

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 ($C_8H_{10}N_4O_2$; 194,19) e, no mínimo, 4% de taninos.

CARACTERÍSTICAS

Características organolépticas. 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 exalbuminada 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 pardo-negra, com um largo hilo guarnecido de um arilo carnosos, 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 pontuações. 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* (5.2.17.1), utilizando sílica-gel GF₂₅₄, com espessura de 250 μ m, 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 banheira. 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* (5.2.17.1), 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 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 erlenmeyer com tampa. Adicionar 3 mL de hidróxido de

amônio a 25% (v/v) e 40 mL de cloreto de metileno. 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 SQR em metanol.

Solução (3): solução a 1 mg/mL de teofilina SQR 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 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 duas gotas de ácido clorídrico diluído e gotejar gelatina SR. Produz precipitado nítido.

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

E. A 2 mL do extrato obtido no método **C.** de *Identificação*, adicionar 0,5 mL de vanilina a 1% (p/v) e 1 mL de ácido clorídrico. Desenvolve coloração vermelha.

ENSAIOS DE PUREZA

Material estranho (5.4.2.2). No máximo 3%, incluindo o casquilho.

Água (5.4.2.3). No máximo 9,5%.

Cinzas totais (5.4.2.4). No máximo 3%.

DOSEAMENTO

Taninos totais

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

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no visível (5.2.14)*. Preparar soluções como descritas a seguir.

Solução estoque: 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.

Solução amostra para polifenóis totais: transferir 5 mL da *Solução estoque* 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 (A_1) em 691 nm (**5.2.14**), exatamente 3 minutos após a adição do último reagente, utilizando água como branco.

Solução amostra para polifenóis não adsorvidos pelo pó de pele: adicionar 0,2 g de pó de pele SQR a 20 mL da *Solução estoque* 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 (A_2) em 691 nm (**5.2.14**), 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 (**5.2.14**), 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 da *Solução amostra para polifenóis totais*;

A_2 = absorvância medida da *Solução amostra para polifenóis não adsorvidos pelo pó de pele*;

A_3 = absorvância medida da *Solução padrão*;

m = massa da droga vegetal considerando a determinação de água.

Metilxantinas

Proceder conforme descrito em *Espectrofotometria de absorção no ultravioleta (5.2.14)*. Preparar soluções como descrito a seguir.

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).

Soluções para curva analítica: Preparar a curva analítica de cafeína dissolvendo, exatamente, 50 mg de cafeína SQR em 100 mL de ácido sulfúrico a 2,5% (v/v), obtendo solução estoque 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 estoque, separadamente, para balões volumétricos de 100 mL. Completar o volume com ácido sulfúrico a 2,5% (v/v), de forma a obter soluções a 5 µg/mL, 10 µg/mL, 15 µg/mL, 20 µg/mL e 25 µg/mL, respectivamente.

Medir a absorvância da *Solução amostra* e das *Soluções para curva analítica* em 271 nm (5.2.14), utilizando

solução de ácido sulfúrico a 2,5% (v/v) para ajuste do zero. Calcular o teor de cafeína (metilxantinas) na amostra a partir da equação da reta obtida com as *Soluções para curva analítica* da cafeína.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

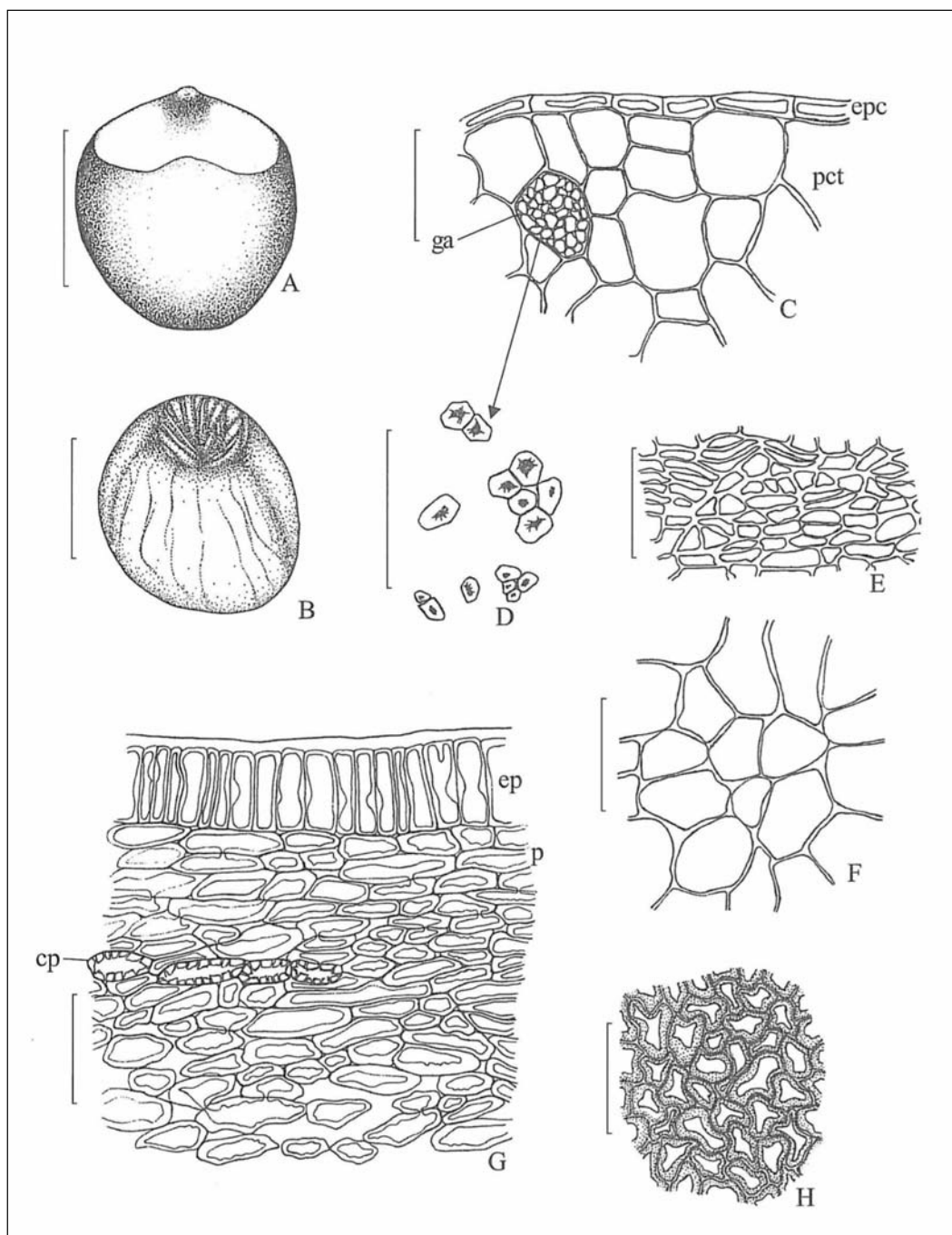


Figura 1 - Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Paullinia cupana* Kunth

Legenda da **Figura 1**. As escalas correspondem: em A e B (4 cm), em C até H (100 µm).

A – aspecto geral da semente. **B** – aspecto geral dos cotilédones. **C** – secção transversal da porção externa de um cotilédone; epiderme cotilédonar (epc); célula contendo grãos de amido (ga); parênquima cotilédonar (pct). **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; células pétreas (cp); epiderme do tegumento (ep); parênquima (p). **H** – células epidérmicas do tegumento em vista frontal.