

**VALERIANA, extrato fluido**  
*Valerianae extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de órgãos subterrâneos (raízes, rizomas e estolões), secos, de *Valeriana officinalis* L., contendo, no mínimo, 0,15% de ácidos sesquiterpênicos totais, expressos em ácido valerênico (C<sub>15</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>, 234,34).

**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 castanho escuro, de odor forte e persistente.

**IDENTIFICAÇÃO**

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

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

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

*Solução amostra:* medir 1 mL de extrato fluido 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 cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 15 µL da *Solução amostra*, 15 µL da *Solução referência (1)* e 15 µL da *Solução referência (2)*. Remover a cromatoplaça e deixar secar ao ar. Nebulizar a placa com anisaldeído SR, aquecer entre 100 °C e 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 amostra*, *Solução referência (1)* e *Solução referência (2)*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

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

## TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 1,0048 a 1,0079.

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** Método II, Líquidos com mais de 50% de álcool. 51% (v/v) a 53% (v/v).

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

**Resíduo seco (5.4.2.2.2).** No mínimo 24,0% (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):* ácido fosfórico a 5 mL/L e acetonitrila (80:20).

*Eluente (B):* acetonitrila e ácido fosfórico a 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 do extrato fluido 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 e homogeneizar. 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:

$$\text{TAST} = \frac{C_r \times (A_1 + A_2) \times 10 \times 100}{A_r \times m}$$

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 do extrato fluido, determinada a partir da densidade.

## EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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