

## **GENGIBRE, rizoma**

### *Zingiberis rhizoma*

A droga vegetal consiste de rizomas secos de *Zingiber officinale* Roscoe, contendo, no mínimo, 0,6% de gingeróis e, no máximo, 0,4% de shogaóis.

#### **CARACTERÍSTICAS**

Os rizomas apresentam odor forte, picante e característico.

#### **IDENTIFICAÇÃO**

##### **A. Descrição macroscópica**

Rizoma ramificado, com formato irregular, achatado lateralmente, com ramificações dispostas em um só plano, de coloração castanho-clara a pardacenta, marcado por anéis transversais proeminentes e estrias longitudinais e transversais, estreitas e bem visíveis. Comumente ocorrem cicatrizes elípticas acinzentadas quando jovens e castanho-claras a esbranquiçadas quando mais velhas, rugosas e depressas, entre as ramificações, com fibras aparentes. O rizoma comercial mede de 5,0 a 25,0 cm de comprimento, de 1,0 a 5,0 cm de espessura. A fratura é curta e amilácea, com fibras projetadas e o súber tende a esfoliar-se.

##### **B. Descrição microscópica**

Em vista frontal, a periderme apresenta células de aspecto quadrangular ou alongado, ambas com paredes delgadas. Em secção transversal, o rizoma apresenta forma ovalada e três diferentes regiões, a periderme, o córtex e o cilindro central. A periderme é formada por até vinte e cinco camadas ou mais, em duas zonas distintas. A zona externa apresenta células suberificadas, de forma e disposição irregular e com grande quantidade de gotas lipídicas; a zona interna é formada por um maior número de camadas e por células de forma tabular, achatadas tangencialmente e dispostas radialmente. Grãos de amido estão presentes em todos os tecidos, exceto nos vasculares; são simples, com hilo excêntrico e estratificação muito evidente, geralmente elipsoides, ovalados e aplanados, com até 50 µm de comprimento e até 35 µm de largura e até 10 µm de espessura. O parênquima cortical é formado por células poligonais volumosas, com grande quantidade de grãos de amido. Entre as células parenquimáticas ocorrem fibras isoladas e esparsas, de paredes não muito espessas e sem lignificação. Células secretoras de forma poligonal são muito comuns, contendo gotas lipídicas grandes ou diminutas, isoladas ou agrupadas e de coloração amarelada. Os feixes vasculares são colaterais, geralmente fechados, com distribuição aleatória nos parênquimas e pouco desenvolvidos no parênquima cortical. Internamente ao parênquima ocorre a endoderme, composta por células quadrangulares, de paredes delgadas e com raros grãos de amido. O cilindro vascular externamente é delimitado por um anel de células parenquimáticas muito menores do que as demais onde se distribuem pequenos agrupamentos vasculares. Internamente, é preenchido por tecido parenquimático, formado por várias camadas, semelhante àquele que caracteriza a região cortical. No cilindro vascular também ocorrem células secretoras e feixes vasculares dispersos. Não ocorrem cristais de oxalato cálcio e esclereídes. Em secção longitudinal, observam-se espessamentos do tipo escalariforme, mais frequente, além de anelar, helicoidal e reticulado mais raros. As fibras são bastante alongadas, septadas, e apresentam poros oblíquos e pontoações evidentes.

##### **C. Descrição microscópica do pó**

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. A observação microscópica do pó torna-se mais clara, quando utilizado hidrato de cloral R. São características: coloração amarelo-clara a castanho-clara; fragmentos de periderme em vista frontal e em vista transversal; grande quantidade de grãos de amido isolados ou agrupados, mais evidentes quando utilizada água glicerinada; grande quantidade de fragmentos de parênquima com paredes delgadas e incolores, ou raramente amareladas; fragmentos de parênquima contendo grãos de amido; fragmentos de parênquima contendo gotas lipídicas amareladas; fragmentos de parênquima com porções de elementos traqueais; porções de espessamentos parietais isolados de elementos traqueais; porções de elementos traqueais isolados ou agrupados; porções de fibras isoladas ou agrupadas; gotas lipídicas isoladas e amareladas.

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

*Fase estacionária:* sílica-gel GF<sub>254</sub>.

*Fase móvel:* tolueno e acetato de etila (30:10).

*Solução amostra:* pulverizar 5 g da droga (710 µm) (5.2.11). Transferir 1 g do pó para tubos de centrífuga e adicionar 10 mL de álcool metílico. Agitar a mistura em agitador magnético por 30 minutos. Centrifugar o extrato por 10 minutos a 166 × g. Utilizar o líquido sobrenadante para aplicação na placa.

*Solução referência:* preparar solução a 0,1 mg/mL capsaicina em álcool etílico.

*Revelador:* solução de anisaldeído sulfúrico a 10% (v/v) seguido de aquecimento a temperatura entre 100 °C e 105 °C por três minutos.

*Procedimento:* aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma por 10 cm. Remover a cromatoplaça e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído sulfúrico a 10% (v/v) e aquecer entre 100 °C e 105 °C durante três minutos. Examinar a placa sob a luz visível.

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

<b>Parte superior da placa</b>	
10-shogaol: zona de coloração azul violácea 8-shogaol: zona de coloração azul violácea 6-shogaol: zona de coloração azul violácea	Zona de coloração azul violácea Zona de coloração azul violácea Zona de coloração azul violácea
10-gingerol: zona de coloração azul violácea 8-gingerol: zona de coloração azul violácea 6-gingerol: zona de coloração azul violácea	Zona de coloração azul violácea Zona de coloração azul violácea Zona de coloração azul violácea
Capsaicina: zona de coloração azul	
<b>Solução referência</b>	<b>Solução amostra</b>

**TESTES**

**Água (5.2.20.2).** No máximo 12%.

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

**Cinzas totais (5.4.1.5.1).** No máximo 8,0%.

**Substâncias extraíveis por álcool etílico (5.4.1.9).** Método C. No mínimo 3,5%.

**Substâncias extraíveis em água (5.4.1.9).** Método C. No mínimo 4,5%

**Resíduos de agrotóxicos (5.4.3).** Cumpre o teste.

**Aflatoxinas (5.4.4).** Cumpre o teste.

**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.

**DOSEAMENTO****Gingeróis**

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência (5.2.17.4)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 282 nm; 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 ambiente ( $22 \pm 2$ ) °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,0 mL/minuto. Pequenos ajustes no fluxo e gradiente poderão ser necessários com a troca de aparelhagem e coluna cromatográfica.

*Eluente (A)*: acetonitrila, ácido fosfórico a 0,1% (v/v) e álcool metílico (55:44:1).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

Adotar o *Eluente (A)* com um tempo de corrida sete vezes superior ao tempo de retenção da capsaicina.

*Lavagem da coluna*: após cada corrida, proceder a lavagem da coluna usando o sistema descrito na tabela a seguir.

<i>Tempo (minutos)</i>	<i>Eluente (A) (%)</i>	<i>Eluente (B) (%)</i>	<i>Eluição</i>
0 - 2	100 → 0	0 → 100	gradiente linear
2 - 12	0	100	isocrática
12 - 14	0 → 100	100 → 0	gradiente linear
14 - 29	100	0	isocrática

*Preparação da amostra*: transferir 1 g da droga vegetal recentemente pulverizada (710 µm) (5.2.11) para erlenmeyer com boca esmerilhada de 50 mL e adicionar 25 mL de álcool etílico absoluto. Macerar o extrato por 24 horas, agitando frequentemente a solução durante as primeiras oito horas. A seguir, filtrar o extrato em papel de filtro para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com álcool etílico e homogeneizar.

*Solução referência*: dissolver capsaicina em álcool metílico em quantidade e volume necessários para preparar uma solução com concentração de 0,5 mg/mL.

*Solução amostra*: em balão volumétrico de 1 mL, acondicionar 0,2 mL da *Solução referência* e completar o volume com a *Preparação da amostra*. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 25 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos referentes aos gingeróis e a capsaicina. Calcular o teor de gingeróis, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TG = \frac{A_a \times C}{A_r \times m} \times 100 \times 31,25$$

em que,

TG = teor de gingeróis % (p/p);

$A_a$  = soma das áreas sob os picos correspondentes aos gingeróis obtidos com a *Solução amostra*. Considerar as áreas correspondentes ao 6-gingerol, 8-gingerol e 10-gingerol cujos tempos de retenção relativos são de aproximadamente 0,8, 1,5 e 3,5, respectivamente;

$A_r$  = área sob o pico correspondente a capsaicina obtida com a *Solução amostra*;

$C$  = concentração da capsaicina na *Solução amostra* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;

$m$  = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado.

## Shogaóis

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência (5.2.17.4)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 282 nm; 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 ambiente (22 ± 2) °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,0 mL/minuto. Pequenos ajustes no fluxo e gradiente poderão ser necessários com a troca de aparelhagem e coluna cromatográfica.

*Eluente (A)*: acetonitrila, ácido fosfórico a 0,1% (v/v) e álcool metílico (55:44:1).

*Eluente (B)*: acetonitrila.

Adotar o *Eluente (A)* com um tempo de corrida sete vezes superior ao tempo de retenção da capsaicina.

*Lavagem da coluna*: após cada corrida, proceder à lavagem da coluna usando o sistema descrito na tabela a seguir

<i>Tempo (minutos)</i>	<i>Eluente (A) (%)</i>	<i>Eluente (B) (%)</i>	<i>Eluição</i>
0 - 2	100 → 0	0 → 100	gradiente linear
2 - 12	0	100	isocrática
12 - 14	0 → 100	100 → 0	gradiente linear
14 - 29	100	0	isocrática

*Preparação da amostra*: transferir 1 g da droga recentemente pulverizada (710 µm) (5.2.11) para erlenmeyer com boca esmerilhada de 50 mL e adicionar 25 mL de álcool etílico absoluto. Macerar o extrato por 24 horas, agitando frequentemente a solução durante as primeiras oito horas. A seguir, filtrar o extrato em papel filtro para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com álcool etílico e homogeneizar.

*Solução referência*: dissolver capsaicina em álcool metílico em quantidade e volume necessários para preparar uma solução com concentração de 0,5 mg/mL.

*Solução amostra*: em balão volumétrico de 1 mL, acondicionar 0,2 mL da *Solução referência* e completar o volume com a *Preparação da amostra*. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento*: injetar, separadamente, 25 µL da *Solução amostra* e 25 µL da *Solução referência*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos referentes aos shogaóis e a capsaicina. Calcular o teor de shogaóis, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TS = \frac{A_a \times C}{A_r \times m} \times 100 \times 31,25$$

em que,

TS = teor de shogaóis % (p/p);

$A_a$  = soma das áreas sob os picos correspondentes aos shogaóis obtidos com a *Solução amostra*. Considerar as áreas correspondentes ao 6-shogaol, 8-shogaol e 10-shogaol cujos tempos de retenção relativos são de aproximadamente 1,9, 4,7 e 5,8, respectivamente;

$A_r$  = área sob o pico correspondente a capsaicina obtida com a *Solução amostra*;

C = concentração da capsaicina na *Solução amostra* em g/mL, considerando a pureza da substância referência;

m = massa em gramas da amostra utilizada, considerando o teor de água determinado.

**Adequabilidade do sistema:** dissolver os padrões 6-gingerol, 8-gingerol, 10-gingerol, 6-shogaol, 8-shogaol e 10-shogaol em álcool metílico em quantidades e volumes necessários para preparar uma solução de aproximadamente 0,2 mg/mL. Misturar partes iguais de cada solução em 1 mL da *Solução referência*, e injetar 25 µL da mistura. A resolução entre os picos deve ser calculada através da fórmula demonstrada a seguir, sendo que a resolução entre os picos do 6-gingerol e da capsaicina não deve ser inferior a 3,0; e entre os picos da capsaicina e 6-shogaol não deve ser inferior a 10,0.

$$R = 1,18 \times \frac{(tr_2 - tr_1)}{wr_1 + wr_2}$$

Em que:

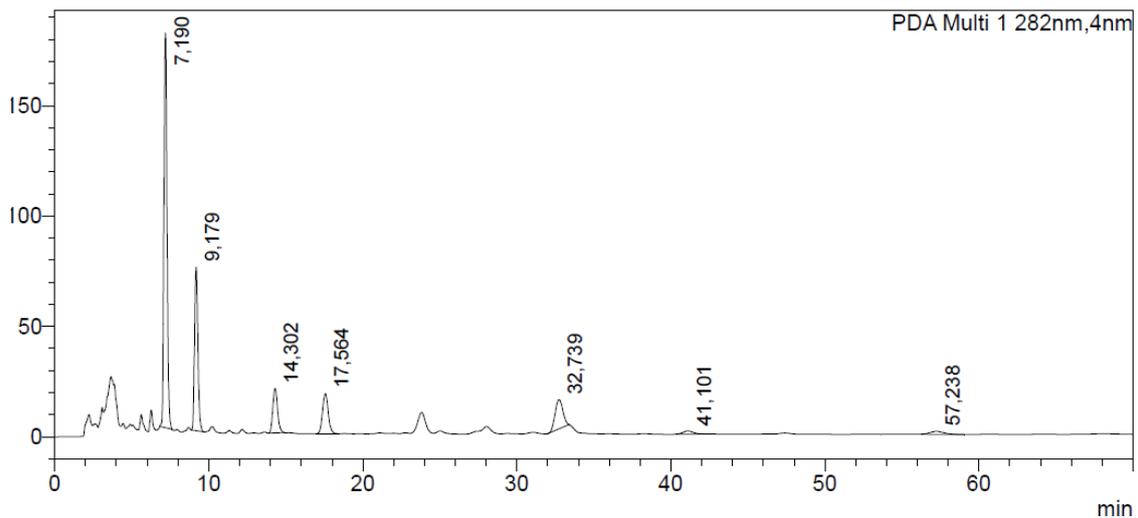
R = resolução dos picos;

tr<sub>1</sub> = tempo de retenção do primeiro pico;

tr<sub>2</sub> = tempo de retenção do segundo pico;

wr<sub>1</sub> = largura do primeiro pico medida a meia altura;

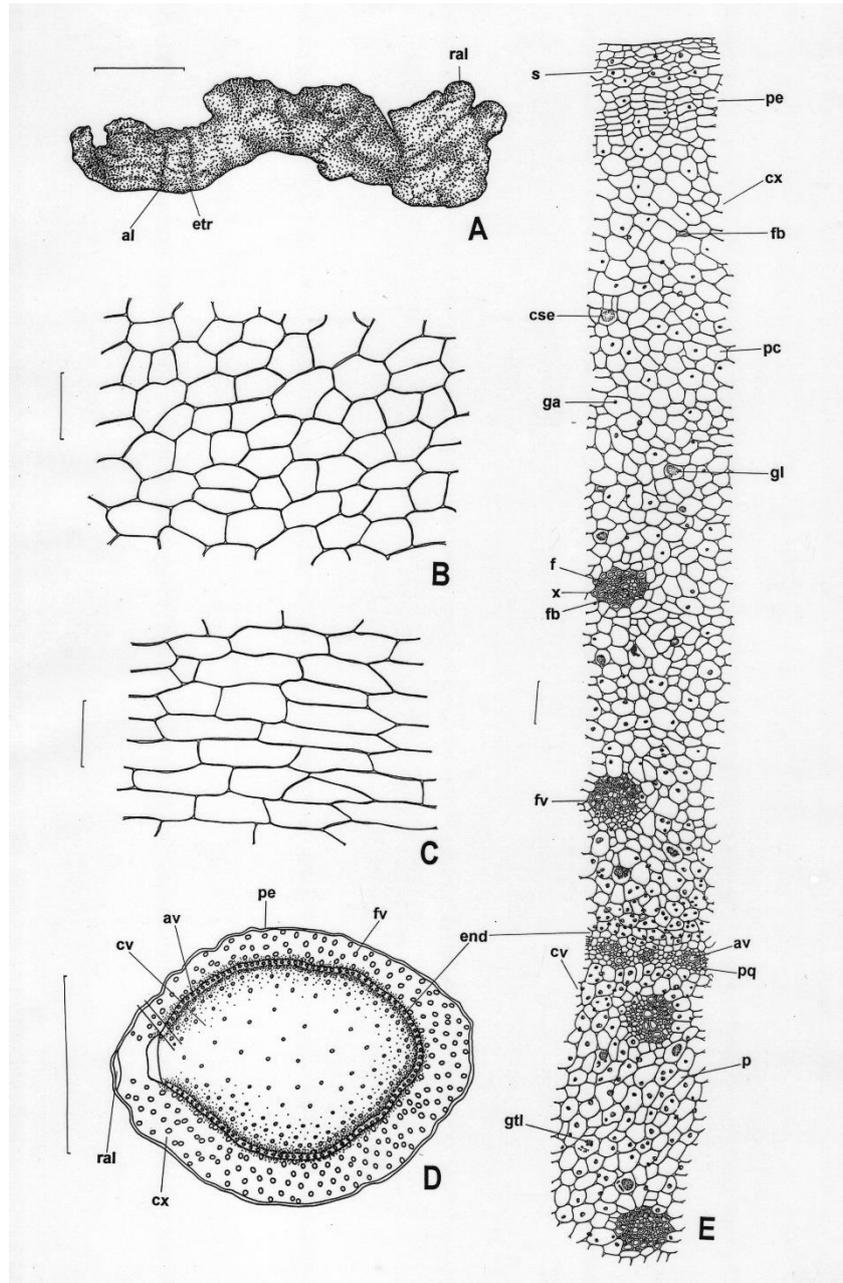
wr<sub>2</sub> = largura do segundo pico medida a meia altura.



**Figura 1 – Cromatograma ilustrativo de extrato etanólico de *Zingiber officinale* em 282 nm. Em tempo de retenção (tr) de aproximadamente sete minutos, visualiza-se o pico referente ao 6-gingerol; em tr nove minutos, capsaicina; em tr 14 minutos, 8-gingerol; em tr 17 minutos, 6-shogaol; em tr 32 minutos, 10-gingerol; em tr 41 minutos, 8-shogaol; e em tr 57 minutos, 10-shogaol.**

## EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

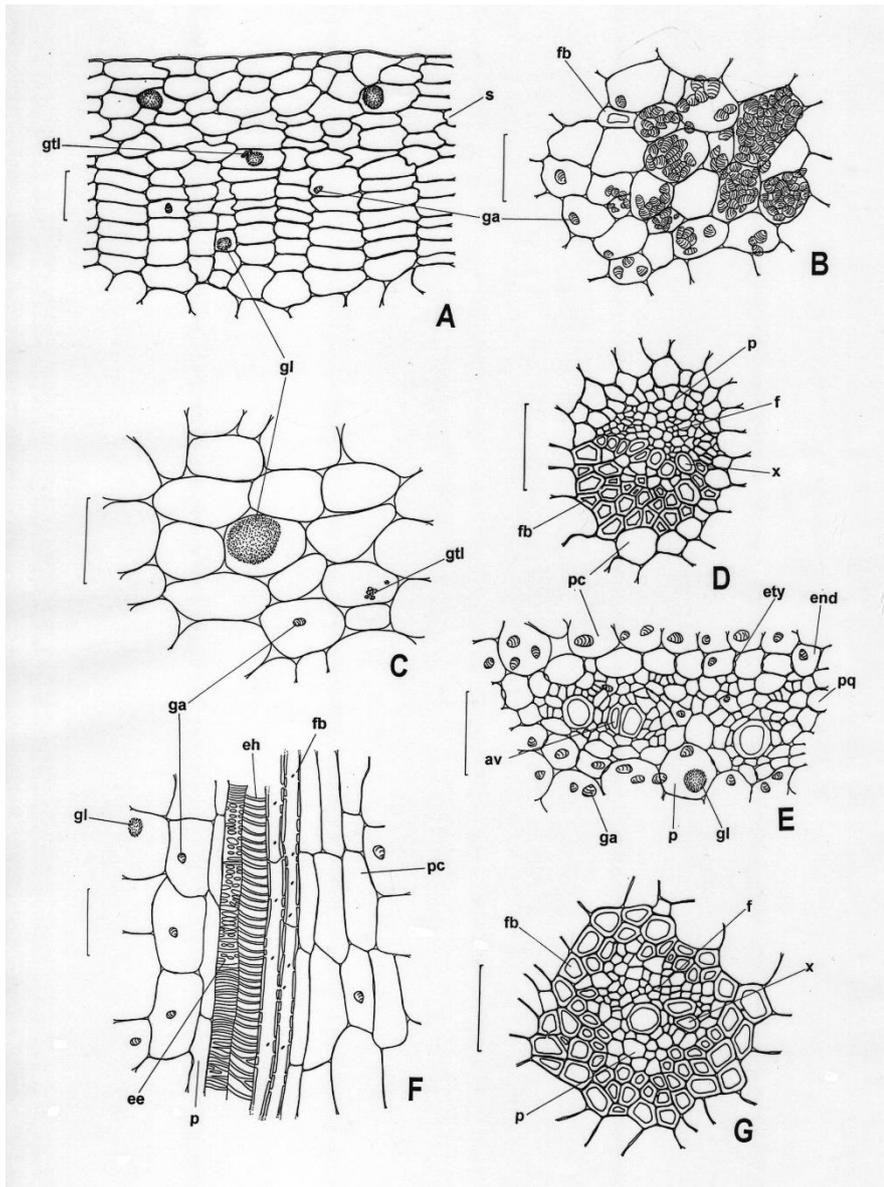
Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e calor.



**Figura 2 - Aspectos macroscópicos e microscópicos do rizoma de *Zingiber officinale* Roscoe.**

As escalas correspondem em **A** a 2,8 cm; em **B** e **C** a 100  $\mu$ m; em **D** a 5 cm; em **E** a 200  $\mu$ m.

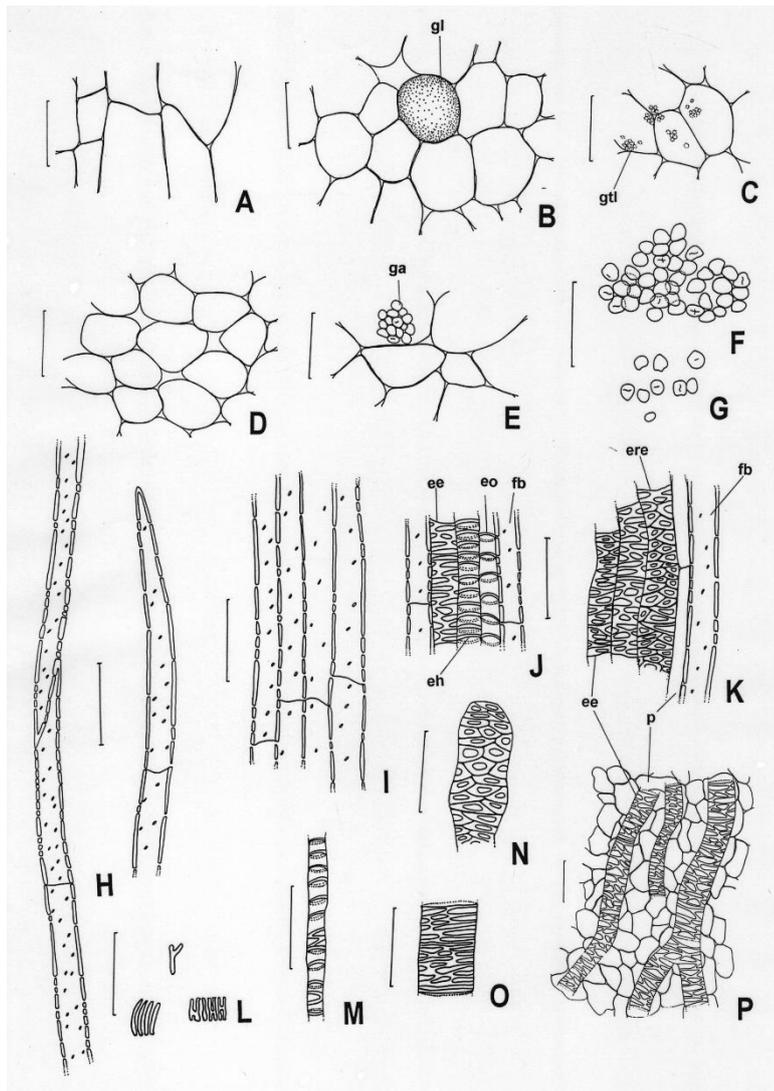
**A** - aspecto geral do rizoma, al: anel; etr: estria; ral: ramificação lateral; **B** - periderme em vista frontal com células quadrangulares; **C** - periderme em vista frontal com células alongadas; **D** - aspecto geral do rizoma em secção transversal; av: agrupamento vascular; cv: cilindro vascular; cx: córtex; end: endoderme; fv: feixe vascular; pe: periderme; ral: ramificação lateral; **E** - detalhe do rizoma em secção transversal como assinalado em **D**; av: agrupamento vascular; cse: célula secretora; cv: cilindro vascular; cx: córtex; end: endoderme; f: floema; fb: fibra; fv: feixe vascular; ga: grão de amido; gl: gota lipídica; gtl: gotícula lipídica; p: parênquima; pc: parênquima cortical; pe: periderme; pq: parênquima de pequenas células; s: súber; x: xilema.



**Figura 3 - Aspectos microscópicos do rizoma de *Zingiber officinale* Roscoe.**

As escalas correspondem em **A a G** a 100  $\mu\text{m}$ .

**A** - detalhe da periderme em secção transversal; ga: grão de amido; gl: gota lipídica; gtl: gotículas lipídicas; s: súber; **B** - detalhe do parênquima cortical com grãos de amido, em secção transversal; fb: fibra; ga: grão de amido; **C** - detalhe do parênquima cortical com gotas lipídicas, em secção transversal; ga: grão de amido; gl: gota lipídica; gtl: gotículas lipídicas; **D** - detalhe de feixe vascular ocorrente no córtex, em secção transversal; f: floema; fb: fibra; p: parênquima; pc: parênquima cortical; x: xilema; **E** - detalhe da região da endoderme e da região dos agrupamentos vasculares, em secção transversal; av: agrupamento vascular; end: endoderme; ety: estria de Caspary; ga: grão de amido; gl: gota lipídica; p: parênquima; pc: parênquima cortical; pq: parênquima de pequenas células; **F** - detalhe de porção do córtex, em secção longitudinal; ee: elemento de vaso com espessamento escalariforme; eh: elemento de vaso com espessamento helicoidal; fb: fibra; ga: grão de amido; gl: gota lipídica; p: parênquima; pc: parênquima cortical; **G** - detalhe de feixe vascular ocorrente no cilindro vascular, em secção transversal; f: floema; fb: fibra; p: parênquima; x: xilema.



**Figura 4 - Aspectos microscópicos do pó de *Zingiber officinale* Roscoe.**

As escalas correspondem em **A a P** a 100  $\mu\text{m}$ .

**A** - porção de periderme em vista frontal; **B** - porção de parênquima com gota lipídica, em secção transversal; gl: gota lipídica; **C** - porção de parênquima com gotículas lipídicas, em secção transversal; gtl: gotículas lipídicas; **D** - porção de parênquima, em secção transversal; **E** - porção de parênquima com grãos de amido, em secção transversal; ga: grão de amido; **F** - grãos de amido agrupados; **G** - grãos de amido isolados; **H** - porções de fibras isoladas, em secção longitudinal; **I** - porção de agrupamento de fibras, em secção longitudinal; **J** - porção de xilema, em secção longitudinal; ee: porção de elemento de vaso com espessamento escalariforme; eh: porção de elemento de vaso com espessamento helicoidal; eo: porção de elemento de vaso com espessamento anelado; fb: porção de fibra; **K** - porção de xilema, em secção longitudinal; ee: porção de elemento de vaso com espessamento escalariforme; ere: porção de elemento de vaso com espessamento reticulado; fb: porção de fibra; p: porção de parênquima; **L** - fragmentos isolados de espessamentos parietais; **M** - porção de elemento traqueal com espessamento anelado, em secção longitudinal; **N** - porção de elemento traqueal com espessamento reticulado, em secção longitudinal; **O** - porção de elemento traqueal com espessamento escalariforme, em secção longitudinal; **P** - porção de parênquima e elementos vasculares, em secção longitudinal; p: parênquima; ee: elemento de vaso com espessamento escalariforme.