

GUARANÁ

Paulliniae semen

Paullinia cupana Kunth – SAPINDACEAE

A droga vegetal é constituída pelas sementes desprovidas de arilo e tegumento (casquilho), contendo, no mínimo, 5% de metilxantinas, calculadas como cafeína e, no mínimo, 4% de taninos.

SINONÍMIA VULGAR

Uaraná.

CARACTERES ORGANOLÉPTICOS

A droga é inodora, de sabor amargo e fracamente adstringente.

DESCRIÇÃO MACROSCÓPICA

A semente é globosa, quando única no fruto, ou subsférica a elipsóide e levemente comprimida lateralmente, quando 2 ou 3, desigualmente convexa nos dois lados, geralmente apresentando uma curta projeção apical. Em regra, tem 0,6 cm a 0,8 cm de diâmetro, sendo coberta por um tegumento, denominado de casquilho ou cascarilho, que deve ser descartado. A semente sem o tegumento é exaluminada e apresenta dois grandes cotilédones carnosos, espessos e firmes, desiguais, plano-convexos, de coloração castanho-escura. A cicatriz do arilo mantém-se nos cotilédones, porém, enegrecida. O embrião é pouco desenvolvido e possui um curto eixo radículo-caulinar inferior.

DESCRIÇÃO MICROSCÓPICA

Os cotilédones são constituídos por uma epiderme unisseriada, formada por células alongadas tangencialmente e por um parênquima cotiledonar de células arredondadas ou arredondado-poliédricas, de 40 μ m a 80 μ m de diâmetro. Contém grãos de amido simples e compostos, de formas variadas, globosos, poligonais, ovalados ou elípticos, de 10 μ m a 25 μ m de diâmetro. O hilo é central e por vezes ramificado. A maioria dos grãos encontra-se aglutinada e deformada devido ao aquecimento durante a torrefação.

DESCRIÇÃO MICROSCÓPICA DO PÓ

O pó atende a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos.

São característicos: cor castanho clara a castanho-avermelhada, porções de células do parênquima cotiledonar, em geral isodiamétricas, amareladas, com ou sem massas de grãos de amido aglutinados, massas de grãos de amido aglutinados, grãos de amido isolados, com hilo central. Fragmentos do tegumento, quando presentes até o limite permitido, formados por células em paliçada de paredes muito espessas e pouco pontoadas, sinuosas em vista frontal; células pétreas agrupadas ou isoladas.

DESCRIÇÃO MACROSCÓPICA DAS IMPUREZAS

O tegumento, se presente como impureza, denominado de casquilho ou cascarilho, apresenta testa brilhante, glabra, castanho-avermelhada ou pardonegra, com um largo hilo guarnecido de um arilo carnoso, membranoso e esbranquiçado, que cobre a semente até no máximo da sua porção mediana. Na ocasião da coleta ou dessecação, o arilo é retirado, deixando uma cicatriz de coloração pardo-creme opaca, em forma de cúpula, que ocupa até 1/3 do eixo longitudinal da semente. Na dessecação, o tegumento torna-se quebradiço e separa-se facilmente dos cotilédones.

DESCRIÇÃO MICROSCÓPICA DAS IMPUREZAS

O tegumento, se presente como impureza, apresenta, em secção transversal, uma epiderme formada por grandes células, dispostas em paliçada, de paredes espessas, com poucas pontoações. Estas apresentam paredes sinuosas, em vista frontal. Abaixo da epiderme encontram-se várias camadas de um parênquima com células irregularmente espessadas, de aparência parda. Ocorrem numerosas células pétreas, de paredes nitidamente pontoadas.

IDENTIFICAÇÃO

A. Caracterização da presença de taninos. Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* (V.2.17.1), utilizando sílica-gel GF₂₅₄, com espessura de 0,25 mm, como suporte, e mistura de acetato de etila, ácido fórmico e água (90:5:5), como fase móvel. Aplicar, separadamente, à placa, 10 μ l da solução (1) e 5 μ l da solução (2), recentemente preparadas, descritas a seguir.

Solução (1): pesar 1 g da droga pulverizada e transferir para balão de fundo redondo. Adicionar 20 ml de água e aquecer sob refluxo durante 15 minutos. Filtrar através de algodão e concentrar 4 ml do filtrado à secura em banho-maria. Ressuspender o resíduo em 1 ml de metanol.

Solução (2): solução a 1 mg/ml de catequina em metanol.

Desenvolver o cromatograma. Remover a placa, deixar secar ao ar. Examinar sob luz ultravioleta (254 nm). A mancha principal, obtida com a *solução (1)* corresponde em posição, cor e intensidade de fluorescência àquela obtida com a *solução (2)*. Em seguida, nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR. A mancha correspondente à catequina (Rf 0,72 aproximadamente) apresenta coloração vermelho fugaz.

B. Caracterização da presença de metilxantinas. Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* (V.2.17.1), utilizando sílica-gel GF₂₅₄ como suporte, e mistura de clorofórmio, etanol e ácido fórmico (90:8:2), como fase móvel. Aplicar, separadamente, à placa, 10 µl da *solução (1)* e 5 µl da *solução (2)*, recentemente preparadas, descritas a seguir.

Solução (1): pesar 1 g da droga pulverizada e transferir para erlenmeyer com tampa. Adicionar 3 ml de hidróxido de amônio a 25% (V/V) e 40 ml de diclorometano. Agitar por 15 minutos em agitador magnético. Filtrar através de algodão e concentrar 5 ml do filtrado à secura em banho-maria. Ressuspender o resíduo em 1 ml de metanol.

Solução (2): solução a 1 mg/ml de cafeína em metanol.

Solução (3): solução a 1 mg/ml de teofilina em metanol.

Desenvolver o cromatograma. Remover a placa, deixar secar ao ar. Examinar sob luz ultravioleta (254 nm). O cromatograma, obtido com a *solução (1)*, apresenta duas manchas principais, que correspondem em posição, cor e intensidade de fluorescência àquelas obtidas com as *soluções (2)* e *(3)*. Em seguida, nebulizar a placa com iodo/iodeto SR. A mancha correspondente à teofilina (Rf 0,50 aproximadamente) apresenta coloração violácea fugaz e a mancha correspondente à cafeína (Rf 0,70 aproximadamente) apresenta coloração castanho-avermelhada.

C. Pesar 3 g da droga pulverizada e transferir para balão de fundo redondo. Adicionar 60 ml de água e aquecer sob refluxo por 15 minutos. Deixar

esfriar e filtrar. A 2 ml do extrato obtido, adicionar 2 gotas de ácido clorídrico diluído e gotejar solução de gelatina SR. Produz-se precipitado nítido.

D. A 2 ml do extrato obtido no método C de *Identificação*, adicionar 10 ml de água e 4 gotas de cloreto férrico metanólico. Desenvolve-se coloração cinza escuro.

E. A 2 ml do extrato obtido no método C de *Identificação*, adicionar 0,5 ml de vanilina SR e 1 ml de ácido clorídrico. Desenvolve-se coloração vermelha.

ENSAIOS DE PUREZA

Material estranho (V.4.2.2). No máximo 3%, incluindo o casquilho.

Água (V.4.2.3). No máximo 9,5%.

Cinzas totais (V.4.2.4). No máximo 3%.

DOSEAMENTO

Taninos totais

Proteger as amostras da luz durante a extração e a diluição. Utilizar água isenta de dióxido de carbono em todas as operações.

Solução mãe: pesar, exatamente, 0,75 g da droga moída, transferir para erlenmeyer e adicionar 150 ml de água. Aquecer até fervura e manter em banho-maria à temperatura de 80 °C a 90 °C por 30 minutos. Resfriar em água corrente, transferir a mistura para balão volumétrico de 250 ml e completar o volume com água. Deixar decantar o sedimento e filtrar através de papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 ml do filtrado.

Polifenóis totais: transferir 5 ml da *solução mãe* para balão volumétrico de 25 ml e completar o volume com água. Misturar 5 ml desta solução com 2 ml de ácido fosfotúngstico SR e diluir a 50 ml com carbonato de sódio SR. Medir a absorvância da solução (A₁) em 691 nm (V.2.14), exatamente 3 minutos após a adição do último reagente, utilizando água como branco.

Polifenóis não adsorvidos pelo pó-de-pele: adicionar 0,2 g de pó de pele a 20 ml da *solução mãe* e agitar mecanicamente por 60 minutos. Filtrar. Diluir 5 ml dessa solução para 25 ml com água. Misturar 5 ml da solução anterior com 2 ml de ácido fosfotúngstico SR e diluir a 50 ml com carbonato de sódio SR. Medir a absorvância da solução (A₂) em 691 nm (V.2.14),

exatamente 3 minutos após a adição do último reagente, utilizando água como branco.

Solução referência: dissolver 50 mg de pirogalol em água e diluir a 100 ml. Diluir 5 ml desta solução a 100 ml com água. Misturar 5 ml desta solução com 2 ml de ácido fosfotúngstico SR e diluir a 50 ml com carbonato de sódio SR. Medir a absorvância da solução (A_3) em 691 nm (V.2.14), exatamente 3 minutos após a adição do último reagente e dentro de 15 minutos contados da dissolução do pirogalol, utilizando água como branco.

Calcular o teor de taninos pela expressão:

$$TT = \frac{13,12 \times (A_1 - A_2)}{A_3 \times m}$$

em que

TT = taninos totais;

A_1 = absorvância medida para polifenóis totais;

A_2 = absorvância medida para polifenóis não adsorvidos;

A_3 = absorvância medida para a substância referência;

m = massa da droga, em gramas, considerando a determinação de água.

Metilxantinas

Solução amostra: Pesar, exatamente, cerca de 0,25 g da droga pulverizada e extrair com 20 ml de ácido sulfúrico a 2,5% (V/V), com agitação mecânica, durante 15 minutos, por quatro vezes. Filtrar as porções para balão volumétrico de 100 ml. Completar o volume com o mesmo solvente. Transferir uma alíquota de 10 ml desta solução para balão

volumétrico de 100 ml e completar o volume com ácido sulfúrico a 2,5% (V/V).

Curva de calibração: Preparar a curva de calibração de cafeína dissolvendo, exatamente, 50 mg de cafeína, em 100 ml de ácido sulfúrico a 2,5% (V/V), obtendo solução mãe a 0,05% (p/V). Preparar as soluções de referência transferindo alíquotas de 1 ml; 2 ml; 3 ml; 4 ml e 5 ml da solução mãe, separadamente, para balões volumétricos de 100 ml. Completar o volume com ácido sulfúrico a 2,5% (V/V), de forma a obter soluções a 0,0005% (p/V), 0,001% (p/V), 0,0015% (p/V), 0,002% (p/V) e 0,0025% (p/V), respectivamente. Medir as absorvâncias da solução amostra e das soluções de referência em 271 nm, utilizando ácido sulfúrico a 2,5% (V/V) como branco.

Calcular o teor de metilxantinas pela expressão:

$$C = \frac{AA \times CP}{AP \times m \times 10}$$

em que

C = teor de metilxantinas em %;

AA = absorvância medida para a solução amostra;

AP = absorvância medida para a solução de referência;

CP = concentração da solução de referência em $\mu\text{g/ml}$;

m = massa da amostra em gramas considerando a determinação de água.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipientes bem-fechados, protegidos da luz e do calor.

XII.2. REAGENTES E SOLUÇÕES REAGENTES

Carbonato de sódio SR

Preparação – Dissolver 14,06 g de carbonato de sódio em 100 ml de água.

Cloreto férrico metanólico

Preparação – Dissolver 1 g de cloreto férrico em 100 ml de metanol.

Ácido fosfotúngstico SR

Preparação – Em balão de 250 ml, adicionar 10 g de tungstato de sódio, 8 ml de ácido fosfórico e 75 ml de água, ferver sob refluxo, durante 3 horas, depois de esfriar à temperatura ambiente completar o volume com 10 ml de água.

Gelatina SR

Preparação – Dissolver 2,5 g de gelatina em 100 ml de água.

Vanilina SR

Preparação – Dissolver 1 g de vanilina em 100 ml de água.

Vanilina Sulfúrica SR

Preparação – Dissolver 1 g de vanilina em 4 ml de ácido clorídrico e 5 ml de ácido sulfúrico. Diluir para 100 ml com metanol.

Iodo/iodeto SR

Preparação – Dissolver 1 g de iodeto de potássio e 2 g de iodo em 100 ml de etanol.

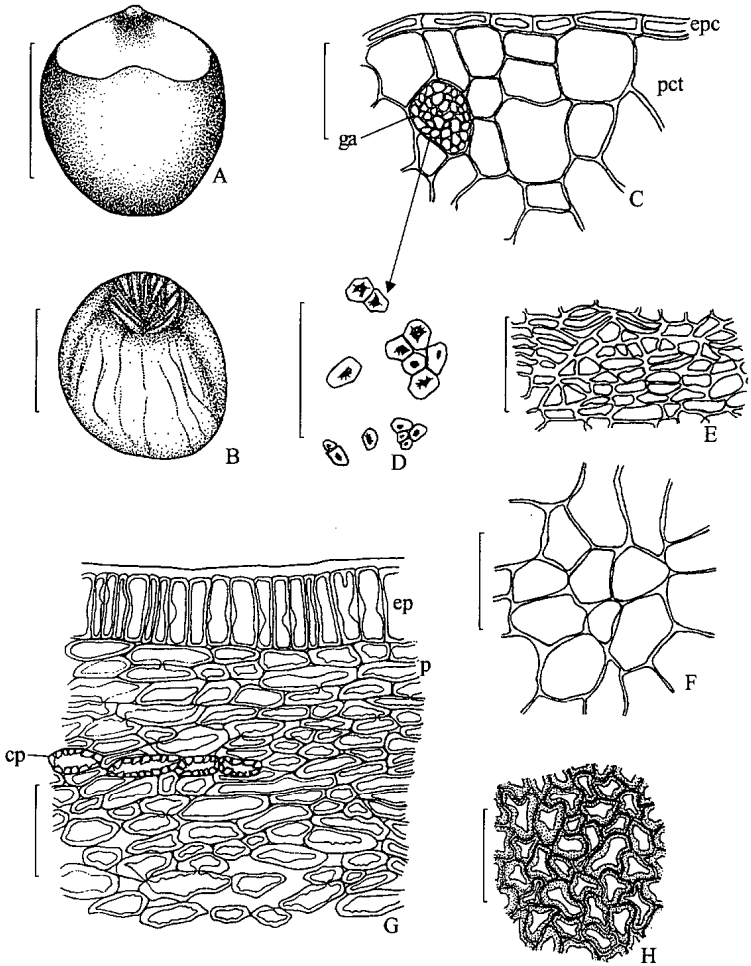


Figura 1: *Paullinia cupana* Kunth - A. aspecto geral da semente; B. aspecto geral dos cotilédones; C. secção transversal da porção externa de um cotilédone; epc: epiderme cotiledonar; ga: célula contendo grãos de amido; pct: parênquima cotiledonar; D. detalhe dos grãos de amido; E. células epidérmicas dos cotilédones em vista frontal; F. células parenquimáticas dos cotilédones; G. detalhe da secção transversal do tegumento da semente; cp: células pétreas; ep: epiderme do tegumento; p: parênquima; H. células epidérmicas do tegumento em vista frontal. As escalas correspondem: em A e B (4 cm), em C até H (100 μ m).