

parênquima paliçádico (pp); xilema (x). **D** - detalhe de porção do mesofilo em secção transversal; face abaxial (ab); face adaxial (ad); bainha vascular (bv); canal secretor (cns); cutícula (cu); epiderme (ep); floema (f); fibras do floema (ff); gota lipídica (gl); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); xilema (x). **E** - detalhe de porção do mesofilo em secção transversal, mostrando corpo silicoso; face adaxial (ad); cutícula (cu); epiderme (ep); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); corpo silicoso (si). **F** - aspecto geral da secção transversal do pecíolo; câmbio fascicular (ca); canal secretor (cns); colênquima (co); esclereíde (ec); epiderme (ep); floema (f); fibras do floema (ff); feixe vascular (fv); fibras do xilema (fx); parênquima fundamental (pf); xilema (x).

## **GUARANÁ, extrato fluido** *Paullinae cupanae extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de sementes secas de *Paullinia cupana* Kunth, desprovidas de arilo e tegumento (casquilho), contendo, no mínimo, 3,5% de cafeína ( $C_8H_{10}N_4O_2$ , 194,19).

### **PREPARAÇÃO**

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por maceração ou percolação, utilizando etanol a 70% como líquido extrator.

### **CARACTERÍSTICAS**

Líquido turvo de cor castanho-avermelhada. Diluído em igual volume de água produz mistura turva.

### **IDENTIFICAÇÃO**

#### **Caracterização da presença de taninos**

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

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

*Fase móvel:* acetato de etila, tolueno e ácido fórmico (7:3:0,5).

*Solução amostra:* diluir o extrato fluido em etanol absoluto na proporção de 1:10 (v/v).

*Solução referência:* solução a 1 mg/mL de catequina em metanol.

*Revelador:* dissolver 1 g de vanilina em 100 mL de metanol. Adicionar 4 mL de ácido clorídrico 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. Remover a cromatoplaça e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR, aquecer a 105 °C durante 3 minutos.

**Resultados:** no esquema abaixo estão representadas as zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.

| Parte superior da placa                     |                                              |
|---------------------------------------------|----------------------------------------------|
| Catequina: zona de coloração pardo-castanha | Zona de coloração pardo-castanha (catequina) |
| <i>Solução referência</i>                   | <i>Solução amostra</i>                       |

### Caracterização da presença de metilxantinas

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

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

*Fase móvel:* acetato de etila, metanol e água (10:1,4:1).

*Solução amostra:* diluir a amostra de extrato fluido de guaraná em metanol na proporção 1:10 (v/v).

*Solução referência:* solução a 100 µg/mL de cafeína em metanol.

*Revelador (1):* solução de ácido clorídrico a 25% (v/v) em etanol.

*Revelador (2):* dissolver 1 g de iodo em 100 mL de água, acrescentar 2 g de iodeto de potássio, agitar, deixar em repouso por algumas horas e filtrar em lâ de vidro.

*Procedimento:* aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 5 a 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaça e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com solução de ácido clorídrico a 25% em etanol e, a seguir, com iodo SR.

**Resultados:** no esquema abaixo estão representadas as zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.

| Parte superior da placa                   |                                            |
|-------------------------------------------|--------------------------------------------|
| Cafeína: zona de coloração pardo-castanha | Zona de coloração pardo-castanha (cafeína) |
| <i>Solução referência</i>                 | <i>Solução amostra</i>                     |

## TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,9920 a 1,020.

**Etanol (5.3.3.8.1).** *Tratamentos especiais, Líquidos com mais de 30% de álcool.* 55% (v/v) a 65% (p/v).

**Metanol e 2-propanol (5.4.2.2.1).** No máximo 0,05% (v/v) de metanol e no máximo 0,05% (v/v) de 2-propanol.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 18% (p/p).

**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.

## DOSEAMENTO

### Cafeína

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência (5.2.17.4)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 272 nm; coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm), mantida à temperatura de 22 °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,6 mL/minuto. Sistema isocrático.

*Fase móvel:* água, metanol e ácido trifluoracético (70:30:0,005).

*Solução referência:* dissolver quantidade exatamente pesada de cafeína em metanol, para obter solução a 130 µg/mL.

*Solução amostra:* diluir 30 µL de extrato fluido para 10 mL com uma mistura de metanol e água (1:1).

*Procedimento:* injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção relativo para o pico

da cafeína é de cerca de 8,5 minutos. Calcular o teor de cafeína, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TC = \frac{C_r \times A_a \times 10 \times 100}{A_r \times m}$$

em que,

TC = teor de cafeína % (p/p);

$C_r$  = concentração da *Solução referência* em g/mL;

$A_a$  = área sob o pico correspondente à cafeína na *Solução amostra*;

$A_r$  = área sob o pico correspondente à cafeína na *Solução referência*; e

$m$  = massa em gramas da amostra, determinada a partir da densidade.

## EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

## **GUARANÁ, tintura** *Paullinia cupanae tinctura*

A tintura é obtida a partir de sementes secas de *Paullinia cupana* Kunth, desprovidas de arilo e tegumento (casquilho), contendo, no mínimo, 0,35% de cafeína ( $C_8H_{10}N_4O_2$ , 194,19).

## PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por maceração ou percolação, utilizando etanol a 70% como líquido extrator.

## CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, de cor castanho-avermelhada. Observa-se turvação após diluição em três volumes de água.

## IDENTIFICAÇÃO

### **Caracterização da presença de taninos**

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

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

*Fase móvel:* acetato de etila, tolueno e ácido fórmico (7:3:0,5).

*Solução amostra:* tintura de guaraná.

*Solução referência:* solução a 1 mg/mL de catequina em metanol.

*Revelador:* dissolver 1 g de vanilina em 100 mL de metanol. Adicionar 4 mL de ácido clorídrico e 5 mL de ácido sulfúrico.

*Procedimento:* aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR e aquecer a 105 °C durante 3 minutos.

*Resultados:* no esquema abaixo estão representadas as zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.

| Parte superior da placa             |                                              |
|-------------------------------------|----------------------------------------------|
| Catequina: zona de coloração pardo- | Zona de coloração pardo-castanha (catequina) |
| <i>Solução referência</i>           | <i>Solução amostra</i>                       |

### Caracterização da presença de metilxantinas

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

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

*Fase móvel:* acetato de etila, metanol e água (10:1.4:1).

*Solução amostra:* diluir a amostra de tintura de guaraná em metanol na proporção 1:1 (v/v).

*Solução referência:* solução a 100 µg/mL de cafeína em metanol.

*Revelador (1):* solução de ácido clorídrico a 25% (v/v) em etanol.

*Revelador (2):* dissolver 1 g de iodo em 100 mL de água, acrescentar 2 g de iodeto de potássio, agitar, deixar em repouso por algumas horas e filtrar em lã de vidro.

*Procedimento:* aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 5 a 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Examinar sob a luz ultravioleta em 254 nm. Nebulizar a placa com solução de ácido clorídrico a 25% (v/v) em etanol e, a seguir, com iodo SR.

*Resultados:* no esquema abaixo estão representadas as zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.

| Parte superior da placa                   |                                            |
|-------------------------------------------|--------------------------------------------|
| Cafeína: zona de coloração pardo-castanha | Zona de coloração pardo-castanha (cafeína) |
| <i>Solução referência</i>                 | <i>Solução amostra</i>                     |

## TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,8990 a 0,9150.

**Etanol (5.3.3.8.1).** *Tratamentos especiais, Líquidos com mais de 30% de álcool.* 66% (v/v) a 70% (v/v).

**Metanol e 2-propanol (5.4.2.2.1).** No máximo 0,05% (v/v) de metanol e no máximo 0,05% (v/v) de 2-propanol.

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 2,0% (p/p).

**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.

## DOSEAMENTO

### Cafeína

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* (5.2.17.4). Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 272 nm; coluna de 150 mm de comprimento e 3,9 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (4 µm), mantida a temperatura de (22 ± 2) °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,6 mL/minuto. Sistema isocrático.

*Fase móvel:* água, metanol e ácido trifluoracético (70:30:0,005).

*Solução referência:* dissolver quantidade exatamente pesada de cafeína em metanol para obter solução a 130 µg/mL.

**Solução amostra:** diluir 0,3 mL da tintura de guaraná a 10 mL com uma solução de metanol e água (1:1).

**Procedimento:** injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção médio para o pico da cafeína é de cerca de 8,5 minutos. Calcular o teor de cafeína, em porcentagem, segundo a expressão:

$$TC = \frac{C_r \times A_a \times 10 \times 100}{A_r \times m}$$

em que,

TC = teor de cafeína % (p/p);

C<sub>r</sub> = concentração da *Solução referência* em gramas/mL;

A<sub>r</sub> = área sob o pico correspondente à cafeína na *Solução referência*;

A<sub>a</sub> = área sob o pico correspondente à cafeína na *Solução amostra*; e

m = massa em gramas da amostra, determinada a partir da densidade.

## EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

## **HAMAMELIS, folha** ***Hamamelidis folium***

A droga vegetal consiste de folhas secas, inteiras ou fragmentadas de *Hamamelis virginiana* L., contendo, no mínimo, 3% de taninos, expressos em pirogalol (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>, 126,11).

## IDENTIFICAÇÃO

### **A. Descrição macroscópica**

A folha é curtamente peciolada, com pecíolo de 1 a 1,5 cm de comprimento. A lâmina foliar é rugosa, apresenta coloração pardo-esverdeada a pardo-acastanhada na face adaxial e verde-clara na face abaxial, mede 7 a 15 cm de comprimento e 6 a 10 cm de largura, é ovalada ou ovalado-romboidal, com base assimetricamente cordada, ápice agudo, algumas vezes obtuso e margem sinuosa, grosseiramente crenada a denteada. A nervação é peninérvea, com nervura principal saliente na face abaxial, nervuras secundárias alternas e retilíneas, terminando nos dentes das margens sem se unirem, nervuras terciárias e quaternárias mais finas e anastomosadas, conferindo aspecto reticulado ao limbo. Folhas jovens com tricomas estrelados, visíveis com lente de aumento.

### **B. Descrição microscópica**

A lâmina foliar é hipostomática e de simetria dorsiventral. A epiderme, em vista frontal, em ambas as faces, apresenta células com paredes periclinais sinuosas, estômatos paracíticos e tricomas estrelados, de paredes espessas. Em secção transversal, a epiderme é uniestratificada em ambas as