

CRATEGO, extrato fluido

Crataegi extracta fluida

O extrato fluido é obtido a partir de ramos floridos secos de *Crataegus monogyna* Jacq., *Crataegus rhipidophylla* Gand. (syn. *C. oxyacantha* L., nom. rej.) *Crataegus laevigata* (Poir.) DC., *Crataegus pentagyna* Waldst. & Kit. ex Willd., *Crataegus nigra* Waldst. & Kit. e *Crataegus azarolus* L., ou de híbridos entre elas, contendo, no mínimo, 0,8% de flavonoides totais, expressos como hiperosídeo (C₂₁H₂₀O₁₂, 464,38).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de coloração verde escuro, com odor característico.

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, água, ácido acético e ácido fórmico (100:26:11:11).

Solução amostra: secar 1,0 mL do extrato fluido até resíduo, em banho-maria, em temperatura não superior a 60 °C. Suspender o resíduo em 2 mL de álcool metílico, filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

Solução referência (1): dissolver uma quantidade pesada, com exatidão, de ácido clorogênico em álcool metílico, para obter a concentração de 100 µg/mL.

Solução referência (2): dissolver uma quantidade pesada, com exatidão, de hiperosídeo em álcool metílico, para obter a concentração de 250 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 cromatoplaça e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa difenilborato de aminoetanol SR, e a seguir com solução de macrogol 400 a 5% (p/v) em álcool etílico. Aquecer entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente cinco minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

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

<i>Parte superior da placa</i>	
Hiperosídeo: zona de fluorescência laranja	Zona de fluorescência laranja
Ácido clorogênico: zona de fluorescência azul	Zona de fluorescência azul
Rutina: zona de fluorescência laranja	Zona de fluorescência verde
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

TESTES

Densidade relativa (5.2.5). 1,0092 a 1,0771.

Álcool etílico (5.3.3.8.1). *Método II.* 61% (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 8,5% (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

Flavonoides totais

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

Solução reagente: ácido bórico a 2,5% (p/v) e ácido oxálico a 2% (p/v) em ácido fórmico anidro. Solubilizar, com aquecimento e agitação, em capela de exaustão.

Solução estoque: em um balão volumétrico 100 mL, adicionar 0,5 mL de extrato fluido de cratogeomys e completar o volume com álcool etílico a 60% (v/v).

Solução amostra: transferir 5 mL da *Solução estoque* para um balão de fundo redondo de 50 mL e secar em rotaevaporador, em temperatura não superior a 60 °C. Solubilizar o resíduo em 8 mL de uma mistura de álcool metílico e ácido acético (10:100) e transferir para um balão volumétrico de 25 mL. Lavar o balão de fundo redondo com 3 mL da mistura de álcool metílico e ácido acético (10:100) e adicionar ao balão volumétrico de 25 mL. Acrescentar 10 mL da *Solução reagente*. Levar ao banho de gelo por 10 minutos, não permitindo o congelamento da solução. Completar o volume com ácido acético glacial. Colocar o balão imediatamente em banho de gelo e retirar 10 minutos antes da leitura no espectrofotômetro.

Solução branco: transferir 5 mL da *Solução estoque* para um balão de fundo redondo de 50 mL e secar em rotaevaporador, em temperatura não superior a 60 °C. Solubilizar o resíduo em 8 mL da mistura de álcool metílico e ácido acético (10:100) e transferir para um balão volumétrico de 25 mL. Lavar o balão de fundo redondo com 3 mL da mistura de álcool metílico e ácido acético (10:100) e adicionar ao balão volumétrico de 25 mL. Acrescentar 10 mL de ácido fórmico anidro. Levar ao banho de gelo por 10 minutos, não permitindo o congelamento da solução. Completar o volume com ácido acético glacial. Colocar o balão imediatamente em banho de gelo e retirar 10 minutos antes da leitura no espectrofotômetro.

Procedimento: medir a absorvância da *Solução amostra* em 410 nm, após exatamente 30 minutos, utilizando a *Solução branco*, para ajuste do zero. Calcular o teor de flavonoides totais expressos em hiperosídeo, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TF = \frac{A \times 1,235}{m}$$

em que,

TF = teor de flavonoides totais expressos em hiperosídeo % (p/p);

A = absorvância medida para a *Solução amostra*;

m = massa em gramas do extrato fluido utilizado, determinado a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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