

ESPARADRAPO

Consiste em tecido de diversas origens uniformemente revestido em uma das faces, por uma camada adesiva sensível à pressão.

O esparadrapo tem a superfície adesiva plana, uniforme e isenta de grumos; apresenta reação neutra e é isento de substâncias tóxicas ou irritantes. O lado oposto ao da mistura adesiva pode ser revestido por uma camada fina de substâncias impermeáveis à água. Em geral é apresentado enrolado em faixas contínuas de diversas dimensões. O esparadrapo deve estar isento de impurezas e contaminação.

CARACTERÍSTICAS

Dimensão. Determinar o comprimento do esparadrapo. O resultado obtido não deve ser inferior a 98% do comprimento inscrito na rotulagem. Determinar a largura do esparadrapo em 5 pontos diferentes ao longo de seu comprimento. A média dos resultados não deve apresentar diferença superior 1,6 mm da largura inscrita na rotulagem.

Resistência à tração (5.7.1). Determinar a resistência à tração da fita após desenrolar e condicionar durante um período mínimo de quatro horas em atmosfera padrão de $65 \pm 2\%$ de umidade relativa, a $21 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1,1 \text{ }^\circ\text{C}$, usando um dispositivo tipo pêndulo. Prosseguir conforme descrito em *Resistência à tração*. A média com três determinações em tiras de 2,5 cm de largura não deve ser inferior a 20 kg.

Adesão à superfície. A partir da amostra fabricada em tecido, cortar uma faixa de 2,54 cm de largura e, aproximadamente, 15 cm de comprimento. A uma das extremidades da fita, de superfície igual a $12,90 \text{ cm}^2$, 2,54 cm de largura por 5,08 cm de comprimento, aplicar pressão equivalente a 850 g contra uma superfície limpa de vidro, plástico ou aço inoxidável. Exercer a pressão com auxílio de um rolo de borracha, por duas vezes consecutivas a uma velocidade de 30 cm por minuto. Ajustar a temperatura da superfície e da fita em $37 \text{ }^\circ\text{C}$ (5.7.1) e conduzir o teste imediatamente conforme descrito em *Resistência à tração*. Usar um dispositivo tipo pêndulo, sendo a ruptura efetuada paralelamente ao urdume e à superfície. O valor médio de pelo menos 10 testes deverá ser, no mínimo, 18 kg

TESTES DE SEGURANÇA BIOLÓGICA

Esterilidade (5.5.3.2.1). Aplicável quando o esparadrapo é declarado estéril. Cumpre o teste.

EMBALAGEM E ACONDICIONAMENTO

Em embalagens bem fechadas, protegidas da luz e calor excessivo.

O esparadrapo, quando declarado estéril ou esterilizado, deverá ser acondicionado de modo que sua esterilidade seja mantida contra contaminação posterior.

ROTULAGEM

Observar a legislação vigente.

ESPINHEIRA SANTA Mayteni folium

Maytenus ilicifolia Mart. ex Reissek – CELASTRACEAE ; 09912

A droga vegetal é constituída pelas folhas secas da espécie, contendo no mínimo, 2,0 % de taninos totais, expressos em pirogalol ($\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_3$; 126,11), dos quais no mínimo 2,8 mg/g equivalem a epicatequina ($\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_6$; 290,3).

CARACTERÍSTICAS

Características organolépticas. As folhas secas são inodoras, levemente amargas e adstringentes.

DESCRIÇÃO MACROSCÓPICA

Folhas simples, inteiras, de formato oval-lanceolado quando jovens, passando a elíptico-lanceolado com o amadurecimento. Lâmina com 2,1 cm a 9,0 cm (raramente até 15,0 cm) de comprimento, e 1,0 cm a 3,1 cm (raramente até 7,0 cm) de largura, coriáceas a subcoriáceas, glabras, com ápice mucronado, base aguda a obtusa, peninérvias, com nervura principal proeminente na face abaxial. A nervação é do tipo craspedódroma mista, com nervuras secundárias partindo em ângulo agudo em relação à principal, terminando na margem da lâmina, ou ramificando-se nas proximidades dela, ou ainda seguindo em direção à margem, onde se reúnem com a superior subsequente, formando arcos. Na margem foliar, tanto as nervuras secundárias quanto as que delas partem, unem-se com a nervura marginal, formando projeções pontiagudas, de 9 a 14 unidades por folha, dispostas mais frequentemente, na metade apical da lâmina. As aréolas são predominantemente retangulares, com terminações ramificadas. Pecíolo curto, com 0,2 cm a 0,5 cm de comprimento. Nas amostras secas, a face adaxial do limbo mostra-se relativamente mais escura que a abaxial, esbranquiçada.

DESCRIÇÃO MICROSCÓPICA

A folha é hipoestomática e de mesofilo dorsiventral. Os estômatos são do tipo laterocítico, com 1 a 3 células subsidiárias para cada célula-guarda, situados pouco acima, ou na mesma altura das demais células epidérmicas. O espessamento interno das células-guardas é proeminente e, devido à espessa cutícula foliar, sobre o poro estomático, formam-se projeções, originando um átrio supraestomático. As demais células epidérmicas, em ambas as faces da lâmina, são poligonais, de dimensões variadas, com paredes anticliniais retas, maiores na face adaxial. Em secção transversal observa-se epiderme uniestratificada, com paredes espessadas, recoberta por camada de cutícula também espessada, formando flange cuticular, alcançando, em média, 7,8 μm na face adaxial e 4,8 μm na face oposta,

sempre mais proeminente na região da nervura principal, onde ocorrem ornamentações cuticulares na forma de estrias e papilas. Nas células epidérmicas estão presentes estilóides de pequenas dimensões (folhas jovens) ou cristais prismáticos retangulares (folhas maduras), ambos de oxalato de cálcio. O parênquima paliçádico é formado por 2 estratos de células longas e finas, em paliçada típica, ou ainda, por 2 a 3 estratos de células cúbicas ou pouco alongadas, dependendo da amostra analisada. O parênquima esponjoso é formado por 6 a 9 estratos de células com expansões brachiformes curtas, com formação de amplos espaços intercelulares, mais compactado em direção à região abaxial. No mesófilo são comuns células contendo compostos fenólicos, isoladas ou em grupos, com destaque para aquelas pertencentes ao parênquima paliçádico, além de estilóides e cristais prismáticos de pequenas dimensões. Na nervura principal, biconvexa em secção transversal, ocorrem 3 a 4 camadas de colênquima angular junto à face adaxial e 2 a 3 na face oposta, as quais reagem positivamente ao cloreto férrico SR (substâncias fenólicas). O feixe vascular da nervura principal é único, do tipo colateral em arco aberto, circundado por uma bainha de células parenquimáticas de paredes delgadas, e com calotas de fibras sobre ambos os pólos de tecidos condutores, também presentes nos feixes de menor ordem. A distribuição dos tecidos nos feixes vasculares não é constante, podendo variar de acordo com a porção da lâmina e o grau de amadurecimento do órgão. O floema apresenta cristais rômnicos de oxalato de cálcio, esclereídes e células contendo compostos fenólicos. As fibras que o acompanham apresentam parede celular espessa, com pontoações simples. Folhas maduras podem apresentar feixe vascular bicolateral ou concêntrico (anfícrival), sempre circundado por esclerenquima. Na região da margem foliar, o feixe vascular, que constitui a nervura marginal, encontra-se envolto por 250 a 280 fibras de paredes muito espessadas. O pecíolo apresenta contorno circular a plano-convexo, em secção transversal e, em direção à porção distal da folha, ocorrem aletas laterais e uma leve convexidade na porção adaxial. A epiderme do pecíolo é uniestratificada, coberta por espessa camada de cutícula. Tanto as células epidérmicas, quanto dos estratos subjacentes, apresentam pequenos cristais de oxalato de cálcio e conteúdo denso, de coloração marrom, que reage positivamente ao cloreto férrico SR. O parênquima possui espessamentos em celulose, colenquimatoso, podendo conter estilóides, semelhantes aos da lâmina, e cristais prismáticos de pequenas dimensões. Braquiesclereídes isolados, com parede muito espessada e pontoações simples, ocorrem ao acaso no parênquima fundamental. O feixe vascular é único, concêntrico, cilíndrico a levemente côncavo-convexo, circundado por uma bainha esclerenquimática composta por fibras isoladas ou em grupos de 2 a muitos elementos. Algumas células parenquimáticas do floema e as dos raios parenquimáticos reagem positivamente ao cloreto férrico SR.

DESCRIÇÃO MICROSCÓPICA DO PÓ

O pó atende a todas as exigências estabelecidas para a espécie, menos os caracteres macroscópicos. São características: pó inodoro, levemente refrescante;

coloração verde-amarelada; fragmentos de epiderme com paredes periclinais retas, recobertas por cutícula espessa e contendo pequenos estilóides ou cristais prismáticos em abundância; fragmentos de epiderme com estômatos laterocíticos; fragmentos de parênquima paliçádico com 2 ou 3 estratos celulares, completamente distendidos ou não; fragmentos de fibras de grosso calibre com pontoações simples.

IDENTIFICAÇÃO

A. Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada (5.2.17.1)*, utilizando sílica-gel F₂₅₄ como espessura de 250 µm, como suporte, e mistura de acetato de etila, ácido fórmico e água (90:5:5), como fase móvel. Aplicar, separadamente, à placa, em forma de banda, 10 µL da *Solução (1)* e 3 µL da *Solução (2)*, recentemente preparadas, descritas a seguir.

Solução (1): pesar exatamente cerca de 5 g da droga moída, acrescentar 50 mL de água e aquecer sob refluxo durante 15 minutos. Após resfriamento à temperatura ambiente, filtrar a solução obtida em algodão, sob pressão reduzida, transferir para balão volumétrico de 50 mL e completar o volume com água destilada.

Solução (2): pesar cerca de 1 mg de epicatequina SQR e dissolver em 1 mL de metanol.

Desenvolver o cromatograma. Remover a placa e deixar secar em capela de exaustão. Examinar sob luz ultravioleta (254 nm). O cromatograma obtido com a *Solução (1)* apresenta uma mancha de coloração bordô, na mesma altura que a obtida no cromatograma da *Solução (2)* (R_f de aproximadamente 0,82). Em seguida, nebulizar a placa com vanilina sulfúrica SR e deixar em estufa a 110 °C, durante 10 minutos. Após a visualização deverão ser observadas na *Solução (1)* duas manchas de coloração bordô com R_f de aproximadamente 0,82 para equicatequina e 0,72 para banda bordô que aparece logo abaixo.

B. A 2 mL do extrato obtido no preparo da *Solução (1)* no teste **A.** de *Identificação*, adicionar duas gotas de ácido clorídrico SR e gotejar gelatina SR até precipitação. O aparecimento de um precipitado nítido indica reação positiva para taninos totais.

C. A 2 mL do extrato obtido no preparo da *Solução (1)* no teste **A.** de *Identificação*, adicionar 10 mL de água e duas a quatro gotas de solução de cloreto férrico a 1% (p/v) em etanol. O desenvolvimento de coloração cinza-escuro, indica reação positiva para taninos totais.

D. A 2 mL do extrato obtido no preparo da *Solução (1)* no teste **A.** de *Identificação*, adicionar 0,5 mL de vanilina a 1% (p/v) em metanol e 1 mL de ácido clorídrico. O desenvolvimento de coloração vermelha, indica reação positiva para taninos condensados.

E. A 5 mL do extrato obtido no preparo da *Solução (1)* no teste **A.** de *Identificação*, adicionar 10 mL de ácido acético 2 M e 5 mL de acetato de chumbo SR. O aparecimento de precipitado esbranquiçado, indica presença de taninos.

ENSAIOS DE PUREZA

Material estranho (5.4.2.2). No máximo 2%.

Água (5.4.2.3). No máximo 12%.

Cinzas totais (5.4.2.4). No máximo 8%.

Cinzas sulfatadas (5.4.2.6). No máximo 12%.

DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE ESPUMA (IE)

Transferir exatamente cerca de 1 g da droga vegetal moída (180 µm), para erlenmeyer contendo 50 mL de água fervente. Manter sob fervura moderada durante 15 minutos. Resfriar, filtrar em algodão para balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume, através do filtro, até 100 mL. Distribuir o decocto obtido em 10 tubos de ensaio com tampa (16 mm de diâmetro por 16 cm de altura), em uma série sucessiva de 1 mL, 2 mL, 3 mL, até 10 mL, e ajustar o volume do líquido em cada tubo a 10 mL com água. Tampar os tubos e agitá-los vigorosamente com movimentos verticais durante 15 segundos, com 2 agitações por segundo. Deixar em repouso por 15 minutos e medir a altura da espuma. Após, adicionar em cada tubo 1 mL de ácido clorídrico 2 M, se a altura da espuma de todos os tubos for inferior a 1 cm, o índice de espuma é menor que 100. Se, em qualquer um dos tubos, a altura da espuma medida permanecer igual ou superior a 1 cm, a diluição do material vegetal nesse tubo (A) é o índice observado. Calcular o índice de espuma segundo a expressão:

$$IE = \frac{1000}{A}$$

em que

A = volume (mL), do decocto usado para preparação da diluição no tubo no qual a espuma foi observada.

O índice de espuma é de no mínimo 250.

DOSEAMENTO

Taninos totais

Nota: efetuar todas as operações de extração e diluição ao abrigo da luz.

Preparar as soluções descritas a seguir.

Solução estoque: pesar 0,750 g da droga pulverizada (250 µm) e transferir para um erlenmeyer de 250 mL com boca esmerilhada. Adicionar 150 mL de água destilada. Aquecer em banho-maria durante 30 minutos à temperatura de 60 °C. Resfriar em água corrente e transferir para um balão volumétrico de 250 mL. Lavar o erlenmeyer e transferir as águas de lavagem com todo conteúdo de droga vegetal para o mesmo balão volumétrico. Completar o volume com água destilada. Deixar decantar e filtrar o líquido sobrenadante em papel de filtro. Desprezar os primeiros 50 mL do filtrado.

Solução amostra para polifenóis totais: diluir 5 mL do filtrado em balão volumétrico de 25 mL com água destilada.

Transferir volumetricamente 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água destilada em balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v). Determinar a absorvância em 760 nm (A_1) após 30 minutos, utilizando água destilada para ajuste do zero.

Solução amostra para polifenóis não adsorvidos por pó de pele: para 10 mL do filtrado, adicionar 0,1 g de pó de pele SQR e agitar mecanicamente em erlenmeyer de 125 mL durante 60 minutos. Filtrar em papel de filtro. Diluir 5 mL desse filtrado em balão volumétrico de 25 mL com água destilada. Transferir volumetricamente 2 mL desta solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água destilada em balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v). Determinar a absorvância em 760 nm (A_2) após 30 minutos, utilizando água destilada para ajuste do zero.

Solução padrão: dissolver imediatamente antes do uso 50 mg de pirogalol em balão volumétrico de 100 mL com água destilada. Transferir volumetricamente 5 mL da solução para balão volumétrico de 100 mL e completar com água destilada. Transferir volumetricamente 2 mL dessa solução, 1 mL de reagente fosfomolibdotúngstico e 10 mL de água destilada em balão volumétrico de 25 mL e completar o volume com solução de carbonato de sódio a 29% (p/v). Determinar a absorvância em 760 nm (A_3) após 30 minutos, utilizando água destilada para ajuste do zero.

Calcular o teor em porcentagem de taninos (droga seca), expressos em pirogalol, segundo a expressão:

$$TT = \frac{62,5 \times (A_1 - A_2) \times m_2}{A_3 \times m_1}$$

em que

A_1 = absorvância da *Solução amostra para polifenóis totais*;

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

A_3 = absorvância da *Solução padrão*;

m_1 = massa da amostra utilizada no ensaio (g), considerando a determinação de água;

m_2 = massa de pirogalol (g).

Epicatequina

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência (5.2.17.4)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 210 nm; pré-coluna empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (5 µm); fluxo da *Fase móvel* de 0,8 mL/minuto.

Eluente A: mistura de água e ácido trifluoracético a 0,05 % (v/v).

Eluente B: mistura de acetonitrila e ácido trifluoracético a 0,05% (v/v).

Gradiente da Fase móvel: adotar sistema de gradiente descrito na tabela a seguir:

<i>Tempo (minutos)</i>	<i>Eluente A (%)</i>	<i>Eluente B (%)</i>	<i>Eluição</i>
0 - 13	82 → 75	18 → 25	gradiente linear
13 - 16	75 → 66	25 → 34	gradiente linear
16 - 20	66 → 58	34 → 42	gradiente linear
20 - 23	58 → 35	42 → 65	gradiente linear
23 - 25	35 → 82	65 → 18	gradiente linear
25 - 28	82	18	isocrática

Solução amostra: pesar exatamente cerca de 5 g da droga vegetal pulverizada (250 µm) em balão de fundo redondo de 100 mL e boca esmerilhada, acrescentar 50 mL de água destilada, levar a refluxo durante 15 minutos. Após resfriamento à temperatura ambiente, filtrar a solução obtida sob pressão reduzida. Extrair o filtrado com três porções de 50 mL de acetato de etila em funil de separação de 250 mL. Para total separação das fases, deixar em repouso à temperatura de -18 °C durante 5 minutos. Reunir as fases orgânicas. Filtrar através de papel de filtro contendo 5 g de sulfato de sódio anidro, sob pressão reduzida. Evaporar a fase orgânica em evaporador rotatório sob pressão reduzida até resíduo. Ressuspender o resíduo com 5 mL de mistura de metanol e água (2:8). Extrair em cartucho de extração em fase sólida, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (55 µm, 70 Å), previamente acondicionada com 8 mL de mistura de metanol e água (2:8), para balão de 100 mL. Eluir 10 mL de metanol e água (2:8) para o mesmo balão e completar o volume (S₁) com metanol e água (2:8). Transferir volumetricamente 5 mL da S₁ para balão volumétrico 25 mL e completar o volume com metanol e água (1:1) (S₂). Filtrar a (membrana de PTFE de porosidade 0,5 µm) e injetar no cromatógrafo.

Solução padrão de epicatequina: dissolver quantidade exatamente pesada de epicatequina SQR em metanol e água (1:1), para obter solução a 0,4 mg/mL.

Solução para curva analítica de epicatequina: diluir alíquotas de 50 µL, 200 µL, 350 µL, 500 µL e 600 µL da *Solução padrão de epicatequina* em balão volumétrico de 2 mL, com metanol e água (1:1), para obter concentrações de 10 µg/mL; 40 µg/mL; 70 µg/mL; 100 µg/mL e 120 µg/mL.

Procedimento: injetar, separadamente, 20 µL das soluções para curva analítica e da *Solução amostra* em quintuplicata, registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O tempo de retenção relativo é cerca de 8,0 minutos para epicatequina. Calcular o teor de epicatequina na amostra a partir da equação linear da reta obtida com a curva analítica do padrão. O resultado é expresso pela média das determinações em mg/g de droga vegetal, seguindo a expressão:

$$EC = \frac{VLR \times 500}{1000 \times m}$$

em que

EC = epicatequina;

VLR = valor obtido (µg/mL) de epicatequina/mL em S₂, a partir da equação da reta;

500 = fator de diluição;

1000 = valor de conversão de µg para mg;

m = massa (g) de droga vegetal considerando a determinação de água.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

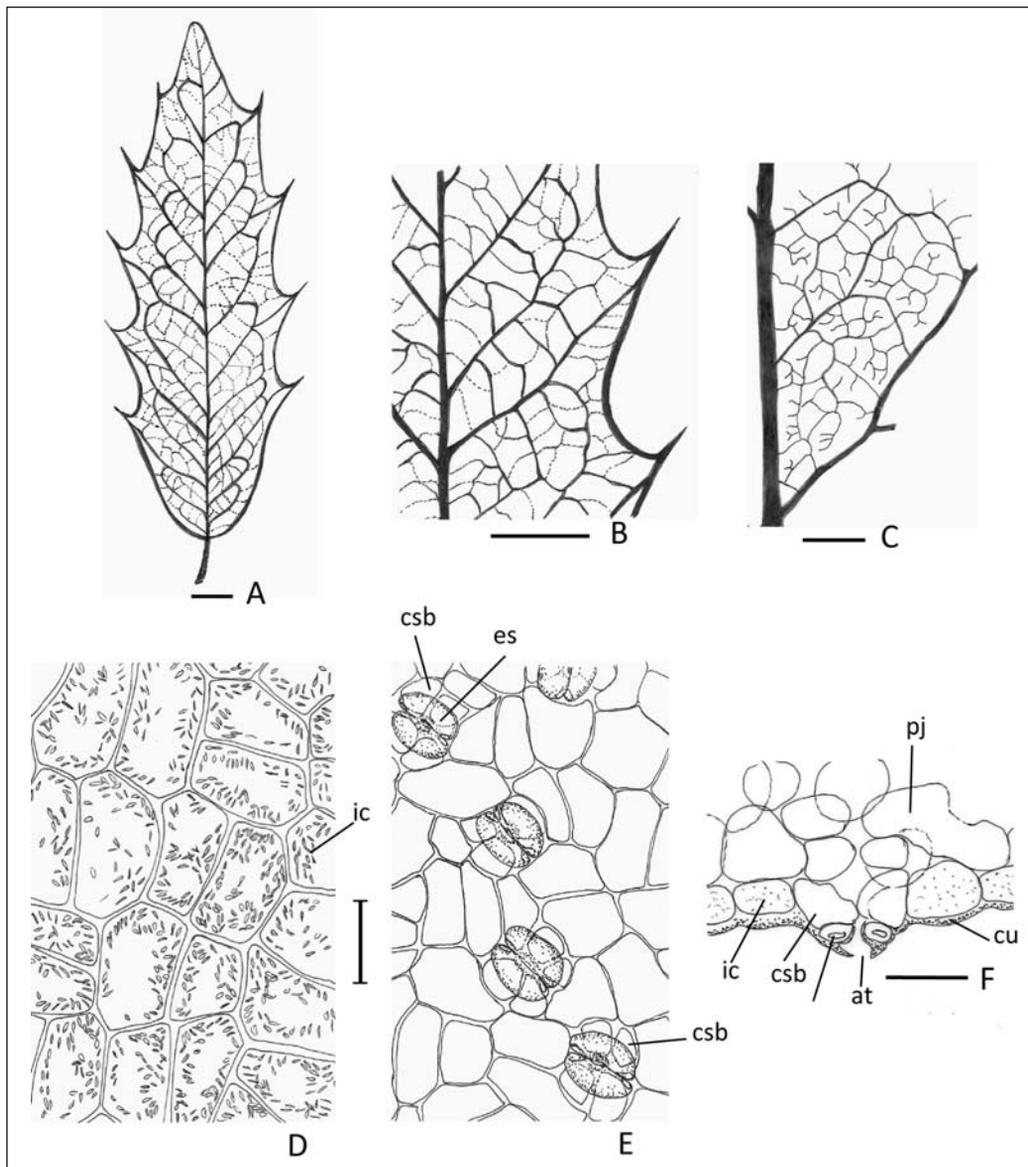


Figura 1 – Aspectos macroscópicos e microscópicos em *Maytenus ilicifolia* Mart. ex Reissek

Complemento da legenda da **Figura 1**. As escalas correspondem em **A e B** a 5 mm; em **C** a 1 mm; em **D, E e F** a 30 µm.

A – aspecto geral da lâmina foliar. **B** – detalhe da nervação foliar na face adaxial, em vista frontal. **C** – detalhe de porção da lâmina foliar, na face adaxial, em vista frontal, mostrando as aréolas e terminações xilemáticas: aréola (ar). **D e E** – detalhe parcial da epiderme voltada para a face adaxial e abaxial, respectivamente, em vista frontal: idioblasto cristalífero (ic); célula subsidiária (csb); estômato (es). **F** – detalhe parcial da lâmina foliar, em secção transversal, mostrando um estômato: parênquima esponjoso (pj); cutícula (cu); átrio supra-estomático (at); célula-guarda (cg); célula subsidiária (csb); idioblasto cristalífero (ic).

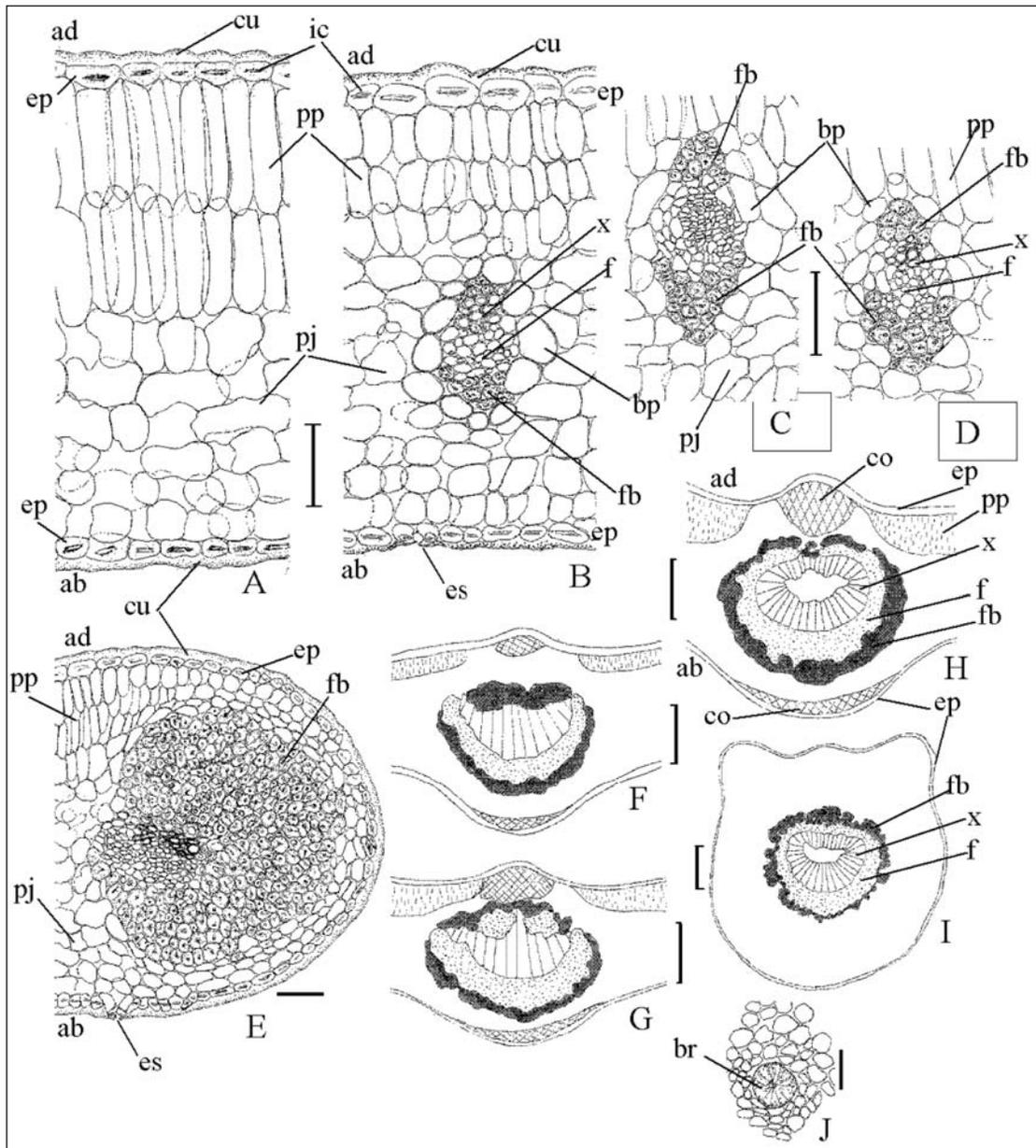


Figura 2 – Aspectos microscópicos em *Maytenus ilicifolia* Mart. ex Reissek

Complemento da legenda da **Figura 2**. As escalas correspondem em **A e B** a 50 μm ; em **C e D** a 75 μm ; em **E** a 35 μm ; em **F** a 120 μm ; em **G** a 180 μm ; em **H e I** a 200 μm ; em **J** a 50 μm .

A e B – detalhes parciais do mesofilo de amostras distintas, em seções transversais: face adaxial (ad); face abaxial (ab); epiderme (ep); cutícula (cu); idioblasto cristalífero (ic); parênquima paliçádico (pp); parênquima esponjoso (pj); xilema (x); floema (f); bainha parenquimática (bp); fibras (fb); estômato (es). **C e D** – detalhe de um feixe vascular secundário na porção basal e na porção mediana da lâmina foliar, respectivamente, em secção transversal: fibras (fb); bainha parenquimática (bp); parênquima esponjoso (pj); parênquima paliçádico (pp); xilema (x); floema (f). **E** – detalhe do bordo foliar, em secção transversal, mostrando a nervura marginal: face adaxial (ad); face abaxial (ab); epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); parênquima esponjoso (pj); fibras (fb); estômato (es). **F, G e H** – esquemas do aspecto geral das da porção mediana da nervura principal, em seções transversais, mostrando variações na distribuição do floema, xilema e fibras: face adaxial (ad); face abaxial (ab); colênquima (co); epiderme (ep); parênquima paliçádico (pp); xilema (x); floema (f); fibras (fb). **I** – esquema do aspecto geral do pecíolo, em secção transversal: epiderme (ep); fibras (fb); xilema (x); floema (f). **J** – detalhe de um braquiesclereide do pecíolo, em secção transversal: braquiesclereide (br).