

QUINA-AMARELA, casca

Cinchonae cortex

A droga vegetal consiste de cascas secas de *Cinchona calisaya* Wedd. e de suas variedades, contendo, no mínimo, 6,0% de alcaloides totais, dos quais 30 a 60% são do grupo quinina ($C_{20}H_{24}N_2O_2$, 324,42).

IDENTIFICAÇÃO

A. Descrição macroscópica

A casca apresenta-se em tubos ou pedaços curvos, de comprimento e largura variáveis e com 3 a 7 mm de espessura. A superfície externa é cinzento-acastanhada, frequentemente acompanhada de líquens, e apresenta numerosas fissuras transversais e longitudinais e por vezes destacam-se gretas transversais de poucos milímetros. A face interna é castanho-amarelada e finamente estriada, apresentando depressões ovoides marcadas de forma mais ou menos intensa. Em secção transversal destacam-se três regiões distintas: a região mais externa é fina e apresenta coloração castanho-acinzentada, a região mediana exibe máculas arredondadas e coloração amarelada e a região interna é sulcada radialmente por numerosas linhas amarelas.

B. Descrição microscópica

O súber, em secção transversal, é constituído por aproximadamente 15 camadas de células com conteúdo de coloração acastanhada que se dispõe de forma regular em fileiras radiais. A feloderme apresenta inúmeras camadas de células regulares, com paredes celulares escuras. O parênquima cortical é formado por células com paredes tênues, destacando-se idioblastos que contém areia cristalina distribuídos de forma esparsa. Mais internamente ocorrem células de forma oval, que atingem um grande diâmetro em relação às demais células. O floema é muito desenvolvido, destacando-se elementos de tubo crivado estreitos e raios parenquimáticos. A largura dos raios parenquimáticos corresponde, geralmente, a fileiras de três células. As demais células do parênquima floemático encerram grãos de amido esféricos ou plano-convexos dispostos isoladamente ou em tríade. No floema destacam-se fibras que se assemelham a células pétreas e apresentam parede muito espessa e claramente estriada, atravessada por pontoações. As fibras floemáticas encontram-se dispostas radialmente de forma isolada, reunidas em pequenos grupos ou formando fileiras curtas e irregulares, por toda a região do floema.

C. Descrição microscópica do pó

A amostra satisfaz a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: fraturas maiores de coloração acastanhada e fraturas menores de coloração castanho-avermelhada; fragmentos de súber de coloração amarelada a pardo-avermelhada; fragmentos de parênquima cortical contendo grãos de amido esféricos e idioblastos com cristais de oxalato de cálcio na forma de areia cristalina; fragmentos de fibras floemáticas, de paredes espessadas, lignificadas, com pontoações; fragmentos de parênquima floemático e de raios parenquimáticos, associados às fibras, contendo grãos de amido esféricos; células grandes e ovais; grãos de amido esféricos ou plano-convexos simples ou associações de dois ou três grãos.

D. Reação de Grahe. Adicionar 0,5 g a 1 g de casca de quina-amarela em um tubo de ensaio e aquecer diretamente na chama. Observar o desprendimento de vapores de coloração púrpura e sua condensação nas paredes do tubo. Esse destilado é solúvel em álcool etílico.

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

Fase estacionária: sílica-gel GF₂₅₄ (0,250 mm).

Fase móvel: clorofórmio e dietilamina (90:10).

Solução amostra: adicionar 0,1 mL de hidróxido de amônio a 25% (p/v) e 5 mL de cloreto de metíleno a 0,1 g da droga pulverizada. Deixar em repouso durante 30 minutos, agitando ocasionalmente. Filtrar e evaporar o filtrado até secura em banho-maria. Dissolver o resíduo em 1 mL de álcool etílico absoluto.

Solução referência: dissolver, separadamente, 17,5 mg de quinina, 0,5 mg de quinidina e 10 mg de cinchonina em 5 mL de álcool etílico absoluto.

Procedimento: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 15 µL a 20 µL da *Solução amostra* e 3 µL a 5 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a placa e deixar secar em estufa a temperatura entre 100 °C e 105 °C por aproximadamente 10 minutos. Deixar a placa esfriar e nebulizar a placa com solução de ácido sulfúrico a 50% (p/v) em álcool etílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

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>	
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>
	Zona de fluorescência azul
Cinchonina: zona de fluorescência azulada Quinidina: zona de fluorescência azulada	Zona de fluorescência azul clara
Quinina: zona de fluorescência azul intenso	Zona de fluorescência azul
	Zona de fluorescência azul intenso

TESTES

Matéria estranha (5.4.1.3). No máximo 2,0%.

Água (5.4.1.4). No máximo 8,0%.

Cinzas totais (5.4.1.5.1). No máximo 10,0%.

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

Alcaloides

Proceder conforme *Espectrofotometria de absorção no ultravioleta (5.2.14)*. Preparar as soluções descritas a seguir.

Solução amostra: pesar, com exatidão, cerca de 1 g da droga pulverizada (180 µm) (5.2.11), transferir para erlenmeyer de 250 mL, adicionar 10 mL de água e 7 mL de ácido clorídrico 2 M. Aquecer em banho-maria durante 30 minutos. Deixar esfriar e adicionar 25 mL de cloreto de metileno, 50 mL de éter etílico e 5 mL de hidróxido de sódio a 20% (p/v). Agitar a mistura durante 30 minutos. Adicionar 3 g de goma adraganta em pó e agitar até a preparação se tornar clara. Filtrar em papel de filtro e lavar o erlenmeyer e o papel de filtro com cinco porções de 20 mL da mistura de cloreto de metileno e éter etílico (1:2). Reunir os filtrados das lavagens, evaporar até a secura e dissolver o resíduo em 10 mL de álcool etílico absoluto. Evaporar 5,0 mL da solução até a secura. Dissolver o resíduo em ácido clorídrico 0,1 M, transferir para balão volumétrico, completar o volume para 1000 mL com o mesmo solvente e homogeneizar.

Solução referência (1): preparar solução dissolvendo 30 mg de quinina em ácido clorídrico 0,1 M, completar o volume para 1000 mL e homogeneizar.

Solução referência (2): preparar solução dissolvendo 30 mg de cinchonina em ácido clorídrico 0,1 M, completar o volume para 1000 mL e homogeneizar.

Solução branco: ácido clorídrico 0,1 M.

Procedimento: medir as absorvâncias da *Solução amostra*, *Solução referência (1)* e *Solução referência (2)* em 316 nm e 348 nm, utilizando a *Solução branco* para ajuste do zero. Calcular a porcentagem de alcaloides do grupo quinina (*x*) e de alcaloides do grupo cinchonina (*y*), em porcentagem, segundo as expressões:

$$y = \frac{[A_{316} \times Ac_{348}] - [Ac_{316} \times A_{348}]}{[Aq_{316} \times Ac_{348}] - [Ac_{316} \times Aq_{348}]} \times \frac{100}{m} \times \frac{2}{1000}$$

$$x = \frac{[A_{316} \times Aq_{348}] - [Aq_{316} \times A_{348}]}{[Ac_{316} \times Aq_{348}] - [Aq_{316} \times Ac_{348}]} \times \frac{100}{m} \times \frac{2}{1000}$$

em que,

y = alcaloides do grupo cinchonina %;

x = alcaloides do grupo quinina %;

m = massa em gramas da amostra;

A_{316} = absorvância medida para a *Solução amostra* em 316 nm;

A_{348} = absorvância medida para a *Solução amostra* em 348 nm;

Aq_{316} = absorvância medida para a *Solução referência (1)* em 316 nm, corrigida para concentração de 1 mg em 1000 mL;

Aq_{348} = absorvância medida para a *Solução referência (1)* em 348 nm, corrigida para concentração de 1 mg em 1000 mL;

Ac_{316} = absorvância medida para a *Solução referência (2)* em 316 nm, corrigida para concentração de 1 mg em 1000 mL;

Ac_{348} = absorvância medida para a *Solução referência (2)* em 348 nm, corrigida para concentração de 1 mg em 1000 mL.

Calcular o conteúdo de alcaloides totais, ($x + y$) e determinar o conteúdo relativo de alcaloides do grupo quinina, a partir da seguinte equação: $\frac{100x}{(x+y)}$.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

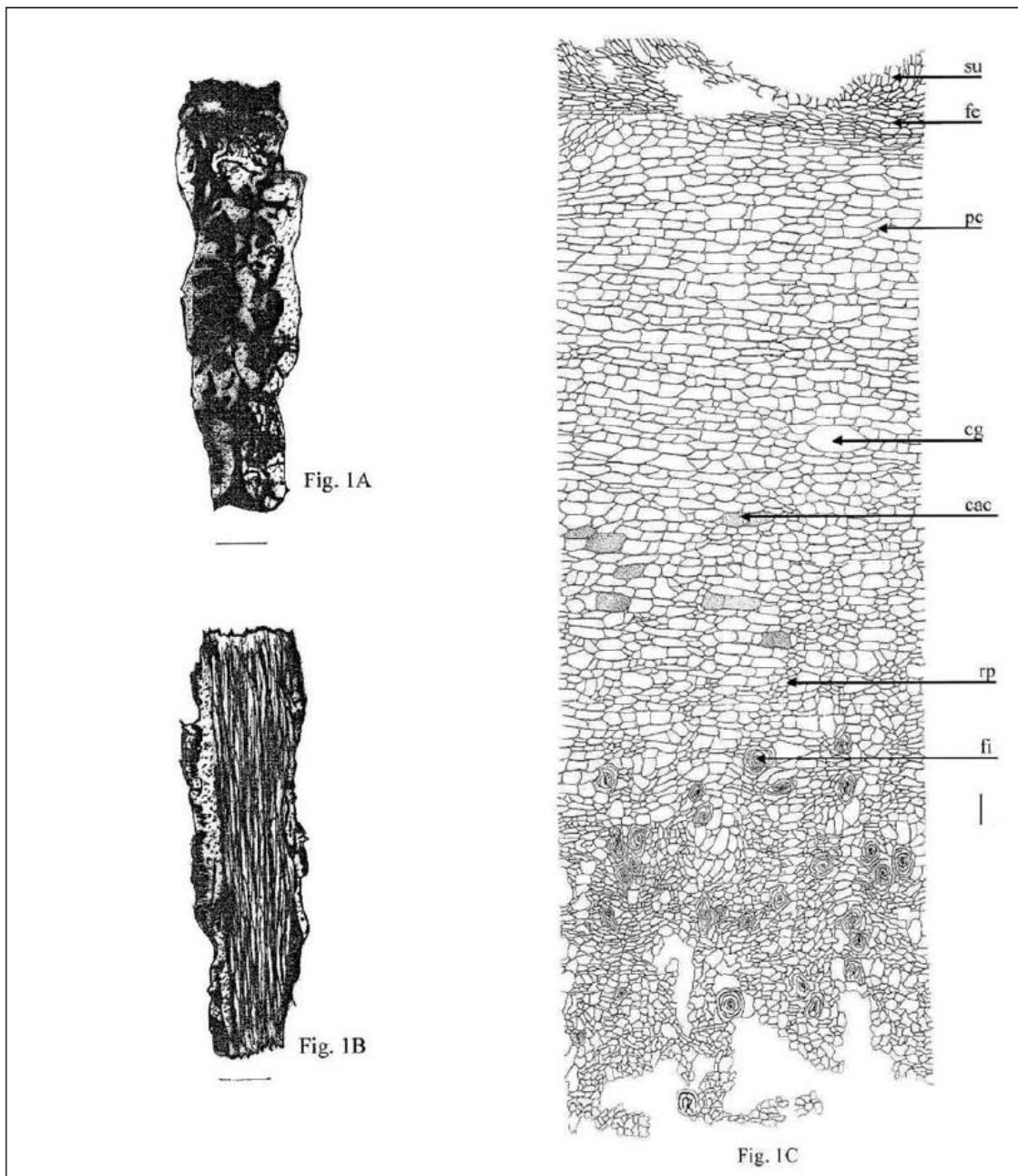


Figura 1 - Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Cinchona calisaya* Wedd.

As escamas correspondem: em A e B a 1 cm; em C a 500 µm.

A. aspecto geral em vista frontal da casca do caule evidenciando a face externa. **B.** aspecto geral em vista frontal da casca do caule evidenciando a face interna. **C.** secção transversal evidenciando o aspecto geral das cascas dos ramos; células com areia cristalina (cac); células gigantes (cg); feloderme (fe); fibra (fi); célula do parênquima cortical (pc); raio parenquimático na região floemática (rp); súber (su).

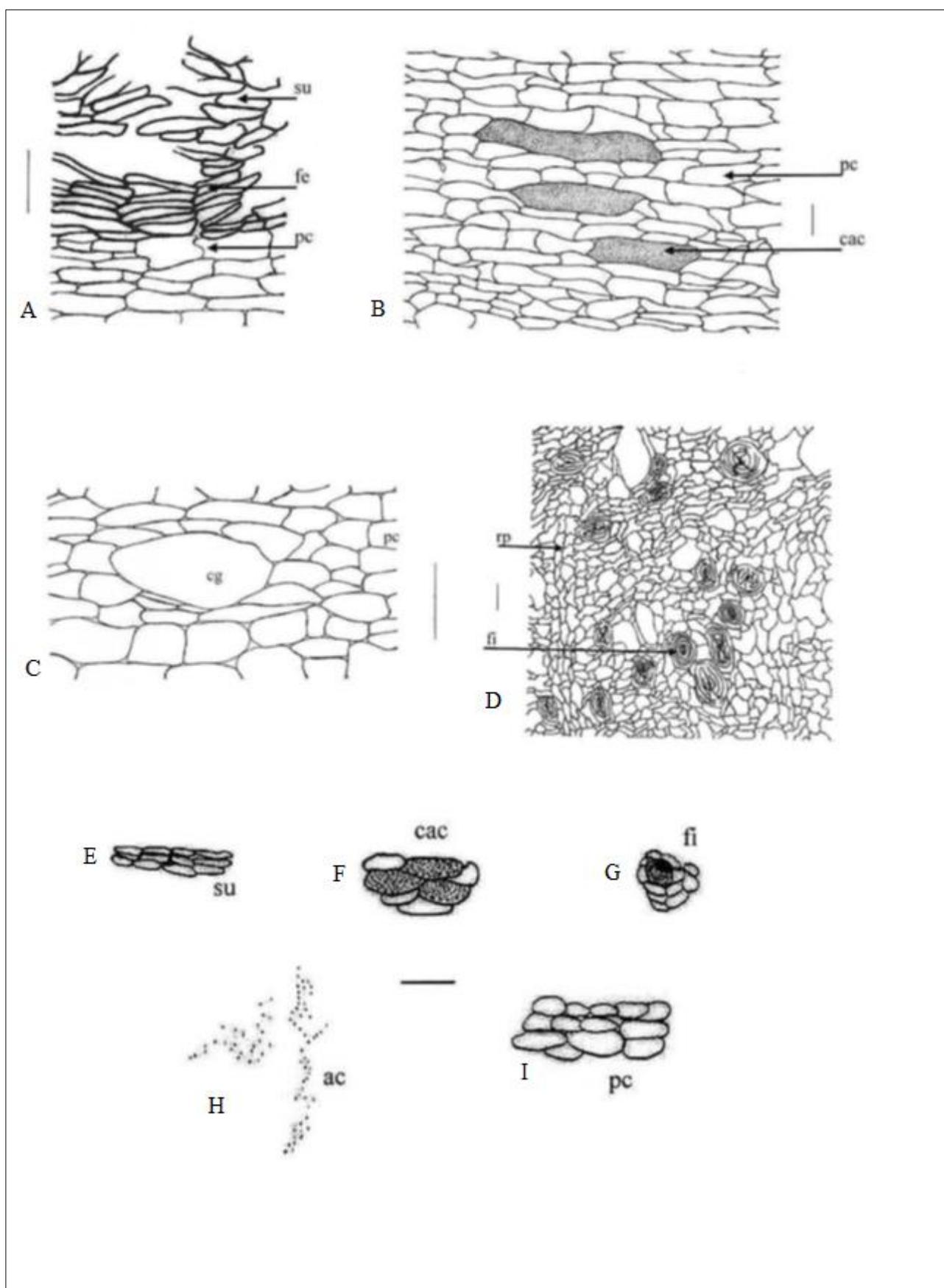


Figura 2 - Aspectos microscópicos e microscópicos do pó em *Cinchona calisaya* Wedd.

As escamas correspondem em A e C a 500 µm; em B a 200 µm, em D a 350 µm e em E a I a 500 µm.

A. secção transversal evidenciando um detalhe da região externa da casca próximo a lenticelas; feloderme (fe); parênquima cortical (pc); súber (su). **B.** secção transversal de detalhe do parênquima cortical com células com areia

cristalina; célula com areia cristalina (cac); parênquima cortical (pc). **C.** secção transversal em detalhe do parênquima cortical com células gigantes; parênquima cortical (pc); célula gigante (cg). **D.** secção transversal em detalhe da região floemática; fibra (fi); raio parenquimático na região floemática (rp). **E - I.** detalhes do pó. **E.** súber. **F.** células com areia cristalina. **G.** fibra rodeada por parênquima. **H.** areia cristalina. **I.** fragmento de parênquima cortical.