Obtenção de ácido valerênico a partir de extrato seco de valeriana por cromatografia líquida preparativa.

Marcelo Ribani[1,2] (PQ)*, Tatiane do Valle[2](TC), Eliane Lopes da Silva[2](PG), Carol H. Collins[1](PQ), Carla B. G. Bottoli[1](PQ)

*** ribani@tecpar.br**

[1]LABCROM – Laboratório de Pesquisas em Cromatografia Líquida – Instituto de Química – Unicamp

[2]TECPAR – Instituto de Tecnologia do Paraná – Curitiba – Paraná

Palavras Chave: *Valeriana officinalis, ácidos valerênicos, cromatografia preparativa.*

Introdução

Várias espécies de *Valeriana* são utilizadas na produção de fitoterápicos, devido a sua ação sedativa semelhante aos benzodiazepínicos. Os principais grupos de princípios ativos encontrados em *Valeriana* são os valepotriatos e os ciclopentano-sesquiterpenóides.

O objetivo principal deste trabalho foi a obtenção de padrões analíticos de ácidos valerênicos, devido aos seus altos custos, a partir do extrato seco de valeriana. Para isto foi feita a transposição de escala a partir de uma separação cromatográfica analítica para a preparativa, com posterior caracterização dos padrões por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência, Espectrometria de Massas e Ressonância Magnética Nuclear.

Resultados e Discussão

O extrato liofilizado das raízes de *Valeriana officinalis* (origem Itália), foi fornecido por uma empresa farmacêutica que o utiliza como matéria-prima na formulação de fitoterápicos.

A extração dos ácidos valerênicos presentes no extrato seco foi realizada a partir de 30 g de extrato e 3 extrações sequenciais com 100 mL de álcool etílico. O solvente foi evaporado em evaporador rotativo a 50 ºC e o sólido redissolvido em 10 mL de solução éter de petróleo:acetato de etila (70:30 v/v). A solução contendo os ácidos valerênicos foi pré-purificada em coluna aberta de vidro contendo sílica gel 60 como fase estacionária e solução éter de petróleo:acetato de etila (70:30 v/v) como fase móvel.

Foi desenvolvida uma metodologia analítica por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) para separação e identificação de ácidos valerênicos presentes no extrato seco. A separação foi realizada no modo eluição isocrático, utilizando como fase móvel acetonitrila:água:ácido acético (55:44,9:0,1), uma coluna Nova Pak C-18 Waters (3,9x150 mm) com partículas esféricas de 4 µm e detecção UV-Vis em 225 nm. Foram identificados no extrato seco o ácido hidóxivalerênico e o ácido valerênico, como pode ser observado na figura 1.

O isolamento e purificação dos ácidos valerênicos foram realizados com a cromatografia líquida preparativa empregando mesma fase móvel utilizada na separação analítica e uma coluna de 25 x 250 mm, recheada no laboratório com fase estacionária C-18 Merck e partículas irregulares de 12 µm.

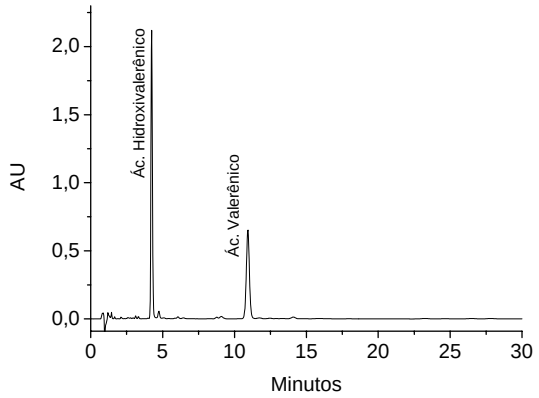

Figura 1. Separação cromatográfica analítica dos ácidos valerênicos presentes no extrato seco de *V. officinalis*, após limpeza da amostra. Condições de separação descritas no texto.

Na separação em escala preparativa os dois ácidos foram separados, entretanto, o ácido hidroxivalerênico teve seu volume de retenção próximo ao volume de exclusão da coluna. O ácido valerênico, que ficou mais retido na coluna, foi coletado após a separação e comparado com padrão de referência reconhecido internacionalmente. O ácido valerênico também foi caracterizado por CLAE com detecção por varredura de espectros na região do Ultra-Violeta, Espectrometria de Massas e Ressonância Magnética Nuclear. O teor de pureza obtido foi de 95,05 % para ácido valerênico.

Conclusões

O ácido valerênico obtido após a purificação por cromatografia líquida preparativa pode ser utilizado como padrão analítico para quantificação em extratos e cápsulas. Devido à proximidade do volume de retenção do composto hidroxivalerênico com o volume de exclusão da coluna, este composto ficou bastante impuro e não pode ser utilizado como padrão analítico.

Agradecimentos

TECPAR – Instituto de Tecnologia do Paraná.