

EUCALIPTO, óleo *Eucalypti aetheroleum*

Óleo volátil obtido por hidrodestilação, a partir de folhas ou ramos terminais frescos de *Eucalyptus globulus* Labill., contendo, no mínimo, 70% de 1,8-cineol (C₁₀H₁₈O, 154,25).

CARACTERÍSTICAS

Líquido incolor a amarelo pálido, com odor aromático característico de 1,8-cineol.

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 (1:9).

Solução amostra: dissolver 0,01 g da amostra a ser examinada em 1 mL de tolueno.

Solução referência: diluir 3 µL de 1,8-cineol e 1,2 µL de α-terpineol em 300 µL de tolueno.

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

Procedimento: aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaça e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com o *Revelador* e aquecer entre 100 °C e 105 °C durante 5 a 10 minutos.

Resultados: no esquema abaixo estão representadas as zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.

Parte superior da placa	
1,8-cineol: zona de coloração marrom-avermelhada	Zona de coloração marrom-avermelhada (1,8-cineol)
α-terpineol: zona de coloração marrom-avermelhada	Zona de coloração marrom-avermelhada (α-terpineol)
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

TESTES

Densidade relativa (5.2.29.1). 0,906 a 0,927.

Índice de refração (5.2.29.4). 1,458 a 1,470.

Poder rotatório (5.2.29.5). 0° a +10°.

Solubilidade em etanol. Transferir 1 mL de amostra a ser analisada para uma proveta de 25 mL com rolha esmerilhada, e adicionar, com auxílio de uma bureta, frações de 0,1 mL de etanol a 80%, até completa dissolução do óleo. A seguir, continuar a adição de etanol a 80% em frações de 0,5 mL até completar 20 mL, agitando, energicamente, a cada adição de etanol. A amostra é solúvel em cinco volumes de etanol a 80%.

Aldeídos. Transferir 10 mL da amostra para um tubo de vidro com rolha esmerilhada com 25 mm de diâmetro e 150 mm de comprimento, adicionar 5 mL de tolueno e 4 mL de solução de hidroxilamina em etanol. Agitar, energicamente, e titular imediatamente com solução hidróxido de potássio 0,5 M em etanol a 60% SV até à viragem de vermelho para amarelo. Continuar a titulação, sem deixar de agitar, até o aparecimento de coloração amarela nítida do indicador. Agitar durante 2 minutos e deixar em repouso. O ponto final da titulação é obtido quando a coloração persiste na camada inferior. A titulação termina em cerca de 15 minutos. Repetir a titulação sobre uma segunda tomada de ensaio de 10 mL da amostra e utilizar como solução de referência para o ponto de viragem o líquido resultante da primeira titulação adicionado de 0,5 mL de hidróxido de potássio 0,5 M em etanol a 60% SV. A quantidade de hidróxido de potássio 0,5 M em etanol a 60% SV utilizada na segunda titulação não é superior a 2,0 mL.

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 – 5	60
	5 – 33	60 → 200
	33 – 38	200
Injetor		220
Detector		250

Solução amostra: diluir 4 µL do óleo volátil de eucalipto em 200 µL de hexano.

Solução referência: dissolver 0,5 mg de cânfora, 0,5 mg de sabineno, 1 µL de α-pineno, 0,5 µL de β-pineno, 1 µL de limoneno, 0,5 µL de α-felandreno e 5 µL de 1,8-cineol em 1 mL de hexano. Armazenar sob refrigeração, em frasco hermeticamente fechado e ao abrigo da luz.

Procedimento: injetar 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 agás 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 1,5 entre os picos referentes ao limoneno e 1,8-cineol.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra*, verificar a presença dos componentes conforme segue: α -pineno, 0,05 a 10,0%; β -pineno, 0,05 a 1,5%; sabineno, no máximo, 0,3%; α -felandreno, 0,05 a 1,5%; limoneno, 0,05 a 15,0%; 1,8-cineol, no mínimo, 70%; e cânfora, no máximo, 0,1%.

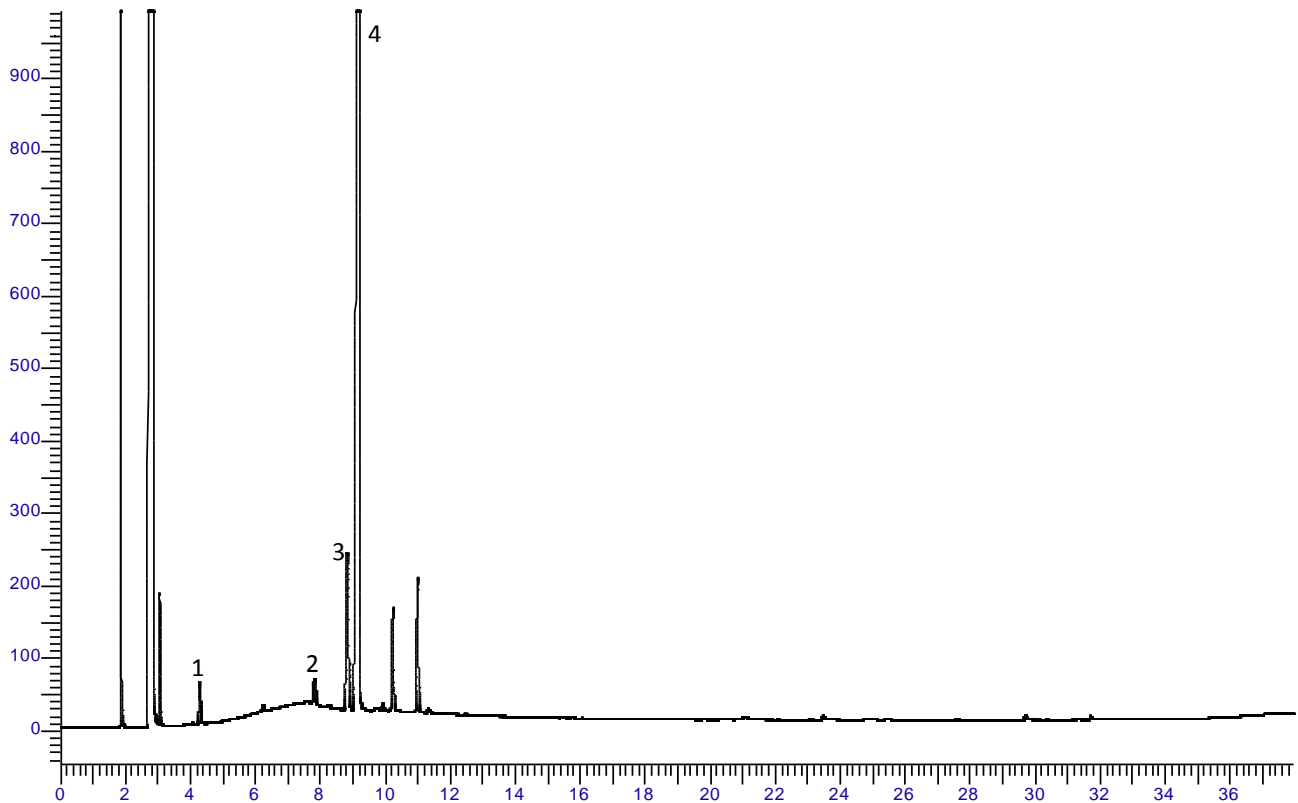


Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Eucalyptus globulus* Labill., por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama. 1 - α -pineno, 2 - α -felandreno, 3 - limoneno, 4 - 1,8-cineol.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

Solução de hidroxilamina em etanol: dissolver 3,5 g de cloridrato de hidroxilamina em 95 mL de etanol a 60%, adicionar 0,5 mL de uma solução de alaranjado de metila a 2 g/L em etanol a 60% e quantidade suficiente de hidróxido de potássio 0,5 M em etanol a 60% para produção de coloração amarela. Diluir para 100 mL com etanol a 60%.