

LARANJA-AMARGA, extrato fluido *Aurantii amari exocarpium extracta fluida*

O extrato fluido é obtido a partir de porções secas do exocarpo, correspondente ao flavedo do fruto maduro, isento da maior parte do mesocarpo, correspondente ao albedo de *Citrus aurantium* L. subsp. *aurantium*, contendo, no mínimo, 2% de naringina (C₂₇H₃₂O₁₄, 580,54).

PREPARAÇÃO

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação ou maceração, utilizando etanol a 70,0% como líquido extrator.

CARACTERÍSTICAS

Líquido de cor castanho-amarelada ou castanho-avermelhada e odor cítrico.

IDENTIFICAÇÃO

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

Fase estacionária: sílica-gel G₆₀.

Fase móvel: acetato de etila, água e ácido fórmico (75:15:10).

Solução amostra: diluir 0,3 mL de extrato fluido de laranja-amarga em 0,7 mL de etanol.

Solução referência: preparar uma solução a 10 mg/mL de naringina em metanol.

Revelador (1): dissolver 1 g de difenilborato de amino etanol em metanol e completar o volume para 100 mL com o mesmo solvente.

Revelador (2): solução de macrogol 400 a 50 g/L em metanol.

Procedimento: aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaça e deixar secar ao ar por 15 minutos. Nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR (reagente natural A) e, a seguir, com solução de macrogol 400 a 50 g/L em metanol. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm após, no mínimo, 2 horas.

Resultados: no esquema abaixo estão representadas as zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.

Parte superior da placa	
Naringina: zona fluorescente verde-escura	Zona fluorescente verde-escura (naringina)
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

TESTES

Densidade relativa (5.2.5). 1,0500 a 1,0850.

Etanol (5.3.3.8.1). 25% (v/v) a 40% (v/v).

Metanol e 2-propanol (5.4.2.2.1). No máximo 0,05% de metanol e, no máximo, 0,05% de 2-propanol.

Resíduo seco (5.4.2.2.2). No mínimo, 30,0% (p/p). Determinar em 2,0 g da amostra.

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

Naringina

Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência (5.2.17.4)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 284 nm; coluna de 150 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica octadecilsilanizada (5 µm), mantida à temperatura ambiente de (22 ± 2) °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,5 mL/minuto.

Fase móvel (1): água e ácido fórmico (100:0,1).

Fase móvel (2): metanol.

Tempo (minutos)	<i>Fase móvel (1)</i> (%)	<i>Fase móvel (2)</i> (%)	Sistema de eluição
0 - 3	80	20	isocrática
3 - 33	80 → 0	20 → 100	gradiente linear
33 - 34	0 → 80	100 → 20	gradiente linear
34 - 40	80	20	isocrática

Solução amostra: diluir 0,200 mL de extrato fluido de laranja-amarga em 25 mL com uma mistura de metanol e água (1:1).

Solução referência: dissolver quantidade pesada, com exatidão, de naringina em solução de metanol e água (1:1), de modo a obter solução com concentração de 0,250 mg/mL.

Procedimento: injetar, separadamente, 10 µL da *Solução referência* e 10 µL da *Solução amostra*. Registrar os cromatogramas e medir a área sob o pico correspondente a naringina. O tempo de retenção médio é de aproximadamente 17,6 minutos. Calcular o teor de naringina, em percentagem, segundo a expressão:

$$TN = \frac{C_r \times A_a \times 25 \times 100}{A_r \times m}$$

em que,

TN = teor de naringina % (p/p);

C_r = concentração da *Solução referência* em g/mL;

A_r = área sob o pico correspondente à naringina na *Solução referência*;

A_a = área sob o pico correspondente à naringina na *Solução amostra*; e

m = massa em gramas da amostra, determinada a partir da densidade.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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

LARANJA-AMARGA, óleo *Aurantii amari aetheroleum*

Óleo volátil obtido, por procedimento mecânico adequado sem aquecimento, a partir do exocarpo de frutos frescos de *Citrus aurantium* L. subsp. *aurantium*, contendo, no mínimo, 92% de limoneno ($C_{10}H_{16}$, 136,24).

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, amarelo, de cheiro característico de flores de laranjeira amarga.

IDENTIFICAÇÃO

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

Fase estacionária: sílica-gel GF₂₅₄.

Fase móvel: acetato de etila e tolueno (15:85).