com a *Solução amostra*, verificar a presença dos componentes conforme segue: α-pineno, 3,0 a 7,0%; limoneno, 1,5 a 5,0%; γ-terpineno, 1,5 a 8,0%; *p*-cimeno, 0,5 a 4,0%; cânfora, 3,0 a 6,0%; linalol, 65,0 a 78,0%; α-terpineol, 0,1 a 1,5%; acetato de geranila, 0,5 a 4,0%; e geraniol, 0,5 a 3,0%.

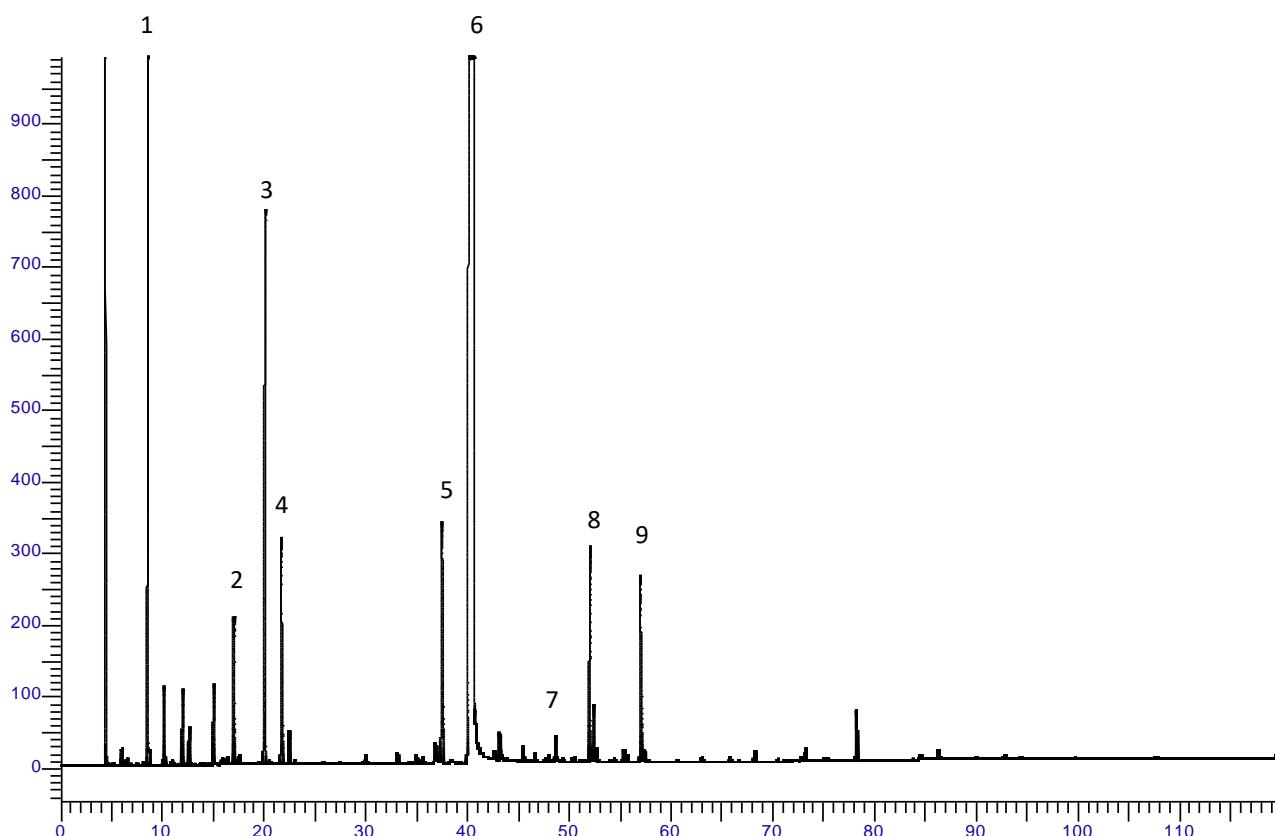


Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Coriandrum sativum* L., por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama. 1- α-pineno, 2- limoneno, 3- γ-terpineno, 4- *p*-cimeno, 5- cânfora, 6- linalol, 7- α-terpineol, 8- acetato de geranila, 9- geraniol.

Determinação da pureza quiral. Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás (5.2.17.5)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com β -ciclodextrina modificada, com espessura de filme de 0,25 μm . Utilizar nitrogênio ultrapuro como gás de arraste (1,3 mL/minuto).

Temperatura:

	Tempo (minutos)	Temperatura (°C)
Coluna	0 – 65	50 → 180
Injetor		230
Detector		230

Solução amostra: dissolver 0,02 g da amostra em pentano e completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente.

Solução referência: dissolver 10 μL de linalol e 5 mg de borneol em pentano e completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente.

Procedimento: injetar volume de 1,0 μL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:30.

Adequabilidade do sistema

Resolução entre picos: *Solução referência*, mínimo 5,5 entre os picos referentes ao (*R*)-linalol (1º pico) e (*S*)-linalol (2º pico) e, no mínimo, 2,9 entre os picos do (*S*)-linalol e borneol (3º pico).

Limite: no máximo 14% de (*R*)-linalol. Calcular o teor de (*R*)-linalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\text{TRL} = \frac{A_R}{A_S + A_R} \times 100$$

em que,

TRL = teor de (*R*)-linalol %;

A_S = área sob o pico correspondente ao (*S*)-linalol;

A_R = área sob o pico correspondente ao (*R*)-linalol.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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