

## CANELA-DO-CEILÃO, tintura

### *Cinnamomi corticis tinctura*

A tintura é obtida a partir de cascas secas de *Cinnamomum verum* J.Presl (syn. *Cinnamomum zeylanicum* Blume), contendo, no mínimo, 0,25% (p/p) de aldeído *trans*-cinâmico.

#### PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 20% (p/v), por percolação, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

#### CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, vermelho acastanhado.

#### IDENTIFICAÇÃO

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

*Fase estacionária*: sílica gel F<sub>254</sub> (0,25 mm).

*Fase móvel*: cloreto de metileno.

*Solução amostra*: transferir 10 mL da amostra, 10 mL de solução saturada de cloreto de sódio e 5 mL de tolueno para um tubo de vidro com rolha esmerilhada. Misturar durante dois minutos e centrifugar durante 10 minutos. Utilizar a camada orgânica.

*Solução referência*: diluir 5 µL de eugenol, 25 µL de aldeído *trans*-cinâmico e 5 µL de *trans*-2-metoxicinamaldeído em tolueno, completar o volume para 10 mL como mesmo solvente e homogeneizar.

*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 por 15 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Nebulizar a placa com solução de ácido fosfomolíbídico a 200 g/L em álcool etílico, examinar à luz do dia e aquecer entre 100 °C e 105 °C durante cinco a 10 minutos.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *solução referência* e a *Solução amostra*, após o exame sob a luz ultravioleta e após nebulização com solução de ácido fosfomolíbídico, na ordem. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

| <b>Parte superior da placa</b>   |  |
|--|--|
| <i>trans</i> -2-Metoxi-cinamaldeido:<br>zona de fluorescência azul-clara | Zona de fluorescência azul-clara<br><br>Zona de fluorescência azul |
| <b>Solução referência</b>  | <b>Solução amostra</b>   |

| <b>Parte superior da placa</b>  |  |
|---|--|
| Eugenol: zona de coloração azul<br>Aldeido <i>trans</i> -cinamico:<br>zona de coloração azul-escuro | Zona de coloração azul de fraca intensidade<br>Zona de coloração azul-escuro |
| <i>trans</i> -2-Metoxi-cinamaldeido:<br>zona de coloração esverdeada fraca                          | Zona de coloração acastanhada<br><br>Zona de coloração azul acinzentado      |
| <b>Solução referência</b>   | <b>Solução amostra</b>   |

TESTES

Densidade relativa (5.2.5). 0,87 a 0,092.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** *Tratamentos especiais, Líquidos com mais de 30% de álcool etílico.* 64% (v/v) a 70% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo, 1,5% (p/p). Determinar em 5,0 g de tintura.

**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

### Aldeído *trans*-cinâmico

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência (5.2.17.4)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector de ultravioleta a 292 nm; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com C-18 (5 µm); fluxo da *Fase móvel* de 1,0 mL/minuto.

*Fase móvel:* água e álcool metílico (1:1).

*Solução amostra:* transferir analiticamente, 1,0 mL da tintura de canela-do-ceilão para balão volumétrico de 25 mL, completa o volume com álcool metílico e homogeneizar. Transferir 1,0 mL da solução para um balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com álcool metílico e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência:* dissolver quantidade exatamente pesada de aldeído *trans*-cinâmico (cerca de 13 mg) em álcool metílico para obter solução a 0,520 mg/mL (em balão volumétrico de 25 mL).

*Soluções para curva analítica:* diluir 2,0 mL da *Solução referência* em balão volumétrico de 50 mL completando o volume com álcool metílico, obtendo solução a 20,8 µg/mL. Transferir 2,0, 3,0, 4,0, 5,0, 6,0, 7,0 e 8,0 mL dessa solução para balões volumétricos de 10 mL, completar os volumes com álcool metílico e homogeneizar, obtendo-se as concentrações de 4,16 µg/mL, 6,24 µg/mL, 8,32 µg/mL, 10,4 µg/mL, 12,48 µg/mL, 14,56 µg/mL e 16,64 µg/mL. Filtrar as soluções em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Procedimento:* injetar, separadamente 20,0 µL das *Soluções para curva analítica* e 20,0 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos correspondentes ao aldeído *trans*-cinâmico. Calcular o teor de aldeído *trans*-cinâmico, a partir da equação da reta obtida com a curva analítica, e, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TA = C_a \times \frac{25}{m}$$

em que,

TA = teor de aldeído *trans*-cinâmico % (p/p);

C<sub>a</sub> = concentração de aldeído *trans*-cinâmico na *Solução amostra*, determinado a partir da curva analítica em µg/mL;

m = massa em miligramas da tintura utilizada, determinada a partir da densidade.

## EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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