

*Coriandri aetheroleum*  
**COENTRO ÓLEO VOLÁTIL**

Óleo volátil de frutos secos de *Coriandrum sativum* L., contendo no mínimo, 65% de linalol (C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O, 124,25).

### PREPARAÇÃO

Óleo volátil obtido por arraste de vapor d'água.

### CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, incolor a amarelo claro. Apresenta odor característico a especiarias.

### IDENTIFICAÇÃO

**A.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada*.

*Fase estacionária:* sílica-gel GF<sub>254</sub>.

*Fase móvel:* tolueno e acetato de etila (95:5, v/v).

*Solução amostra:* dissolver 10 µL da amostra a ser examinada em 1 mL de tolueno.

*Solução referência:* dissolver 10 µL de linalol e 2 µL de acetato de geranila em 1 mL 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 cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL de cada uma das soluções. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante 10 a 15 minutos.

*Resultados:* O esquema abaixo apresenta a sequência de zonas presentes no cromatograma obtido com a solução referência e a solução amostra. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.

Parte superior da placa	
Acetato de geranila: zona de coloração rosa violácea	Zona de coloração rosa violácea
Linalol: zona de coloração rosa violácea	Zona de coloração rosa violácea Zonas de coloração rosa violácea de menor intensidade
<b>Solução referência</b>	<b>Solução amostra</b>

**B.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás*. Utilizar cromatógrafo provido de detector de ionização de chamas, coluna capilar de 60 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, preenchida com polietilenoglicol, com espessura de filme de 0,25  $\mu\text{m}$ . A temperatura deverá ser ajustada de acordo com o seguinte esquema:

	TIEMPO min.	TEMPERATURA C°
COLUMNA	0-10	60
	10-75	60→190
	75-120	190
DETECTOR		240
INJECTOR		220

Usar nitrogênio ultra puro como gás de arraste (1 mL/minuto).

*Solução amostra*: óleo volátil de coentro.

*Solução referência (a)*: dissolver 10  $\mu\text{L}$  de  $\alpha$ -pineno, 10  $\mu\text{L}$  de limoneno, 10  $\mu\text{L}$  de  $\gamma$ -terpineno, 10  $\mu\text{L}$  de p-cimeno, 10 mg de cânfora, 20  $\mu\text{L}$  de linalol, 10  $\mu\text{L}$  de  $\alpha$ -terpineol, 10  $\mu\text{L}$  de acetato de geranila e 10  $\mu\text{L}$  de geraniol em 1 mL de *n*-hexano. Armazenar sob refrigeração, em frasco hermeticamente fechado e ao abrigo da luz.

*Solução referência (b)*: dissolver 5  $\mu\text{L}$  de geraniol em *n*-hexano e diluir em 10 mL com o mesmo solvente.

*Procedimento*: injetar volume de 0,2  $\mu\text{L}$  da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:65. Determinar a concentração relativa obtida 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 a gás acoplada a detector seletivo de massas, operando nas mesmas condições.

*Adequabilidade do sistema*

*Resolução entre picos*: solução referência. Mínimo 1,5 entre os picos referentes ao linalol e cânfora.

Verificar a presença, no cromatograma obtido com a *Solução amostra*, o teor mínimo dos seguintes compostos:  $\alpha$ -pineno: 3,0 a 7,0%, limoneno: 1,5-5,0%,  $\gamma$ -terpineno: 1,5-8,0%, p-cimeno: 0,5-4,0%, cânfora: 3,0-6,0%, linalol: 65,0-78,0%,  $\alpha$ -terpineol: 0,1-1,5%, acetato de geranila: 0,5-4,0% e geraniol: 0,5-3,0%.

*Limite de exclusão*: área do pico do cromatograma obtido com a solução padrão (b) (0,05%).

C. Determinação da pureza quiral. Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás*. Utilizar cromatógrafo provido de detector de ionização de chamas, coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, preenchida com  $\beta$ -ciclodextrina modificada, com espessura de filme de 0,25  $\mu$ m. A temperatura deverá ser ajustada de acordo com o seguinte esquema:

	TIEMPO min.	TEMPERATURA C°
COLUMNA	0-65	50→180
DETECTOR		230
INYECTOR		230

Usar nitrogênio ultra puro como gás de arraste (1,3 mL/minuto).

*Solução amostra*: dissolver 0,02 g da amostra em pentano e completar com 10 mL com o mesmo solvente.

*Solução referência*: dissolver 10  $\mu$ L de linalol e 5 mg de borneol em *n*-pentano e completar 10 mL com o mesmo solvente.

*Procedimento*: injetar 1,0  $\mu$ L da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:30.

*Adequabilidade do sistema*

*Resolução dos picos*: solução referência. Mínimo 5,5 entre os picos referentes ao (*R*)-linalol (1° pico) e (*S*)-linalol (2° pico) e no mínimo 2,9 entre os picos do (*S*)-linalol e borneol (3° pico).

*Limite*: calcular o teor por cento em (*R*)-linalol utilizando a seguinte expressão:

$$\frac{A_R}{A_S + A_R} \times 100$$

em que:

$A_S$  = Área do pico para o (*S*)-linalol,

$A_R$  = Área do pico para o (*R*)-linalol.

(*R*)-linalol: no máximo, 14%.

TESTES

**Determinação da densidade relativa.** A 20 °C, entre 0,860 e 0,880.

**Determinação do índice de refração.** A 20 °C, entre 1,462 e 1,470.

**Determinação do poder rotatório.** Entre +7° e +13°.

**Índice de acidez.** No máximo 3, determinado em 5 g de amostra.

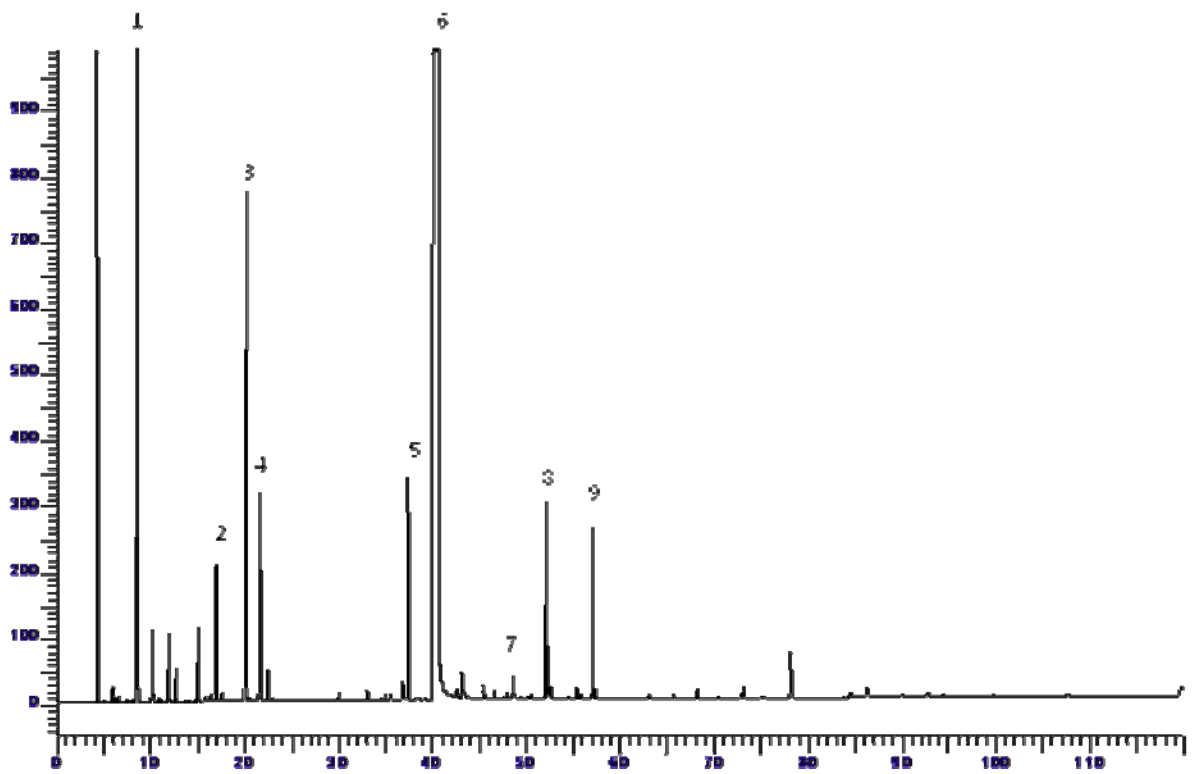
**Determinação de metais tóxicos e arsênio.** Cumpre o teste.

Acondicionamento e armazenamento

Em recipientes hermeticamente fechados, ao abrigo da luz e da umidade e em temperaturas até 25°C.

Rotulagem

De acordo com a legislação vigente.



Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *Coriandrum sativum* L. por cromatografia a gás acoplada a detector de ionização de chamas (IDENTIFICAÇÃO B). 1- $\alpha$ -pineno, 2-limoneno, 3- $\gamma$ -terpineno, 4-p-cimeno, 5-cânfora, 6-linalol, 7- $\alpha$ -terpineol, 8-acetato de geranila, 9-geraniol.