

**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* [syn. *Citrus aurantium* L. subsp. *amara* (L.) Engler], contendo, no mínimo, 92,0% de limoneno (C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>, 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 GF<sub>254</sub>.

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

*Solução amostra*: diluir 4 µL da amostra em álcool etílico 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 álcool etílico e completar o volume para 10 mL com o mesmo solvente.

*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 solução de anisaldeído, aquecer entre 100 °C e 105 °C durante 10 minutos. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm.

*Resultados*: nos esquemas a seguir há as sequências de 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, aparecerem.

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

<i>Parte superior da placa</i>	
Acetato de linalila: zona de fluorescência amarelo-acastanhado	Zona fraca de fluorescência laranja-acastanhado
Antranilato de metila: zona de fluorescência azul	Zona fraca de fluorescência amarelo-acastanhado
Linalol: zona de fluorescência laranja	Zona de fluorescência azul
Bergapteno: zona de fluorescência amarelo-esverdeado	Zona de fluorescência fraca vermelho-acastanhado
	Zona de fluorescência laranja
	Zonas de fluorescência azul e marron-avermelhado
<b>Solução referência</b>	<b>Solução amostra</b>

TESTES

**Densidade relativa (5.2.5).** 0,848 a 0,860.

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

**Rotação óptica (5.2.8).** +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 quatro 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.

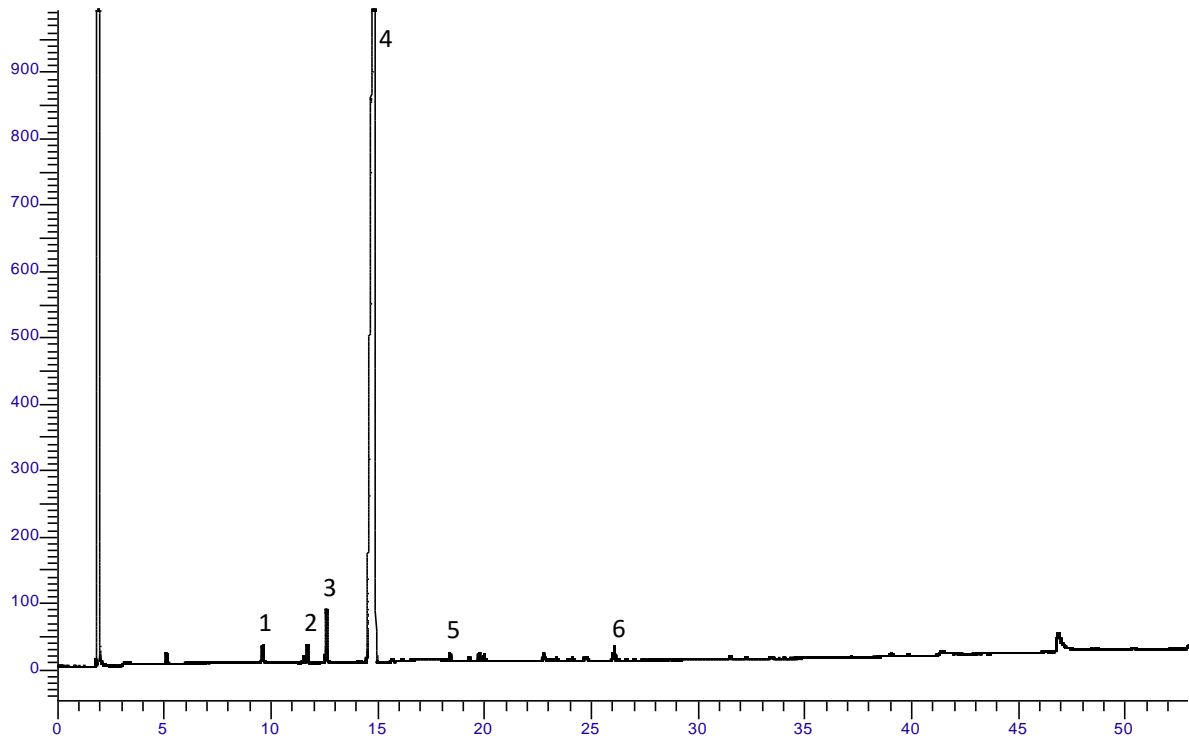
Examinar o perfil cromatográfico da *Solução amostra*. Os picos característicos no cromatograma obtido com a *Solução amostra* deverão ter tempos de retenção similares àqueles obtidos com o cromatograma da *Solução referência* ou a identificação confirmada com a cromatografia a gás acoplada a detector 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 *Citrus aurantium* L. subsp. *aurantium* por cromatografia à gás acoplada a detector por ionização de chama. 1-  $\alpha$ -pineno, 2-  $\beta$ -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.