

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%.

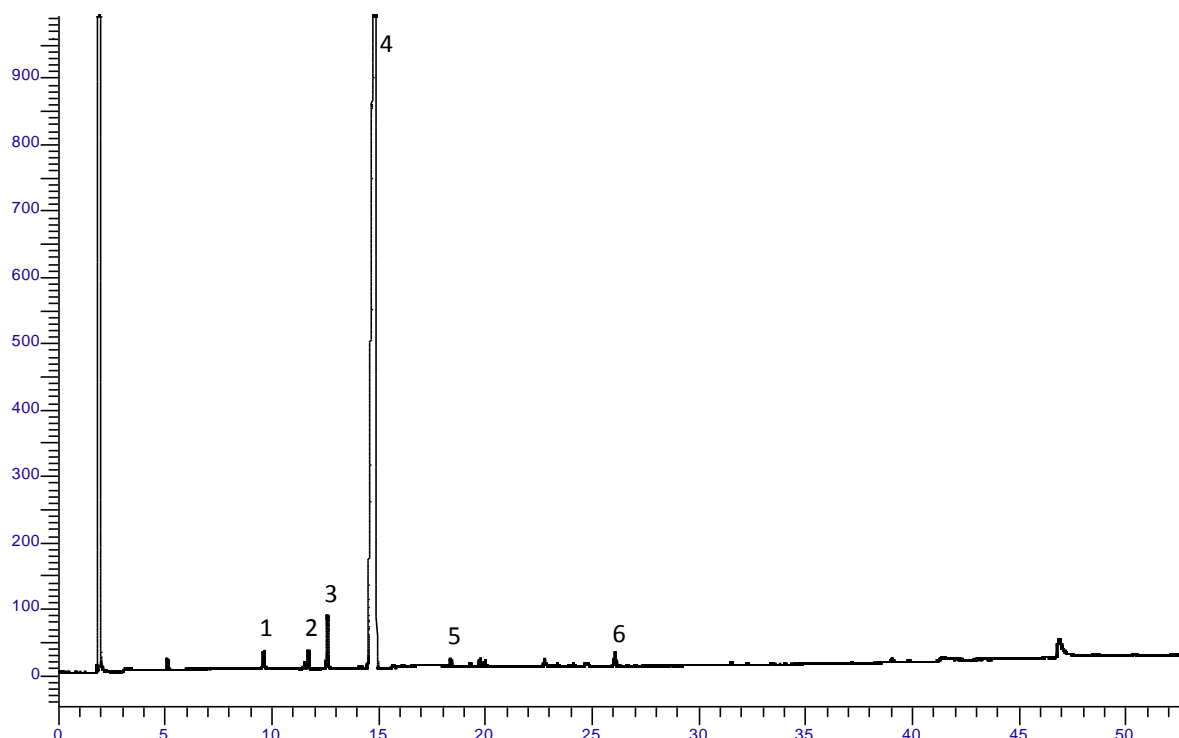


Figura 1 - Cromatograma ilustrativo obtido com óleo volátil de *C. aurantium* L. subsp. *aurantium* por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama. 1- α -pineno, 2- β -pineno, 3- mirceno, 4- limoneno, 5- linalol, 6- acetato de linalila.

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.

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: tintura de laranja amarga.

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

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

Revelador (2): solução de macrogol 400 R 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 365nm 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 (5.5.5). 0,9030 a 0,9180.

Etanol (5.3.3.8.1). 95% (v/v) a 105% (v/v).

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

Resíduo seco (5.4.2.2.2). No mínimo, 4,5% (p/p). Determinar em 2,00 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 de (22 ± 2) °C; fluxo da *Fase móvel* de 0,5 mL/minuto.

Fase móvel (1): água-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	isocrático
3 - 33	80 → 0	20 → 100	gradiente linear
33 - 34	0 → 80	100 → 20	gradiente linear
34 - 40	80	20	isocrático

Solução amostra: diluir 0,3 mL de tintura de laranja amarga em 5 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 0,225 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 porcentagem, segundo a expressão:

$$TN = \frac{C_r \times A_a \times 5 \times 100}{A_r \times m}$$

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 correspondente à naringina na *Solução amostra*; e

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

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipientes hermeticamente fechados ao abrigo da luz e do calor.

LARANJA-DOCE, óleo *Citrus aurantium dulcis aetheroleum*

Óleo volátil obtido, por meios mecânicos apropriados sem aquecimento, a partir do epicarpo de frutos frescos de *Citrus sinensis* (L.) Osbeck, contendo, no mínimo, 92% de limoneno ($C_{10}H_{16}$, 136,24).

SINONÍMIA CIENTÍFICA

Citrus aurantium L. var. *sinensis* L.

CARACTERÍSTICAS

Líquido límpido, amarelo-claro a alaranjado, que pode turvar por arrefecimento.

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 0,2 mL da amostra em 1 mL de etanol.

Solução referência: dissolver 2 mg de bergapteno, 10 µL de linalol e 20 µL de acetato de linalila em 10 mL de etanol.

Revelador: solução de anisaldeído.

Procedimento: aplicar na cromatoplaça, separadamente, em forma de banda, 10 µL da *Solução amostra* e 10 µL da *Solução referência*. Remover a cromatoplaça e deixar secar ao ar por 15 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm. Nebulizar a placa com solução de anisaldeído e aquecer entre 100 °C e 105°C durante 5 a 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 solução de anisaldeído, e exame novamente sob a luz ultravioleta em 365 nm, na ordem. Outras zonas podem ocasionalmente estar presentes.