

EUCALIPTO ÓLEO VOLÁTIL

Eucalypti aetheroleum

Óleo volátil de folhas ou ramos terminais frescos de *Eucalyptus globulus* Labill., e outras espécies de *Eucalyptus* ricos em 1,8-cineol ($C_{10}H_{18}O$, 154,25).

PREPARAÇÃO

Óleo volátil obtido por arraste de vapor d'água y/o retificação.

CARACTERÍSTICAS

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

IDENTIFICAÇÃO

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

Fase estacionária: cromatoplaça de sílica-gel GF₂₅₄

Fase móvel: mistura de acetato de etila e tolueno (1:9, v/v).

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

Solução referência: dissolver 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 por 10 cm. Remover a cromatoplaça e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído e aquecer entre 100-105 °C durante 5-10 minutos.

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

Parte superior da placa	
1,8-cineol: zona marrom-avermelhada	Zona marrom-avermelhada (1,8-cineol)
α -terpineol: zona marrom-avermelhada	Zona marrom-avermelhada (α -terpineol)
Solução referência	Solução amostra

B. Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás (5.2.17.5)*. 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 polietilenoglicol, com espessura de filme de 0,25 μ m. A temperatura do injetor deverá ser ajustada para 220 °C, a temperatura do detector para 250 °C e a temperatura da coluna programada para iniciar em 60 °C durante 5 minutos, com incremento de 60 °C a 200 °C a 5 °C por minuto, durante 28 minutos e manter a 200 °C durante 5 minutos (total: 38 min). Usar nitrogênio purificado como gás de arraste (1 mL/minuto).

Solução amostra: dissolver 4 μ L do óleo volátil de eucalipto em 200 μ L de *n*-hexano.

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

Procedimento: injetar volume de 1 μ L da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50 e 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 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.

Utilizando os tempos de retenção determinados a partir do cromatograma obtido com a solução referência, localizar os compostos no cromatograma obtido com a solução amostra. Desconsiderar o pico do *n*-hexano.

Verificar o teor no cromatograma obtido com a *Solução amostra*, dos seguintes compostos:

Tabla 1. Composición de aceite volátil de Eucalipto

compuesto	%
α -pineno	0,05-10,0
β -pineno	0,05-1,5
Sabineno	<0,3
α -felandreno	0,05-1,5
limoneno	0,05-15,0
1,8 cineol	≥ 70
Canfóra	<0,1

TESTES

Determinação da densidade relativa. A 20 °C, no mínimo, 0,906 e, no máximo, 0,927.

Determinação do índice de refração . A 20 °C, no mínimo, 1,458 e, no máximo, 1,470.

Determinação do poder rotatório . No mínimo, 0° e, no máximo, +10°.

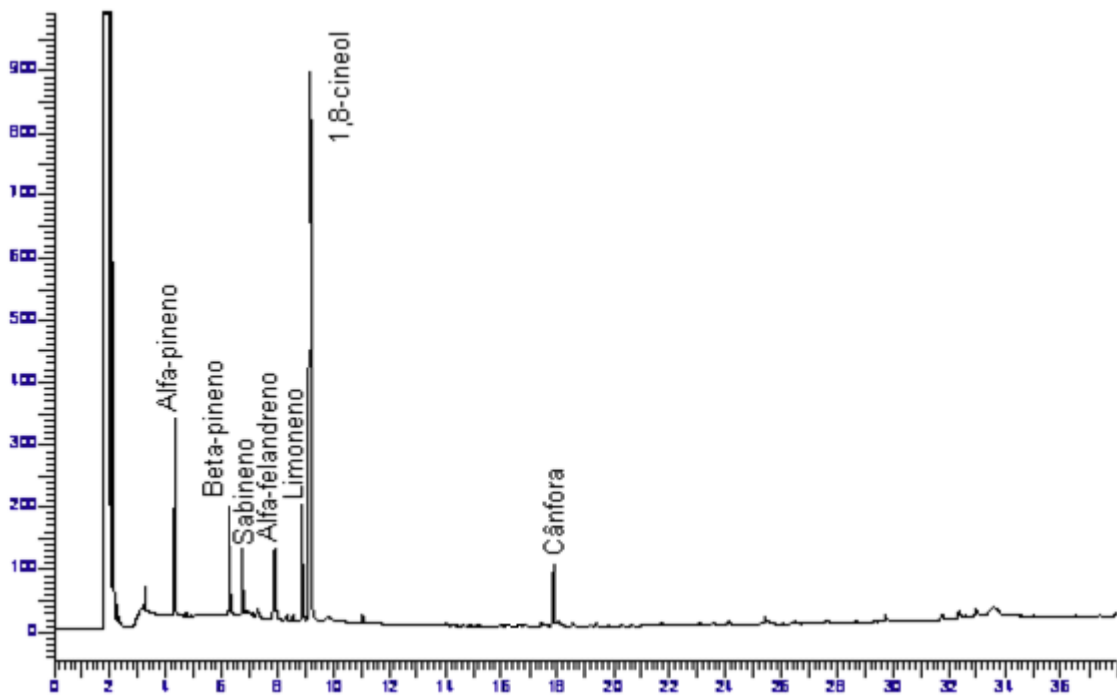
Solubilidade em etanol. Dissolver em proveta com rolha de 25 mL, 1 mL de amostra a ser analisada e adicionar com bureta, frações de 0,1 mL de etanol (80 por cento v/v), até completa dissolução do óleo. Após, continuar a adição de etanol em frações de 0,5 mL até completar 20 mL, agitando energicamente a cada adição de etanol. A amostra é solúvel em 5 volumes de etanol (80 por cento v/v).

Aldeídos. Num tubo de vidro de rolha esmerilhada com 25 mm de diâmetro e 150 mm de comprimento contendo 10 mL da amostra, juntar 5 mL de tolueno R e 4 mL de solução alcoólica de hidroxilamina R. Agitar energicamente e titular imediatamente com hidróxido de potássio 0,5 M em etanol (60 por cento v/v), até à viragem de vermelho para amarelo. Continuar a titulação, sem deixar de agitar, até coloração amarela nítida do indicador. Agitar durante 2 minutos e deixe em repouso. O ponto final 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 obtido na primeira titulação adicionado de 0,5 mL de hidróxido de potássio 0,5 M em etanol 60 % (v/v). A quantidade de hidróxido de potássio 0,5 M gasta na segunda titulação não é superior a 2,0 mL.

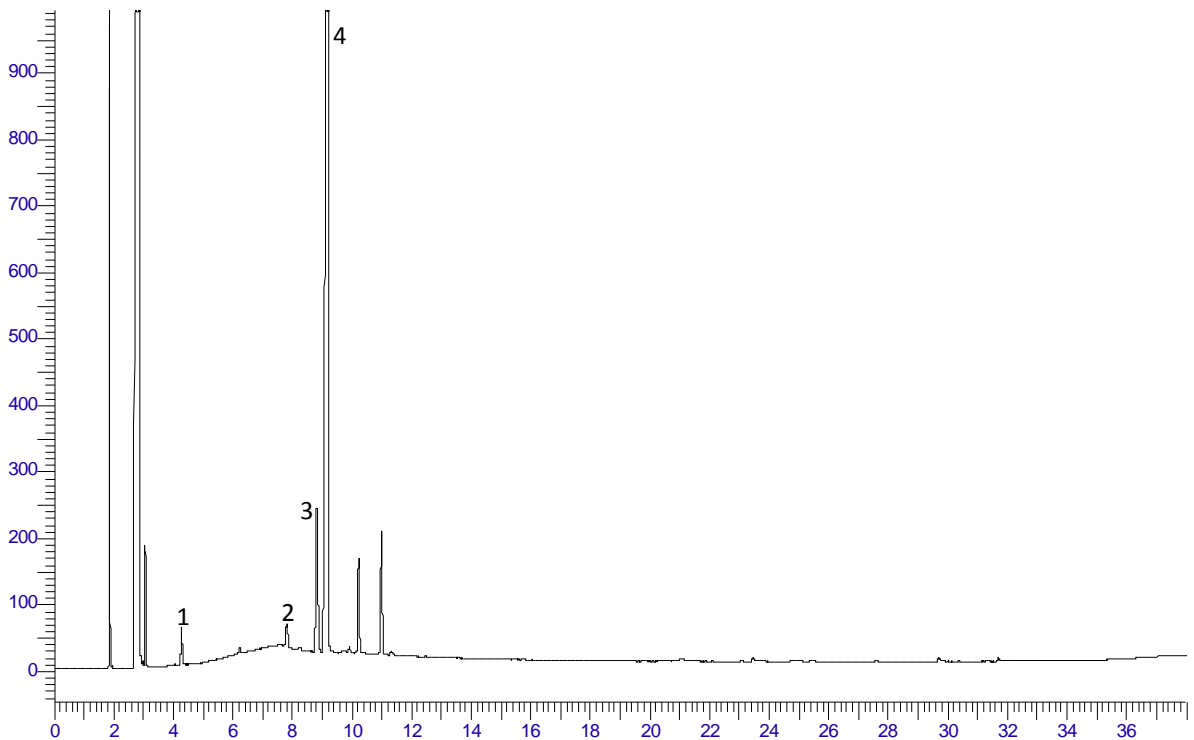
Determinação de metais pesados (5.3.2.3). Cumpre o teste.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipientes hermeticamente fechados, ao abrigo da luz, do calor e da umidade.



Cromatograma referente à *Solução referência* contendo α -pineno, β -pineno, α -felandreno limoneno, 1,8-cineol, sabineno e cânfora.



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