

SENE, folha
Sennae folium

A droga vegetal consiste de folíolos secos de *Senna alexandrina* Mill. (syn. *Cassia acutifolia* Delile, *Cassia angustifolia* Vahl, *Cassia senna* L.) contendo, no mínimo, 2,5% de derivados hidroxiantracênicos expressos em senosídeo B, e 0,6% de senosídeo B ($C_{42}H_{38}O_{20}$; 862,74) e 0,5% de senosídeo A ($C_{42}H_{38}O_{20}$; 862,74).

IDENTIFICAÇÃO**A. Descrição macroscópica**

Folíolos inteiros, com lâmina assimétrica, lanceolada ou ovalado-lanceolada, de ápice agudo, obtuso, raro retuso ou retuso-mucronado e base desigual, aguda a obtusa, margem levemente revoluta. Folíolos cartáceos, quebradiços, de coloração amarelo-pálido a verde-grisáceo claro e verde-oliva pálido, com face abaxial mais clara, de 0,6 a 5 cm de comprimento e 0,2 a 1,5 cm de largura; lâmina pilosa em ambas as faces; tricomas tectores cônicos, geniculados, em maior quantidade na face abaxial, especialmente na nervura principal; venação camptódroma-broquidódroma, com nervuras de maior ordem chegando até a margem e nervura principal proeminente na face abaxial. Peciólulo grosso e curto, normalmente curvo para a face abaxial, com até 0,1 cm de comprimento e até 0,1 cm de largura; face adaxial cilíndrica ou côncava, com duas costelas laterais, face abaxial convexa; tricomas iguais aos da lâmina, antrorsos.

B. Descrição microscópica

Folíolo isobilateral, anfiestomático, com estômatos paracíticos, às vezes anisocíticos ou anomocíticos, medindo de 20 a 35 μm de comprimento. Em vista frontal, a epiderme apresenta células poligonais de paredes anticliniais espessas e retas, cobertas por cutícula lisa. Os tricomas tectores são unicelulares, cônicos, geniculados, com cutícula verrucosa, com 100 a 350 μm de comprimento. As células epidérmicas se distribuem em roseta em torno da base dos tricomas. Em secção transversal, a cutícula é espessa e a epiderme uniestratificada, com células de diferentes formas e de paredes periclinais espessas, com idioblastos contendo monocristais prismáticos. Algumas células epidérmicas contêm mucilagem, sendo que essas células são originadas por outras que se dividiram tangencialmente em duas, a célula interna é que contém a mucilagem. O parênquima paliçádico é formado por uma camada de células em ambas as faces. Nesse parênquima são observados grãos de amido; o parênquima esponjoso contém drusas de oxalato de cálcio. No bordo da lâmina ocorre colênquima subepidérmico uniestratificado ou parênquima paliçádico seguidos por idioblastos contendo monocristais prismáticos isolados, além de pequenos feixes vasculares colaterais com grande quantidade de fibras nos polos. O feixe vascular principal é acompanhado externamente por fibras e por idioblastos cristalíferos contendo monocristais prismáticos. Gotas lipídicas, em pequena quantidade, ocorrem em todos os tecidos. O peciólulo, em vista frontal, apresenta cutícula lisa e raros estômatos. Em secção transversal, a cutícula é espessa, a epiderme é uniestratificada, seguida de colênquima anelar, parênquima cortical com idioblastos contendo drusas; endoderme com grande quantidade de grãos de amido; sistema vascular formado por dois pequenos feixes colaterais na região das costelas e geralmente um único feixe colateral bem desenvolvido na região central, envolto por bainha fechada de fibras, ou vários feixes distribuídos em forma de anel aberto para a face adaxial, todos envoltos por bainha de fibras, que apresenta externamente células contendo monocristais prismáticos. Gotas lipídicas ocorrem em todos os tecidos.

C. Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: coloração verde-acinzentada a verde-amarelada; porções de tricomas tectores, em vista lateral; fragmentos de epiderme com estômatos, em vista frontal; fragmentos da epiderme com estômatos e com tricomas, em vista frontal; porções de epiderme mostrando a região de inserção do tricoma, em vista frontal; fragmentos da epiderme sobre região da nervura principal, com estômatos, em vista frontal e com cristais do tipo drusas, visíveis por transparência; fragmentos da epiderme do peciólulo, em vista frontal; células epidérmicas, em secção transversal; idioblastos cristalíferos e agrupamentos de fibras, em secção longitudinal; porções de elementos traqueais, em secção longitudinal; porções do mesofilo, conforme descrito, em secção transversal; porção dos parênquimas de assimilação em secção transversal e do feixe vascular, em secção longitudinal; porção de feixe vascular, em secção longitudinal; cristais do tipo prismático e drusas isolados.

D. Descrição das impurezas

A raque, se presente como impureza, mede de 2,5 a 13 cm de comprimento e até 0,1 cm de largura, é cilíndrica ou côncava na face adaxial com duas costelas bem desenvolvidas, e convexa na face abaxial; cicatrizes da inserção dos folíolos bem definidas. Em secção transversal, o sistema vascular é formado por três a oito feixes colaterais e o conjunto envolto por bainha contínua de fibras de pequeno calibre; um feixe vascular menor ocorre em cada uma das costelas, com calota de fibras externa ao floema.

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

Fase estacionária: sílica-gel GF₂₅₄ (0,25 mm).

Fase móvel: acetato de etila, álcool *n*-propílico, água e ácido acético glacial (40:40:30:1).

Solução amostra: adicionar a 0,5 g da droga pulverizada 5 mL de mistura de álcool etílico e água (1:1). Aquecer à ebulição. Filtrar.

Solução referência: dissolver separadamente 2,5 mg de senosídeo A e 2,5 mg de senosídeo B em 1 mL de álcool metílico e 1 mL de água, aquecer ligeiramente, se necessário.

Procedimento: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a placa, deixar secar ao ar. Nebulizar com ácido nítrico a 25% e aquecer a 120 °C durante 10 minutos. Deixar esfriar e nebulizar a placa com solução de hidróxido de potássio a 5% (p/v) até o aparecimento de manchas.

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>	
Senosídeo A: zona de coloração castanho-avermelhado	Zona de coloração castanho-avermelhado
Senosídeo B: zona de coloração castanho-avermelhado	Zona de coloração castanho-avermelhado
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

TESTES

Matéria estranha (5.4.1.3). No máximo, 2,0%, correspondente às raques foliares.

Água (5.4.1.4). No máximo 10,0%.

Cinzas totais (5.4.1.5.1). No máximo 12,0%.

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.

Metais pesados (5.4.5). Cumpre o teste.

Resíduos de agrotóxicos (5.4.3). Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

Derivados hidroxiantracênicos

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 0,15 g da droga pulverizada (180 µm) (5.2.11) em balão de fundo redondo com boca esmerilhada, adicionar 30 mL de água, misturar e pesar o conjunto. Aquecer em manta de aquecimento, sob refluxo, durante 15 minutos. Deixar esfriar, pesar e restabelecer o peso inicial com água e filtrar desprezando os 10 mL iniciais. Transferir 10 mL do filtrado para um funil de separação de 50 mL, adicionar uma gota de ácido clorídrico 2 M e lavar com

três porções de 5 mL de clorofórmio. Rejeitar a fase clorofórmica. Centrifugar a fase aquosa durante 10 minutos a $700 \times g$. Transferir 4 mL do líquido sobrenadante para balão de fundo redondo com boca esmerilhada. Ajustar o pH da solução para 7,0 a 8,0 com cerca de 80 μL de solução de carbonato de sódio a 5% (p/v). Adicionar 8 mL de solução de cloreto férrico a 10,5% (p/v). Misturar e aquecer, sob refluxo, em banho-maria durante 20 minutos. Adicionar 0,4 mL de ácido clorídrico concentrado e manter o aquecimento por 20 minutos, agitar frequentemente, até dissolução do precipitado. Resfriar a solução e transferir para funil de separação de 50 mL, extrair com 10 mL e duas vezes com 7 mL de éter etílico, previamente utilizado para lavar o balão de fundo redondo. Reunir os extratos etéreos e lavar com duas porções de 10 mL de água. Transferir a camada etérea para balão volumétrico de 25 mL, completar o volume com éter etílico e homogeneizar.

Solução amostra: evaporar 5 mL da *Solução estoque*, em banho-maria, até resíduo. Suspender o resíduo com 5 mL de acetato de magnésio a 0,5% (p/v) em álcool metílico. Filtrar se necessário.

Solução branco: álcool metílico

Procedimento: medir a absorvância da *Solução amostra* em 515 nm imediatamente após o seu preparo, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular o teor de derivados hidroxiantracênicos, calculado como senosídeo B, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\text{TSB} = \frac{A \times 187,5}{m \times 240}$$

em que,

TSB = teor de derivados hidroxiantracênicos expressos em senosídeo B % (p/p);

A = absorvância medida para a *Solução amostra*;

187,5 = fator de diluição;

240 = coeficiente de absorção específica do senosídeo B;

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

Senosídeo B e senosídeo A

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência (5.2.17.4)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 270 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 150 mm de comprimento e 3,9 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (4 μm); fluxo da *Fase móvel* de 0,9 mL/minuto.

Eluente (A): água e ácido trifluoracético (100:0,08).

Eluente (B): acetonitrila.

<i>Tempo (minutos)</i>	<i>Eluente (A) %</i>	<i>Eluente (B) %</i>	<i>Eluição</i>
0 – 12	86	14	isocrática
12 – 19	86 → 77	14 → 23	gradiente linear
19 – 28	77 → 70	23 → 30	gradiente linear
28 – 31	70 → 0	30 → 100	gradiente linear
31 – 33	0	100	isocrática

Solução amostra: pesar, com exatidão, cerca de 0,2 g da droga seca e pulverizada (180 μm) (5.2.11) e colocar em tubo de centrífuga. Adicionar 5 mL de solução de bicarbonato de sódio 0,05% (p/v) e

levar ao banho de ultrassom durante 10 minutos. Centrifugar por 20 minutos a $700 \times g$. Separar e transferir o sobrenadante para balão volumétrico de 5 mL, completar o volume e homogeneizar. Filtrar o sobrenadante em membrana. Diluir 50 μL da solução resultante em 150 μL de água. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 μm .

Solução referência: dissolver 10 mg da mistura de senosídeo A SQR e senosídeo B SQR em 10 mL de álcool metílico.

Soluções para curva analítica: diluir uma alíquota de 2,5 mL da *Solução referência*, em balão volumétrico de 25 mL, de modo a obter solução a 50 $\mu\text{g/mL}$. Diluir alíquotas de 2 mL, 2,5 mL, 3 mL, 3,5 mL, 4 mL e 4,5 mL, em balões volumétricos de 5 mL, com álcool metílico, de modo a obter concentrações de 20 $\mu\text{g/mL}$, 25 $\mu\text{g/mL}$, 30 $\mu\text{g/mL}$, 35 $\mu\text{g/mL}$, 40 $\mu\text{g/mL}$ e 45 $\mu\text{g/mL}$. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 μm .

Procedimento: injetar, separadamente, 10 μL das *Soluções para curva analítica* e 10 μL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção é de aproximadamente 18 minutos para o senosídeo B e 20,7 minutos para o senosídeo A. Calcular o teor de senosídeo B e senosídeo A na amostra a partir da equação da reta obtida com a curva analítica. O resultado é expresso pela média das determinações em gramas de senosídeo B e senosídeo A, em porcentagem, considerando o teor de água determinado.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

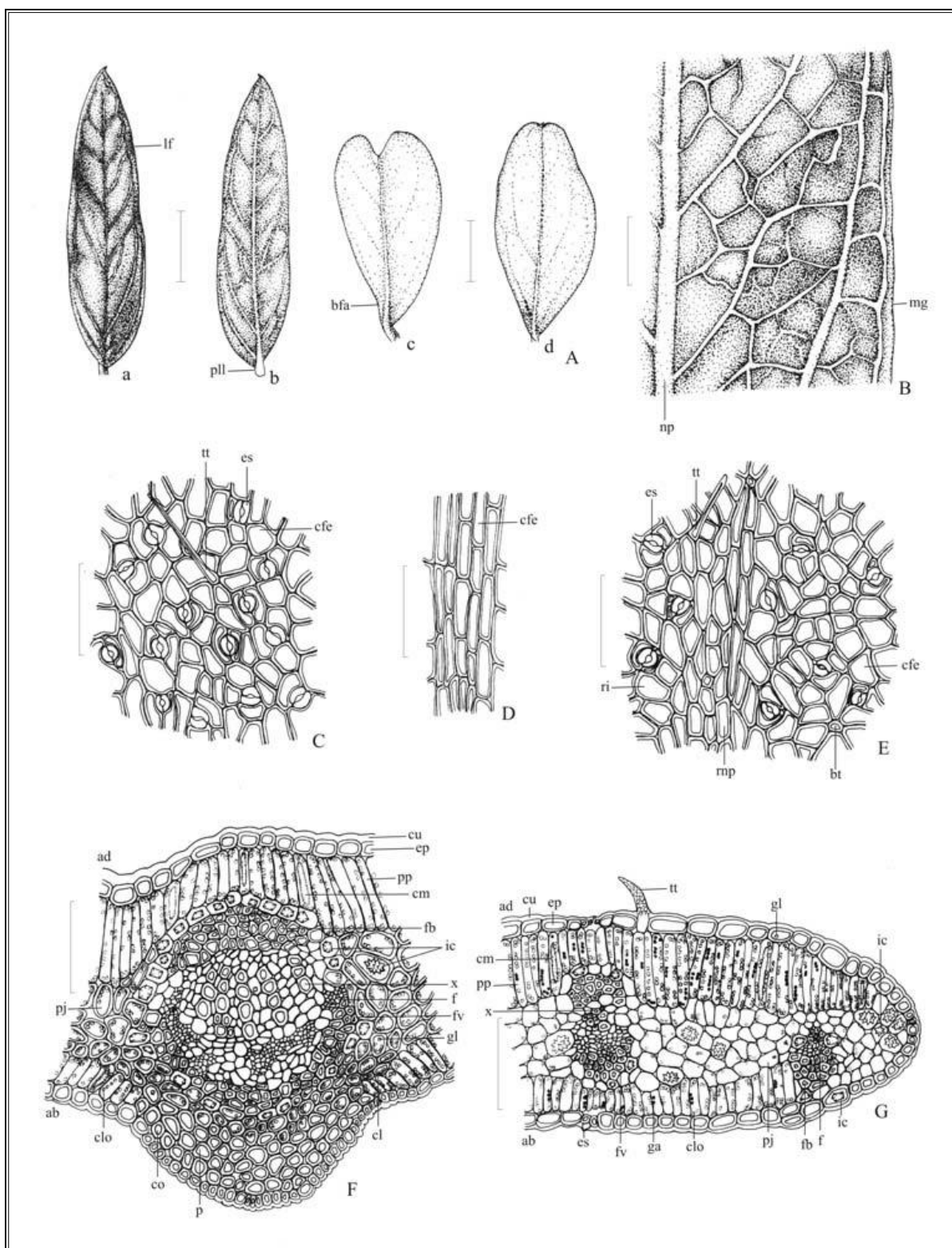


Figura 1 – Aspectos macroscópicos, microscópicos e microscópicos do pó em *Senna alexandrina* Mill.

As escalas correspondem em **A (a, b e d)** a 5 mm; em **A (c)** a 4 mm; em **B** a 1 mm; em **C, D, E, F e G** a 100 μ m.

A – aspecto geral de diferentes formas de folíolos; **a** – face adaxial de folíolo com ápice agudo: lâmina foliar (lf); **b** – face abaxial do mesmo folíolo: peciólulo (pll); **c** – face abaxial de folíolo com ápice retuso: base foliar assimétrica (bfa); **d** – face abaxial de folíolo com ápice retuso-mucronado. **B** – detalhe parcial da venação do folíolo na região da nervura principal até a margem (mg); nervura principal (np). **C** – detalhe da epiderme voltada para a face adaxial, na região intercostal, em vista frontal: tricoma tector (tt); estômato (es); célula fundamental (cfe). **D** – detalhe da epiderme voltada para a face adaxial, na região da nervura principal, em vista frontal: célula fundamental (cfe). **E** – detalhe da epiderme voltada para a face abaxial, na região intercostal e na região da nervura principal, em vista frontal: base do tricoma (bt); célula fundamental (cfe); estômato (es); região intercostal (ri); região da nervura principal (mp); tricoma tector (tt). **F** – detalhe da região da nervura principal, em secção transversal: face adaxial (ad); cutícula (cu); epiderme

(ep); parênquima paliçádico (pp); célula contendo mucilagem (cm); fibra (fb); idioblasto cristalífero (ic); xilema (x); floema (f); feixe vascular (fv); gota lipídica (gl); clorênquima (cl); parênquima (p); colênquima (co); cloroplastídeo (clo); face abaxial (ab); parênquima esponjoso (pj). **G** – detalhe da região intercostal e do bordo, em secção transversal: face adaxial (ad); cutícula (cu); epiderme (ep); tricoma tector (tt); gota lipídica (gl); idioblasto cristalífero (ic); floema (f); fibra (fb); parênquima esponjoso (pj); cloroplastídeo (clo); grão de amido (ga); feixe vascular (fv); estômato (es); face abaxial (ab); xilema (x); parênquima paliçádico (pp); célula contendo mucilagem (cm).

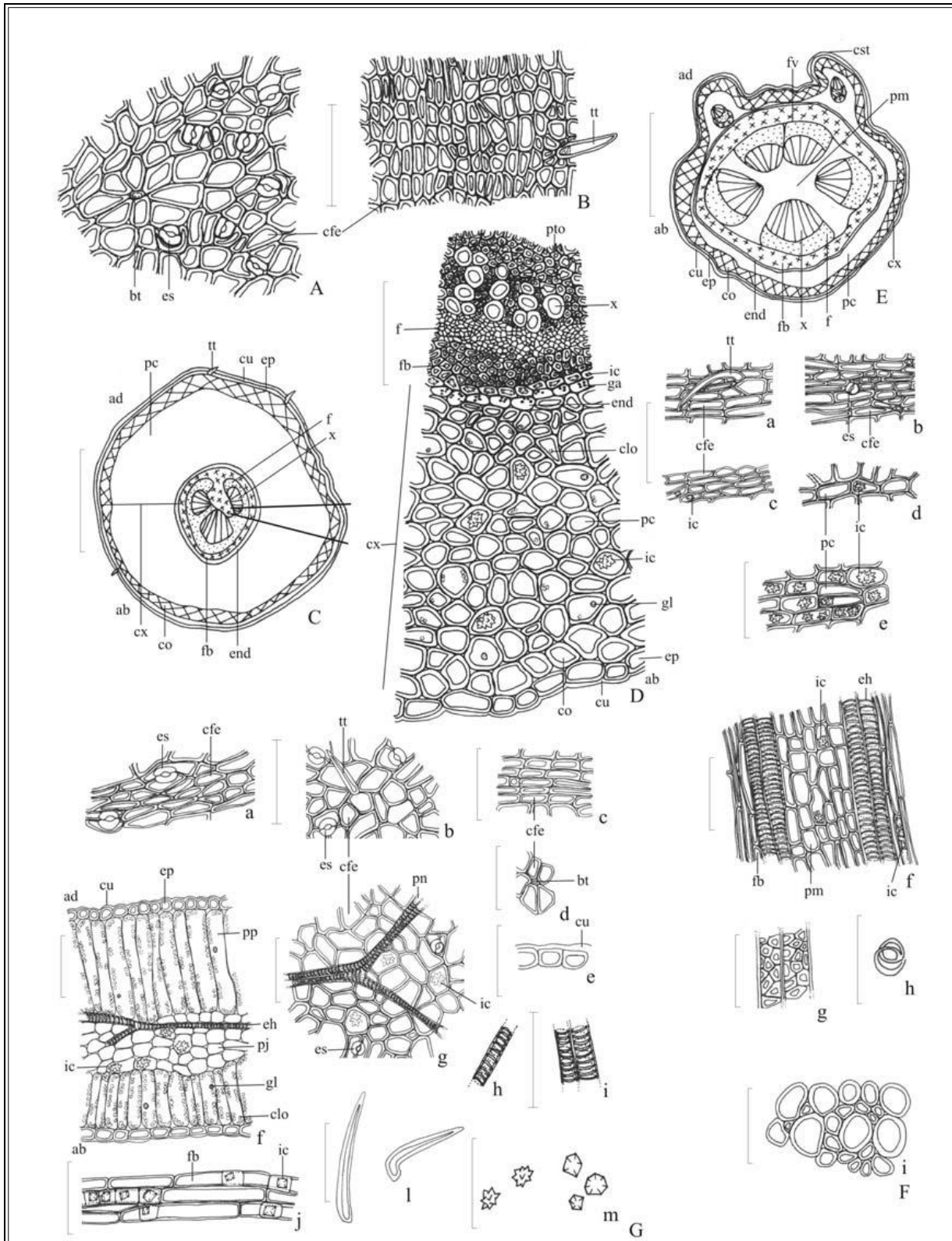


Figura 2 – Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Senna alexandrina* Mill.

As escalas correspondem em A, B, D, F (a – i) e G (a – m) a 100 µm; em C e E a 400 µm.

A – detalhe da epiderme do peciólulo voltada para a face adaxial, em vista frontal: base do tricoma tector mostrando células epidérmicas com distribuição radial em torno de sua base (bt); estômato (es); célula fundamental da epiderme (cfe). **B** – detalhe da epiderme do peciólulo voltada para a face abaxial, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe); tricoma tector (tt). **C** – representação esquemática do peciólulo, em secção transversal: face adaxial (ad); parênquima cortical (pc); tricoma tector (tt); cutícula (cu); epiderme (ep); floema (f); xilema (x); endoderme (end); fibra (fb); colênquima (co); córtex (cx); face abaxial (ab). **D** – detalhe do peciólulo, em secção transversal, conforme destacado em **C**: pontoação (pto); xilema (x); floema (f); fibra (fb); idioblasto cristalífero (ic); grão de amido (ga); endoderme (end); cloroplastídio (clo); parênquima cortical (pc); gota lipídica (gl); epiderme (ep); face abaxial (ab); cutícula (cu); colênquima (co); córtex (cx). **E** – representação esquemática da impureza, correspondente à raque, em secção transversal: face adaxial (ad); feixe vascular (fv); costela (CST); parênquima medular (pm); córtex (cx); parênquima cortical (pc); floema (f); xilema (x); fibra (fb); endoderme (end); colênquima (co); epiderme (ep); cutícula (cu); face abaxial (ab). **F** (**a** – **f**) – detalhes do pó das impurezas correspondentes à raque (**a** – detalhe de porção da epiderme com tricoma tector, em vista frontal): tricoma tector (tt); célula fundamental da epiderme (cfe); estômato (es); idioblasto cristalífero (ic); parênquima cortical (pc); elemento traqueal, com espessamento helicoidal, em secção longitudinal (eh); fibra (fb); parênquima medular (pm). **G** – detalhes do pó do folíolo; **a** – detalhe de porção de epiderme da lâmina, sob a região da nervura principal, em vista frontal: estômato (es), célula fundamental da epiderme (cfe); **b** – detalhe de porção epiderme da lâmina, com estômatos e tricoma tector, em vista frontal: tricoma tector (tt), estômato (es), célula fundamental da epiderme (cfe); **c** – detalhe de porção da epiderme do peciólulo, voltada para a face abaxial, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe); **d** – detalhe de porção da epiderme da lâmina, mostrando base do tricoma tector, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe), base do tricoma (bt); **e** – detalhe de porção da epiderme da lâmina, em secção transversal: cutícula (cu); **f** – detalhe de porção da região intercostal, em secção transversal: face adaxial (ad), cutícula (cu), epiderme (ep), parênquima paliçádico (pp), elemento traqueal, com espessamento helicoidal, em secção longitudinal (eh); parênquima esponjoso (pj), idioblasto cristalífero (ic), gota lipídica (gl), cloroplastídio (clo), face abaxial (ab); **g** – detalhe de fragmento de epiderme mostrando porção de nervura, estômatos e idioblastos cristalíferos, por transparência, em vista frontal: célula fundamental da epiderme (cfe), porção de nervura (pn), idioblasto cristalífero (ic), estômato (es); **h** – detalhe de porção de elemento traqueal, com espessamento helicoidal, em secção longitudinal, isolado; **i** – detalhe de porção de elementos traqueais agrupados, com espessamento helicoidal, em secção longitudinal; **j** – detalhe de porção agrupamento de fibras associadas a idioblastos cristalíferos, em secção longitudinal: fibra (fb), idioblasto cristalífero (ic); **l** – porções de tricomas tectores isolados, em vista lateral; **m** – detalhe de cristais isolados do tipo drusas e monocristais prismáticos.