

JUCÁ, fruto
Libidibiae fructus

A droga vegetal consiste de frutos secos de *Libidibia ferrea* (Mart. ex Tul.) L.P. Queiroz (syn. *Caesalpinia ferrea* Mart.), contendo, no mínimo, 9,0% de taninos totais e, no mínimo, 1,0% de ácido gálico (C₇H₆O₅, 170,12).

IDENTIFICAÇÃO

A. Descrição macroscópica

Legumes dessecados, de coloração castanha-escuro, ligeiramente reniformes a oblongos, achatados, com extremidades levemente pontiagudas, medindo 6 a 8 cm de comprimento, 2 a 4 cm de largura e cerca de 1 cm de espessura, contendo de uma a três sementes achatadas, duras, de coloração castanha.

B. Descrição microscópica

Em secção transversal, o pericarpo do fruto apresenta cutícula espessa sobre uma epiderme uniestratificada, com células apresentando espessamento na parede periclinal externa, seguida de um colênquima visível, mais quatro a cinco camadas de parênquima e cinco a sete camadas de esclerênquima no terço inferior do fruto, próximo aos feixes vasculares. Cristais prismáticos foram evidenciados no parênquima. Raros macroesclereídes e esclereídes ramificados foram observados nas camadas do esclerênquima. Numerosas camadas de células parenquimáticas separam os feixes vasculares, onde se observa uma zona floemática seguida de células de xilema. Em secção paradérmica, em algumas regiões da epiderme são visíveis poucos tricomas tectores simples e unicelulares; as células da epiderme apresentam paredes anticlinais retas e os estômatos são do tipo ciclocítico.

C. Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração castanha; macroesclereídes alargados; esclereídes volumosos e ramificados; porções de células parenquimáticas contendo cristais prismáticos; fibras esclerenquimáticas libiformes; elementos de vaso com espessamentos escalariforme e reticulado, com paredes terminais simples, retas e oblíquas, e com prolongamentos curtos e longos.

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

Fase estacionária: sílica-gel F₂₅₄, com espessura de 250 µm.

Fase móvel: acetato de etila, ácido fórmico e água (90:5:5).

Solução amostra: pesar cerca de 1 g da droga e levar a fervura, sob refluxo, com 10 mL de álcool etílico durante 15 minutos. Após o resfriamento, filtrar em algodão.

Solução referência: pesar cerca de 1 mg de ácido gálico e dissolver em 1 mL de álcool metílico.

Procedimento: aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 20 µL da *Solução amostra* e 20 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaça e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com solução de cloreto férrico a 1% (p/v).

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>	
Ácido gálico: zona de coloração azul-acinzentada	Zona de coloração azul-acinzentada
	Zona de coloração azul-acinzentada
	Zona de coloração azul-acinzentada
	Zona de coloração azul-acinzentada
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

E. Aquecer, sob refluxo, cerca de 3 g da droga vegetal moída em 60 mL de água, durante 15 minutos. Esfriar e filtrar. A 2 mL do extrato, adicionar duas gotas de ácido clorídrico SR e gotejar gelatina SR até precipitação. O aparecimento de um precipitado nítido indica reação positiva para taninos totais.

F. A 2 mL do extrato obtido no teste **B.** em *Identificação*, adicionar 10 mL de água e duas a quatro gotas de solução de cloreto férrico a 1% (p/v) em álcool etílico. O desenvolvimento de coloração cinza escura indica reação positiva para taninos totais.

G. A 2 mL do extrato obtido no teste **B.** em *Identificação*, adicionar 0,5 mL de vanilina a 1% (p/v) em álcool metílico e 1 mL de ácido clorídrico. O desenvolvimento de coloração vermelha indica reação positiva para taninos condensados.

H. A 5 mL do extrato obtido no teste **B.** em *Identificação*, adicionar 10 mL de ácido acético 2 M e 5 mL de acetato de chumbo SR. O aparecimento de precipitado esbranquiçado, indica presença de taninos.

TESTES

Metais pesados (5.4.5). Cumpre o teste.

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

Perda por dessecação (5.2.9.1). Método gravimétrico. No máximo 14,0%.

Cinzas totais (5.4.1.5.1). No máximo 4,0%.

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.

Resíduos de agrotóxicos (5.4.3). Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

Taninos totais

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

Solução estoque: pesar, com exatidão, cerca de 0,50 g da droga pulverizada e transferir para um balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água. Aquecer em banho-maria à temperatura entre 85 °C e 90 °C durante 30 minutos. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o balão de fundo redondo e transferir as águas de lavagem com todo o conteúdo da droga vegetal para o balão volumétrico. Completar o volume com água e homogeneizar. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

Solução amostra para polifenóis totais: diluir 5 mL da *Solução estoque* em balão volumétrico de 25 mL com água e homogeneizar. Transferir volumetricamente 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm (A_1) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele: a 10 mL da *Solução estoque* adicionar 0,1 g de pó de pele e agitar mecanicamente em erlenmeyer de 125 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Diluir 5 mL do filtrado em balão volumétrico de 25 mL com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm (A_2) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Solução referência: dissolver, imediatamente antes do uso, 50 mg de pirogalol em balão volumétrico de 100 mL com água e homogeneizar. Transferir, volumetricamente, 5 mL dessa solução para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com água e homogeneizar. Transferir volumetricamente 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v) e homogeneizar. Determinar a absorvância em 760 nm (A_3) após 30 minutos, utilizando água para ajuste do zero.

Calcular o teor de taninos totais expressos em pirogalol, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TT = \frac{(A_1 - A_2) \times m_2 \times 62,5}{A_3 \times m_1}$$

em que,

TT = teor de taninos totais expressos em pirogalol % (p/p);

A₁ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis totais*;

A₂ = absorvância medida para a *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele*;

A₃ = absorvância medida para a *Solução referência*;

m₁ = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;

m₂ = massa em gramas de pirogalol, considerando a pureza da substância de referência.

Ácido gálico

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência (5.2.17.4)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 280 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, 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 de 24 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

Eluente (A): ácido trifluoracético a 0,05% (v/v).

Eluente (B): ácido trifluoracético a 0,05% em álcool metílico (v/v).

<i>Tempo (minutos)</i>	<i>Eluente (A) (%)</i>	<i>Eluente (B) (%)</i>	<i>Eluição</i>
0 - 10	85 → 75	15 → 25	gradiente linear
10 - 12,5	75 → 60	25 → 40	gradiente linear
12,5 - 15	60 → 25	40 → 75	gradiente linear
15 - 17,5	25 → 85	75 → 15	gradiente linear
17,55 - 18	85	15	isocrática

Solução amostra: pesar, com exatidão, cerca 0,50 g da droga pulverizada e transferir para um balão de fundo redondo de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água. Aquecer em banho-maria à temperatura entre 85 °C e 90 °C durante 30 minutos. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o balão de fundo redondo e transferir as águas de lavagem com todo conteúdo da droga vegetal para o balão volumétrico. Completar o volume com água e homogeneizar. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

Soluções referência: dissolver quantidade exatamente pesada de ácido gálico em água, para obter solução a 25,0 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

Procedimento: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção do ácido gálico na amostra é de aproximadamente 8 minutos e 30 segundos. Calcular o teor de ácido gálico, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TA = \frac{C_r \times A_a}{A_r \times m} \times 250 \times 100$$

em que,

TA = teor de ácido gálico % (p/p);

C_r = concentração do ácido gálico na *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;

A_r = área sob o pico correspondente ao ácido gálico na *Solução referência*;

A_a = área sob o pico correspondente ao ácido gálico na *Solução amostra*;

m = massa em gramas da amostra utilizada, considerando a perda por dessecação;

250 = fator de diluição.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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



Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó do fruto em *Libidibia ferrea* (Mart. ex Tul.) L.P.Queiroz

As escalas correspondem em **A** a 1 cm; em **B** e **G** a 100 μ m; **C**, **D**, **E**, **F** e **H** a 25 μ m; **I**, **J**, **K**, **L**, **M** e **N** a 25 μ m.

A – aspecto geral do fruto e da semente, em vista frontal. **B** - secção transversal do pericarpo do fruto mostrando o colênquima (seta) abaixo da epiderme (seta). **C** – tricoma tector. **D** - secção transversal do pericarpo do fruto. **E** - secção transversal do pericarpo do fruto mostrando o esclerênquima (seta). **F** - células parenquimáticas (seta) e parte de feixe vascular. **G** - feixe vascular e parênquima cortical (seta-p: parênquima). **H** – secção paradérmica na epiderme do pericarpo mostrando estômato ciclocítico (seta). **I-N** – detalhes observados no pó. **I** – macrosclereíde. **J** – esclereíde ramificado. **K** – células parenquimáticas contendo cristais prismáticos. **L** – fibras esclerenquimáticas librifórmicas. **M** – elemento de vaso com espessamento escalariforme. **N** - elemento de vaso com paredes terminais simples, retas e oblíquas, e com prolongamentos curtos e longos.