

VALERIANA, tintura
Valerianae tinctura

A tintura é obtida a partir dos órgãos subterrâneos (raízes, rizomas e estolões), secos, de *Valeriana officinalis* L., contendo, no mínimo, 0,015% (p/p) de ácidos sesquiterpênicos totais, expressos em ácido valerênico (C₁₅H₂₂O₂, 234,34).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 20% (p/v), pela maceração ou percolação, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido castanho escuro.

IDENTIFICAÇÃO

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

Fase estacionária: sílica-gel F₂₅₄.

Fase móvel: ciclohexano, acetato de etila e ácido acético glacial (60:38:2).

Solução amostra: medir 1 mL de tintura e secar até resíduo em banho-maria, em temperatura não superior a 60 °C. Suspender o resíduo em 1 mL de álcool metílico e proceder à análise cromatográfica.

Solução referência (1): dissolver uma quantidade exatamente pesada de ácido valerênico em álcool metílico, para obter a concentração de 100 µg/mL.

Solução referência (2): dissolver uma quantidade exatamente pesada de ácido acetoxivalerênico em álcool metílico, para obter a concentração de 100 µg/mL.

Procedimento: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 15 µL da *Solução amostra*, 15 µL da *Solução referência (1)* e 15 µL da *Solução referência (2)*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com anisaldeído SR, aquecer entre 100 °C a 105 °C por aproximadamente cinco minutos. Examinar sob a luz visível.

Resultados: no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência (1)*, a *Solução referência (2)*, e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

Parte superior da placa	
Ácido valerênico: zona de coloração violeta	Zona de coloração violeta Zona de coloração violeta
Ácido acetoxivalerênico: zona de coloração violeta	Zona de coloração violeta Zona de coloração violeta
Solução referência	Solução amostra

TESTES

Densidade relativa (5.2.5). 0,9044 a 0,9166.

Álcool etílico (5.3.3.8.1). *Tratamentos especiais, Líquidos com mais de 50% de álcool.* 62% (v/v) a 64% (v/v).

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

Resíduo seco (5.4.2.2.2). No mínimo 5,0% (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

Ácidos sesquiterpênicos

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência (5.2.17.4)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 220 nm; pré-coluna empacotada com sílica octadecilsilanizada, coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm), mantida à temperatura de 30 °C; fluxo da *Fase móvel* de 1,5 mL/minuto.

Eluente (A): solução de ácido fosfórico 5 mL/L e acetonitrila (80:20).

Eluente (B): acetonitrila e solução de ácido fosfórico 5 mL/L (80:20).

<i>Tempo (minutos)</i>	<i>Eluente (A) (%)</i>	<i>Eluente (B) (%)</i>	<i>Eluição</i>
0 - 5	55	45	isocrática
5 - 15	55 → 20	45 → 80	gradiente linear
15 - 25	20	80	isocrática
25 - 28	20 → 55	80 → 45	gradiente linear
28 - 30	55	45	isocrática

Solução amostra: transferir 5,0 mL da tintura para um balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com álcool metílico e homogeneizar. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

Solução referência: dissolver quantidade exatamente pesada de ácido valerênico em álcool metílico, para obter uma solução a 50 µg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

Procedimento: injetar, separadamente, 20 µL da *Solução referência* e 20 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos. O pico do ácido acetoxivalerênico é identificado pelo cálculo do tempo de retenção relativo, utilizando o ácido valerênico como referência. O tempo de retenção relativo do ácido acetoxivalerênico é de aproximadamente 0,6. Calcular o teor de ácidos sesquiterpênicos, em porcentagem, segundo a expressão:

$$\text{TAST} = \frac{C_r \times (A_1 + A_2) \times 2 \times 100}{A_r \times m \times 100}$$

em que,

TAST = teor de ácidos sesquiterpênicos % (p/p);

C_r = concentração do ácido valerênico na *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;

A_r = área sob o pico correspondente ao ácido valerênico na *Solução referência*;

A_1 = área sob o pico correspondente ao ácido acetoxivalerênico na *Solução amostra*;

A_2 = área sob o pico correspondente ao ácido valerênico na *Solução amostra*;

m = massa em gramas da tintura utilizada, determinada a partir da densidade;

2 = fator de diluição.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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