

A venda de suplementos alimentares contendo *p*-sinefrina tem aumentado exponencialmente desde a restrição de uso de produtos contendo efedrina pelo Food and Drug Administration (FDA) devido à associação desta com sérios efeitos adversos. A *p*-sinefrina é estruturalmente relacionada a neurotransmissores endógenos (epinefrina e norepinefrina) que estimulam o sistema nervoso central e também produz efeitos no metabolismo humano que podem ser utilizados para a redução do tecido adiposo em pessoas obesas. Este trabalho tem como objetivo otimizar a análise de *p*-sinefrina testando agentes derivatizantes, visando sua identificação e quantificação em amostras complexas. A análise química de *p*-sinefrina em produtos derivados de *Citrus aurantium* L. foi realizada por Extração em Fase Sólida (SPE) com derivatização com ciclohexanona e anidrido trifluoroacético e analisado por CG-EM. A ciclohexanona atua simultaneamente como derivatizante e como solvente para o derivado formado. O anel do derivado cíclico obtido (oxazolidina) confere rigidez à molécula aumentando a probabilidade de detecção do íon molecular e produzindo espectro com padrão de fragmentação característico. A derivatização com anidrido trifluoroacético produziu inicialmente uma mistura de derivados e, posteriormente, com ajuste de metodologia, derivado único e também característico, mostrando-se promissor. Os resultados obtidos demonstraram que o protocolo proposto para o clean-up por SPE mostrou-se adequado para a extração de aminas, não havendo perda de *p*-sinefrina durante a SPE. As derivatizações com ciclohexanona e anidrido trifluoroacético mostram-se eficientes, viabilizando a análise por CG.