

FUNCHO, óleo
Foeniculi fructus aetheroleum

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de frutos secos de *Foeniculum vulgare* Mill.

CARACTERÍSTICAS

Líquido incolor.

IDENTIFICAÇÃO

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

Fase estacionária: sílica-gel GF₂₅₄.

Fase móvel: tolueno e acetato de etila (93:7).

Solução amostra: diluir 5 µL da amostra a ser examinada em 500 µL de tolueno.

Solução referência: diluir 6 µL de *trans*-anetol e 6 µL de fenchona em 500 µL de tolueno.

Revelador (1): dissolver 4 g de ácido fosfomolibdico em 40 mL de água sob aquecimento. Após resfriamento adicionar 60 mL de ácido sulfúrico.

Revelador (2): transferir 15 mL de ácido sulfúrico, com o auxílio de uma pipeta graduada, para um béquer de 50 mL. Colocar o béquer com ácido sulfúrico em um banho com gelo e adicionar, cuidadosamente, 0,5 g de permanganato de potássio. Agitar a solução com auxílio de um bastão de vidro. Utilizar para revelar a placa cromatográfica. Descartar o resíduo devidamente.

Procedimento: aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 5 µL da *Solução amostra* e 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaça e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com o *Revelador (1)*, aquecer a 110 °C durante cinco minutos. Nebulizar a placa com o *Revelador (2)* e aquecer a 110 °C em estufa por cinco 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>trans</i> -Anetol: zona de coloração azul-escuro	Zona de coloração azul-escuro
Fenchona: zona de coloração azulada	Zona de coloração azulada
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

TESTES

Densidade relativa (5.2.5). 0,961 a 0,975.

Índice de refração (5.2.29.4). 1,528 a 1,539.

Rotação óptica (5.2.8). +10° a +24°.

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 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com polietilenoglicol, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio purificado como gás de arraste (1 mL/minuto).

Temperatura:

	Tempo (minutos)	Temperatura (°C)
Coluna	0 – 8	60
	8 – 48	60 → 180
	48 – 53	180
Injetor		270
Detector		270

Solução amostra: diluir 10 µL do óleo volátil em 500 µL de hexano.

Solução referência: diluir 2 µL de α -pineno, 2 µL de limoneno, 2 µL de anisaldeído, 5 µL de fenchona, 2 µL de estragol e 10 µL de *trans*-anetol em 1 mL de hexano.

Procedimento: injetar o volume de 1 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. 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, mínimo 5,0 entre os picos referentes ao estragol e *trans*-anetol.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra*, verificar a presença dos componentes conforme segue: α -pineno, 1,0 a 10,0%; limoneno, 0,9 a 5,0%; fenchona, 12,0 a 25,0%; estragol, no máximo, 6,0%; *cis*-anetol, no máximo, 0,5%; *trans*-anetol, 55,0 a 75,0; e anisaldeído, no máximo, 2,0%.

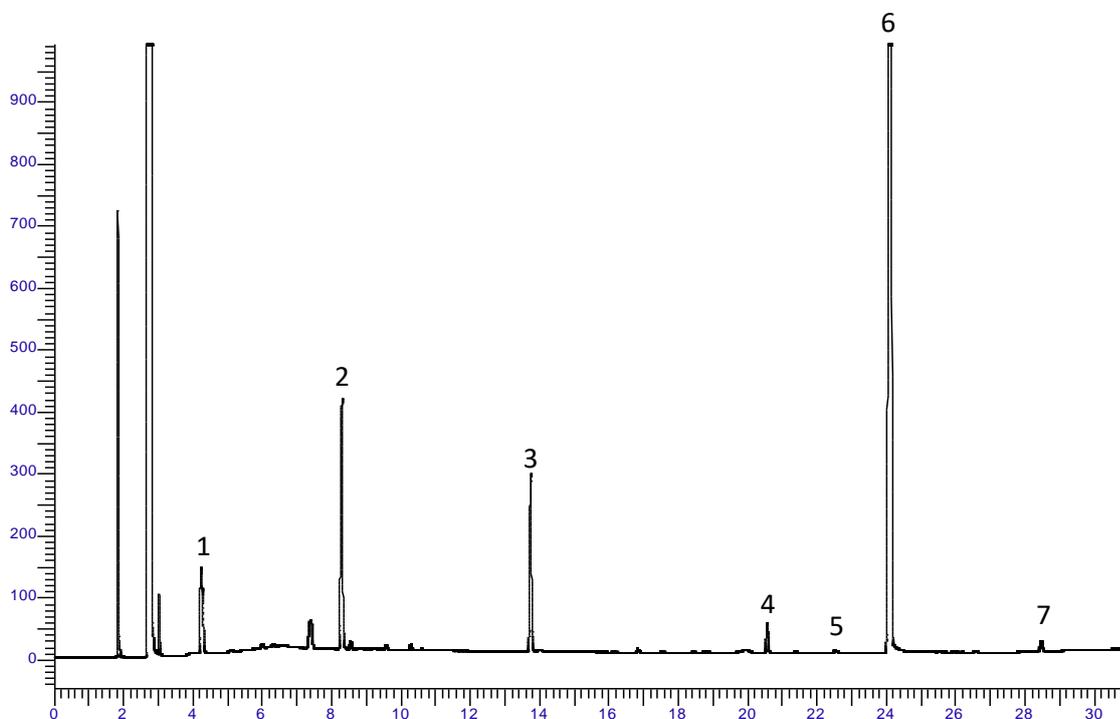


Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Foeniculum vulgare* Mill., por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama. 1- α -pineno, 2- limoneno, 3- fenchona, 4-estragol, 5- *cis*-anetol, 6- *trans*-anetol e 7- anisaldeído.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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