

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 álcool etílico a 70% (v/v) 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 GF₂₅₄.

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

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

Solução referência: solução a 1 mg/mL de catequina em álcool metílico.

Revelador: dissolver 1 g de vanilina em 100 mL de álcool metílico. 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, aquecer a 105 °C durante três minutos.

Resultados: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

<i>Parte superior da placa</i>	
Catequina: zona de coloração pardo-castanho	Zona de coloração pardo-castanho
<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 GF₂₅₄.

Fase móvel: acetato de etila, álcool metílico e água (10:1,4:1).

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

Solução referência: solução a 100 µg/mL de cafeína em álcool metílico.

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

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 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 álcool etílico e, a seguir, com iodo SR.

Resultados: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

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

TESTES

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

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

Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1). Cumpre o teste.

Resíduo seco (5.4.2.2.2). No mínimo 18,0% (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 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, álcool metílico e ácido trifluoracético (70:30:0,005).

Solução referência: dissolver quantidade exatamente pesada de cafeína em álcool metílico, para obter solução a 130 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

Solução amostra: diluir 30 µL de extrato fluido para 10 mL com uma mistura de álcool metílico e água (1:1). Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

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 minutos e 30 segundos. 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, considerando a pureza da substância de referência;

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 do extrato fluido, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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