

**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* [syn. *Citrus aurantium* L. subsp. *amara* (L.) Engler], contendo, no mínimo, 2,0% de naringina (C<sub>27</sub>H<sub>32</sub>O<sub>14</sub>, 580,54).

**PREPARAÇÃO**

O extrato fluido é preparado na proporção droga:solvente 1:1 (p/v), por percolação ou maceração, utilizando álcool etílico a 70% (v/v) 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 G<sub>60</sub>.

*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 álcool etílico.

*Solução referência:* preparar uma solução a 10 mg/mL de naringina em álcool metílico.

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

*Revelador (2):* solução de macrogol 400 a 5% em álcool metílico.

*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. Nebulizar a placa com difenilborato de aminoetanol SR (reagente natural A) e, a seguir, com solução de macrogol 400 a 5% em álcool metílico. Examinar sob a luz ultravioleta em 365 nm após, no mínimo, duas horas.

*Resultados:* no esquema a seguir há as sequências de zonas obtidas com a *Solução referência* e a *Solução amostra*. Outras zonas podem, ocasionalmente, aparecerem.

<i>Parte superior da placa</i>	
Naringina: zona de fluorescência verde-escuro	Zona de fluorescência verde-escuro
<i>Solução referência</i>	<i>Solução amostra</i>

## TESTES

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

**Álcool etílico (5.3.3.8.1).** 25% (v/v) a 40% (v/v).

**Álcool metílico e álcool isopropílico (5.4.2.2.1).** Cumpre o teste.

**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.

*Eluente (A)*: água e ácido fórmico (100:0,1).

*Eluente (B)*: álcool metílico.

<i>Tempo</i>	<i>Eluente (A) (%)</i>	<i>Eluente (B) (%)</i>	<i>Eluição</i>
--------------	------------------------	------------------------	----------------

(minutos)			
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 para 25 mL com uma mistura de álcool metílico e água (1:1). Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*Solução referência:* dissolver quantidade pesada, com exatidão, de naringina em solução de álcool metílico e água (1:1), de modo a obter solução com concentração de 0,250 mg/mL. Filtrar em unidade filtrante de 0,45 µm.

*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:

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

em que,

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

$C_r$  = concentração da *Solução referência* em g/mL, considerando a pureza da substância de referência;

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

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

$m$  = massa em gramas do extrato fluido utilizado, determinada a partir da densidade.

## EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

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