

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).

Solução amostra: diluir 4 µL da amostra em etanol e completar o volume para 1 mL com o mesmo solvente.

Solução referência: diluir 0,5 µL de antranilato de metila, 1 µL de linalol, 2 µL de acetato de linalila e 1 mg de bergapteno em etanol e completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente.

Revelador: solução de anisaldeído.

Procedimento: aplicar na cromatoplaca, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Desenvolver o cromatograma. Remover a cromatoplaca e deixar secar ao ar por 15 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Nebulizar a placa com o *Revelador*, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante 10 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

Resultados: no esquema abaixo estão representadas as zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*, após o exame sob a luz ultravioleta em 365 nm e, nebulização com o *Revelador*, e exame novamente sob a luz ultravioleta em 365 nm, na ordem. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.

Parte superior da placa	
Antranilato de metila: zona de fluorescência azul	Zona fraca de fluorescência azul (antranilato de metila)
Bergapteno: zona de fluorescência amarela-esverdeada	
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

Parte superior da placa	
Acetato de linalila: zona de fluorescência amarela-acastanhada	Zona de fluorescência laranja-acastanhado Zona de fluorescência amarela-acastanhada fraca (acetato de
Antranilato de metila: zona de fluorescência azul	Zona fraca de fluorescência azul (antranilato de metila)
Linalol: zona de fluorescência alaranjada	Uma zona fraca de fluorescência vermelho-acastanhado Zona de fluorescência alaranjada
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

TESTES

Densidade relativa (5.2.29.1). 0,848 a 0,860.

Índice de refração (5.2.29.4). 1,473 a 1,476.

Poder rotatório (5.2.29.5). +88° a +98°.

Óleos fixos e óleos voláteis resignificados: Colocar uma gota da amostra num fragmento de papel de filtro. A gota deve evaporar completamente em 24 horas sem deixar mancha translúcida ou gordurosa.

Resíduo de evaporação. 2,0 % a 5,0%. Evaporar à secura em banho-maria 5,0 g da amostra e secar em estufa entre 100 °C e 105 °C, durante 4 horas.

Perfil cromatográfico. Proceder conforme descrito em *Cromatografia a gás (5.2.17.5)*. Utilizar cromatógrafo provido de detector por ionização de chama, utilizando mistura de hidrogênio e ar sintético (1:45) como gases auxiliares à chama do detector; coluna capilar de 30 m de comprimento e 0,25 mm de diâmetro interno, revestida com polidifenildimetilsiloxano, com espessura de filme de 0,25 µm. Utilizar nitrogênio ultrapuro como gás de arraste (1,0 mL/minuto).

Temperatura:

	Tempo (minutos)	Temperatura (°C)
Coluna	0 – 8	60
	8 – 48	60 → 180
	48 – 53	180
Injetor		250
Detector		250

Solução amostra: diluir 200 µL do óleo volátil em 1 mL de hexano.

Solução referência: diluir 10 µL de α-pineno, 10 µL de β-pineno, 10 µL de mirceno, 800 µL de limoneno, 10 µL de linalol e 10 µL de acetato de linalila em 1 mL de hexano.

Procedimento: injetar volume de 0,5 µL da *Solução amostra* e da *Solução referência* no cromatógrafo a gás, utilizando divisão de fluxo de 1:50. Determinar as concentrações relativas por integração eletrônica pelo método de normalização.

Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia a gás acoplada a detector seletivo de massas, operando nas mesmas condições que a cromatografia a gás com detector por ionização de chama.

Adequabilidade do sistema

Ordem de eluição: ordem de preparação da *Solução referência*. Registrar os tempos de retenção das substâncias.

Resolução entre picos: *Solução referência*, mínimo 1,5 entre os picos referentes ao β-pineno e mirceno.

No cromatograma obtido com a *Solução amostra*, verificar a presença dos componentes conforme segue: α -pineno, 0,5 a 0,6%; β -pineno, 0,3 a 1,0%; mirceno, 1,0 a 3,0%; limoneno, 92,0 a 96,0%; linalol, 0,1 a 0,6%; acetato de linalila, 0,3 a 1,6%.

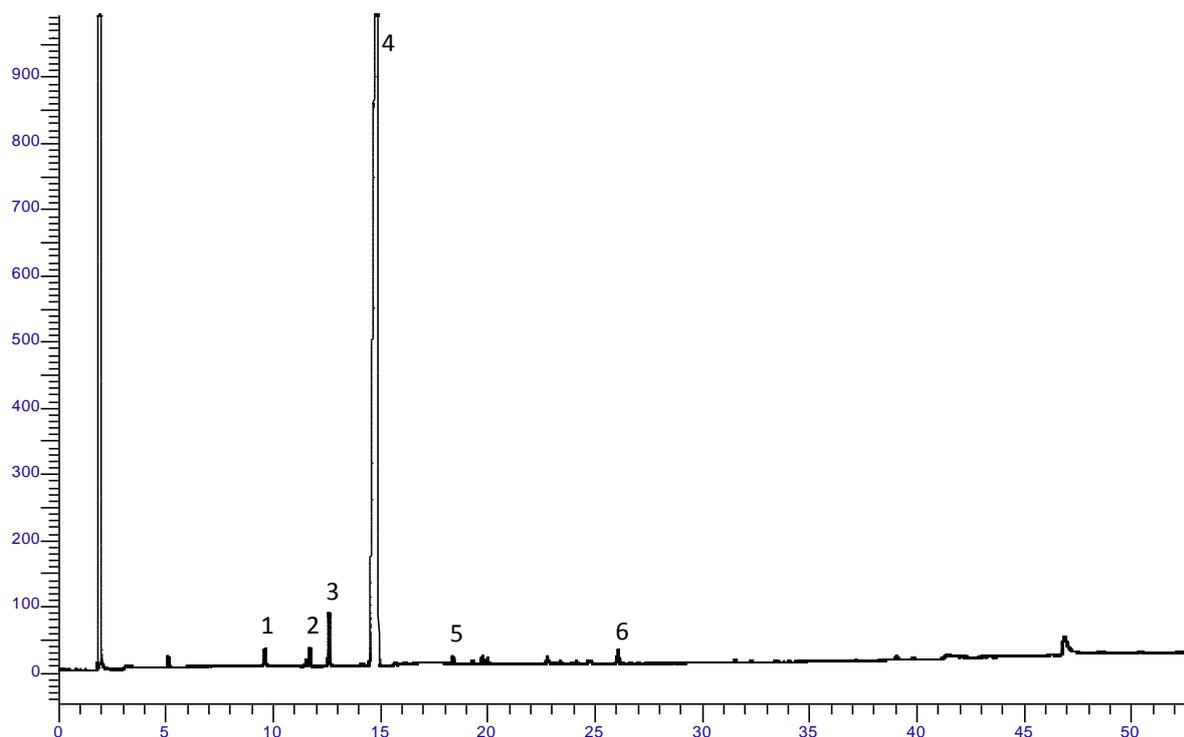


Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *C. aurantium* L. subsp. *aurantium* por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama. 1- α -pineno, 2- β -pineno, 3- mirceno, 4- limoneno, 5- linalol, 6- acetato de linalila.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipiente hermeticamente fechado ao abrigo da luz e do calor em temperatura inferior a 25 °C.

LARANJA-AMARGA, tintura *Aurantii amari exocarpium tinctura*

A tintura é obtida a partir 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, 0,25% de naringina ($C_{27}H_{32}O_{14}$, 580,54).

PREPARAÇÃO

A tintura é preparada a 10% (p/v), por percolação ou maceração, utilizando etanol a 70 % como líquido extrator.