

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 (C₂₇H₃₂O₁₄, 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 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 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.