

## 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 (C<sub>15</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>, 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 F<sub>254</sub>.

*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.

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

## 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 etílico. 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).

| <b>Tempo<br/>(minutos)</b> | <b>Eluente (A) (%)</b> | <b>Eluente (B) (%)</b> | <b>Eluição</b>   |
|----------------------------|------------------------|------------------------|------------------|
| 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:

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

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 da tintura utilizada, determinada a partir da densidade;

10 = fator de diluição;

100 = fator de conversão para teor em % (g/ 100 g).

## EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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