Izolacija alkaloida iz prirodnih spojeva

Nikolić, Tatjana

Undergraduate thesis / Završni rad

2010

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **Josip Juraj Strossmayer University of Osijek, Department of Chemistry / Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku, Odjel za kemiju**

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:182:150250

Rights / Prava: In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: **2024-03-28**

Repository / Repozitorij:

Repository of the Department of Chemistry, Osijek







Sveučilište J. J. Strossmayera u Osijeku

Odjel za kemiju

Preddiplomski studij kemije

Tatjana Nikolić

Izolacija alkaloida iz prirodnih spojeva

Završni rad

Mentor: doc.dr.sc.Nela Malatesti

Osijek, 2010. godina

Sažetak

Od davnina pa sve do današnjih dana ljudi proučavaju alkaloide. Alkalodi su organski spojevi bazičnih svojstava koji sadrže dušikove atome. Različita svojstva alkaloida (topljivost, struktura) omogućavaju i njihovu izolaciju. U ovom radu se obrađuje izolacija i svojstva purinskih alkaloida kofeina, teobromina, te piperina. Primjenom standardnih metoda koje uključuju postupke ekstrakcije izolirani su navedeni alkaloidi iz kave, čaja, kakaa i papra.

Ključne riječi

alkaloidi, kofein, teobromin, piperin, izolacija

Abstract

From ancient times until the present day, alkaloids are being studied. Alkaloids are organic compounds containing nitrogen atoms. Different properties of alkaloids (solubility, structure) enable their separation. This final year project decribes the isolation and properties of purine alkaloids such as caffeine, theobromine, and also piperine. Applying the standard described methods the aforementioned alkaloids were isolated from coffee, tea, cocoa and pepper.

Key words

alkaloids, caffeine, theobromine, piperine, isolation

Sadržaj

UVOD 1
1. POVIJEST ALKALOIDA 2
2. SVOJSTVA I STRUKTURA ALKALOIDA 3
2.1. Primjeri i djelovanja nekih alkaloida 4
3. UPOTREBA ALKALOIDA 6
4. RASPROSTRANJENOST ALKALOIDNIH BILJKI NA PODRUČJU BIVŠE JUGOSLAVIJE . 7
5. PURINSKI ALKALOIDI 8
6. EKSPERIMENTALNI DIO 9
6.1. Izolacija kofeina (1,3,7-trimetilksantin) 10
6.1.1. Izolacija kofeina iz kave 11
6.1.2. Izolacija kofeina iz čaja (postupak A) 13
6.1.3. Izolacija kofeina iz čaja (postupak B) 14
6.2. Izolacija piperina iz papra 15
6.3. Izolacija teobromina iz kakaa 17
7. RASPRAVA 19
ZAKLJUČAK 20
POPIS LITERATURE 21
PRILOZI IV

UVOD

Više "običnih ljudi" zna da je kava alkaloid prije nego da je to organski spoj bazičnih svojstava koji sadrži dušik. Alkaloidi sa svojim različitim svojstvima omogućuju različitu podjelu. Ovaj rad se bazira na izolaciji "svakidašnjih" alkaloida. Procesom ekstrakcije su izolirani kofein iz kave i čaja, teobromin iz kakaa i piperin iz papra.

1. POVIJEST ALKALOIDA

Od davnina, stari narodi su koristili ekstrakte ljekovitog bilja kao sedative, sredstva protiv kašlja, protiv ugriza zmija, kod groznice i za liječenje raznih drugih bolesti [1]. Za razvitak kemije alkaloida zaslužni su francuski farmaceuti koji su krajem 18. i početkom 19. stoljeća, raznim otkrićima, postavili ‘’temelj’’ kemiji alkaloida, ali i kemiji ljekovitog bilja. U 18. i 19. stoljeću ostvarena su najvažnija otkrića ljekovitih sastojaka droga [2].

Naziv alkaloid uvodi farmaceut Carl Meissner 1819. g. u Njemačkoj, prema arapskom imenu biljke *al-qali*. Alkaloidi su prvotno definirani kao farmakološki aktivni, bazni spojevi biljnog podrijetla koji sadrže dušik. Nakon 200 i više godina istraživanja alkaloida dokazano je da prvotna definicija o alkaloidima nije adekvatna jer alkaloidi nisu isključivo biljni produkti. Alkaloidi su izolirani i iz brojnih životinjskih organizama. Primjer je žaba *Bufo marinus* koja u svojoj koži akumulira značajne količine morfina. Do danas je izolirano preko 2500 različitih spojeva koji čine grupu alkaloida [1].



Slika 1. Žaba *Bufo marinus* [1]

2. SVOJSTVA I STRUKTURA ALKALOIDA

U prirodi postoji veliki broj organskih spojeva bazičnih svojstava koji sadrže dušikove atome, a koje ubrajamo u alkaloide. Mogu biti biljnog ili životinjskog podrijetla. U prirodi uglavnom nastaju iz aminokiselina, ali mogu nastati i iz terpena ili steroida. Dolaze u velikom broju biljnih porodica: *Rutaceae, Ranunculaceae, Liliaceae, Solanaceae, Papaveraceae* [3]. Možemo ih podijeliti u nekoliko skupina: aminoalkaloidi (meskalin, kolhicin), piperidinski i piridinski (nikotin), tropanski (kokain), kinolizidinski, izokinolinski (alkaloidi opija), indolski, kinolinski, steroidni i purinski [8]. U biljkama najčešće dolaze u obliku soli vezani na kiseline (jabučnu, vinsku ili limunsku), a vrlo rijetko dolaze slobodni. U biljkama se može naći i do dvadesetak različitih alkaloida koji su obično kemijski srodni dok jedan uvijek prevladava [3]. Soli alkaloida su čvrste, topljive u vodi, a netopljive u organskim otapalima. Zbog toga se soli alkaloida ekstrahiraju vodom ili etanolom, a ako se prethodno prevedu u slobodne baze (alkalnim tretmanom osušenog biljnog materijala) ekstrahiraju se kloroformom ili eterom.

Alkaloidi su gorkog ili ljutog okusa. Čisti alkaloidi su bijeli, sitno kristalični prašci ili tekućine. Alkaloidi su netopivi u vodi, ali su topivi u organskim otapalima (npr. eter, kloroform, benzin) i anorganskim kiselinama [9]. Većina alkaloida su optički aktivni. Postoji kvalitativno i kvantitativno ispitivanje alkaloida. Reakcije za identifikaciju alkaloida su ili reakcije taloženja ili reakcije pri kojima se javlja karakteristična boja. Alkaloidi daju obojene reakcije s različitim reagensima i lakmus papirom pa se na temelju toga mogu i dokazati (npr. od nikotina poplavi crveni lakmus papir). Drugi način za identificiranje alkaloida je karakterističan apsorpcijski IR spektar koji pokazuju.

Sama struktura alkaloida je kompliciranа, pa zbog toga postoji znatan broj alkaloida čija struktura još uvijek nije razjašnjena. Osnovni izolacijski proces za izolaciju alkaloida iz biljaka je proces ekstrakcije, koji se provodi tretiranjem izdrobljene sirovine vodom u kiseloj ili lužnatoj sredini ili u organskim otapalima. Hlapljive baze, kao npr. nikotin, izoliraju se iz biljaka destilacijom s vodenom parom [2].

2.1. Primjeri i djelovanja nekih alkaloida

Neki od najčešćih alkaloida su nikotin, kofein, opijum, morfin, kokain, atropin, konin, kinin:

Nikotin – nalazi se u lišću duhana, a unosi se u organizam pušenjem ili rjeđe žvakanjem. Otrovniji je od kofeina. Smrtonosna doza nikotina za odraslu osobu je oko 50 mg (ako uđe u krvotok).

Kofein – nalazi se u kavi, čaju i kao dodatak u nekim bezalkoholnim pićima. Pobuđuje centralni živčani sustav, povećava stanje budnosti i djeluje na rad srca. Umjereno unošenje kofeina u organizam nema većih štetnih posljedica.

Opijum – je osušeni sok iz maka. Sadrži niz alkaloida, od kojih najviše ima morfina.

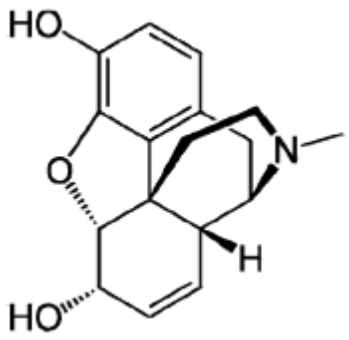
Morfin – prvi alkaloid koji je izoliran iz prirodnog materijala. Morfin se koristi u medicini kao sredstvo protiv bolova (analgetik), no koristi se u posebno teškim slučajevima bolova jer uzrokuje ovisnost.

Kokain – se nalazi u lišću južnoameričkog grmlja koke. Ranije se u medicini upotrebljavao kao lokalni anestetik. Danas je dokazano kako izaziva euforična, a zatim depresivna stanja te ovisnost [3].

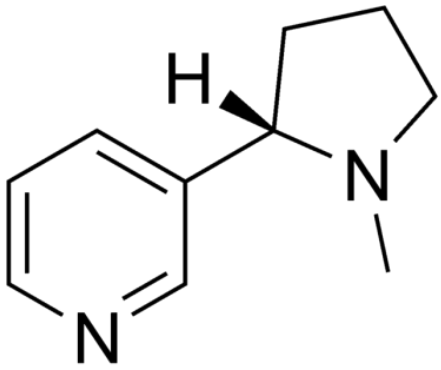
Atropin – se nalazi u velebinju i sjemenkama tatule. Danas se uglavnom dobija sintetskim putem. Upotrebljava se pri očnim pregledima za izazivanje širenja zjenica, kod bolova u trbuhu, za umirenje kašlja i protiv neuroza, smanjuje lučenje pljuvačke i znojnih žlijezda [2].

Konin – se nalazi u kukuti. Vrlo je otrovan jer izaziva paralizu respiratornih organa [8].

Kinin – upotrebljava se kao antimalarik [1].



Slika 2. Struktura morfina [1]



Slika 3. Struktura nikotina [12]

3. UPOTREBA ALKALOIDA

Posljednjih nekoliko godina upotreba alkaloida se smanjuje zbog sve veće pojave raznih vrsta antibiotika, sintetskih lijekova i vitamina. Upotreba im je smanjena, ali i dalje ih ubrajamo u vrlo važne prirodne lijekove koji se koriste u medicini. Alkaloidi se sve više koriste u farmaceutskoj industriji i sve manje u ljekarnama za izradu praškova, tinktura, ekstrakta i drugih galenskih preparata. Pri upotrebi alkaloida treba biti vrlo oprezan. Gotovo svi su manje ili više otrovni, ali nisu svi podjednako toksični. Imaju izražen farmakološki učinak pa se stoga koriste u medicinske svrhe, ali se, nažalost, vrlo često zloupotrebljavaju. U terapijskim dozama su korisni lijekovi, no u protivnom su veoma štetni i opasni jer i u malim količinama su jaki otrovi (na čovjeka djeluju u vrlo malim količinama, samo nekoliko miligrama). Postoje alkaloidi koji djeluju kao narkotici, hipnotici, sedativi ili analgetici te i u terapijskim dozama su štetni jer paraliziraju funkcije mozga i leđne moždine. Alkaloidi djeluju na jednu ili više funkcija organizma jer utječu na živčani sustav [2].

4. RASPROSTRANJENOST ALKALOIDNIH BILJKI NA PODRUČJU BIVŠE JUGOSLAVIJE



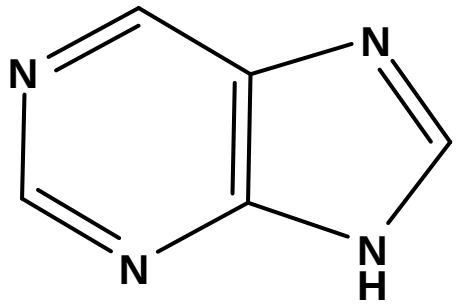
Slika 4. Prikaz alkaloidnih biljaka na području bivše Jugoslavije [4]

Poznato je da u Vojvodini postoji otrovna biljka kukuta. Životinje koje se najedu te biljke se otruju. Kukuta je služila i kao sudski otrov Atinjanima. Njom je otrovan slavni filozof Sokrat [4].

5. PURINSKI ALKALOIDI

Purinski alkaloidi sadrže kofein, teobromin i teofilin kao aktivne komponente. Ovi alkaloidi su vezani za taninske spojeve u obliku tanoida. Poseban značaj ove vrste alkaloida je ta što ih milijuni ljudi konzumira svakodnevno u obliku toplih ili hladnih napitaka, čokolade ili kolača. Purinske alkaloide sadrže sljedeće namirnice: kava, čaj, kola i kakao.

Svi purinski alkaloidi djeluju nadražujuće na živčani sustav i na srce, djeluju kao diuretici, antidiaroici i antidoti kod različitih vrsta trovanja. U slučaju trovanja kofein stimulira centralni živčani sustav, a tanini talože teške metale, alkaloide i druge otrove. U dozvoljenim količinama, purinski alkaloidi djeluju na uklanjanje psihičkog i fizičkog umora kao i na lakšu podnošljivost radnih obaveza. Ako dođe do predoziranja purinskim alkaloidima, dolazi do kroničnog trovanja. Simptomi kroničnog trovanja su drhtavica, nesanica, vrtoglavica i opća slabost organizma [3].



Slika 5. Struktura purina

6. EKSPERIMENTALNI DIO

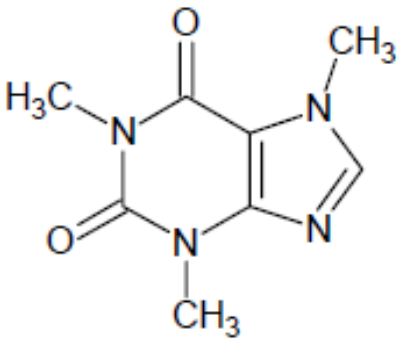
Eksperimentalni dio ovog završnog rada bavi se *purinskim alkaloidima*.

Kemikalije koje su korištene pri izolaciji alkaloida su:

Bezvodni natrijev sulfat, Na_2SO_4
Crni čaj (indijski)
Dietil-eter
Etanol (w=0,96)
Kakao
Kloroform
Magnezijev oksid
Metanol
Metilen-klorid (CH_2Cl_2)
Mljevena kava
Natrijeva lužina, NaOH (w= 0,05)
Natrijeva lužina, NaOH ($c= 6\ mol/dm^3$)
Natrijeva lužina, NaOH (w=0,1)
Natrijev karbonat, Na_2CO_3
Olovov acetate, $(CH_3COO)_2Pb$ (w=0,1)
Papar
Petroleter
Toluen

6.1. Izolacija kofeina (1,3,7-trimetilksantin)

Svojstva kofeina su: bijeli, sitni, igličasti kristali ili bijel, kristalan prašak, bez mirisa, gorka okusa. Lako je topljiv u kipućoj vodi i kloroformu, dosta teško se topi u vodi, a teško u etanolu. Otapa se u razrijeđenim mineralnim kiselinama. Kofein ubrajamo u alkaloide koje svakodnevno konzumiramo u obliku kave, čaja, kole i čokolade. Kofein je pronađen u 60-tak biljnih vrsta. Otkrio ga je liječnik Friedlieb Ferdinand Runge 1819. godine u suradnji sa 70 godina starijim književnikom, misliocem i znanstvenikom Johannom Wolfrangom von Goetheom. Njemački kemičar L. Medicus 1875. godine daje točan kemijski sastav kofeina. Znanstveno je dokazano da kofein djeluje kao stimulans (stimulira rad srca, pojačava brzinu i intenzitet disanja, te tako smanjuje osjećaj umora), diuretic i blagi laksativ. Također utječe na pojačano lučenje hormona gušterače i želučane kiseline, sprječava stvaranje bubrežnih kamenaca te se nalazi u sastavu nekih lijekova protiv migrene. Pretjerane količine kofeina mogu izazvati nesanicu, depresiju, nervozu, probavne smetnje, drhtavicu, suženje kapilara. Dnevno se ne bi smjelo unositi više od 400 – 450 mg kofeina. Smrtonosna količina kofeina u krvi iznosi 10 g (75 –100 šalica kave). Kod djece 100 mg/kg tjelesne mase predstavlja opasnost od trovanja. Previše kofeina uzrokuje poteškoće u rastu i može imati štetne posljedice za mozak i krv [3].



Slika 6. Struktura kofeina [11]

6.1.1. Izolacija kofeina iz kave

Literaturna fizikalna svojstva:

t_t = 235 - 238 ^oC,

sublimira pri 178 ^oC ,

IR (KBr): *v*(C=O) 1700, 1660 cm^{-1}; *v*(C=N) *v*(C=C) 1550 cm^{-1} [5],

Topljivost: vrlo dobro topljiv u kloroformu, pirimidinu i vrućoj vodi; slabo je topljiv u hladnoj vodi, u etanolu, acetonu, benzenu i octenoj kiselini; netopljiv je u dietil-eteru, ugljikovu disulfidu i tetraklormetanu [6].

Izvedba:

U tikvicu s okruglim dnom od 500 mL doda se 40 g mljevene kave i 150 mL vode. Smjesa se refluksira uz povratno vodeno hladilo 20 minuta uz zagrijavanje preko grijaće ploče. Nakon refluksije vruća smjesa se profiltrira preko Büchnerova lijevka preko grubog filtar-papira. Filtrat se koristi za daljnje istraživanje, a talog se baci. Filtrat kave se stavi u Erlenmayerovu tikvicu od 300 mL i doda se 25 mL vodene otopine olovnog diacetata (w=0,1) i uz povremeno miješanje smjesa se zagrijava 5 minuta pri čemu se stvara netopljivi talog. Vruća otopina se profiltrira preko Büchnerova lijevka na koji je stavljen filtar-papir i prekriven silikagelom. Potrebno je filtrirati preko silikagela jer soli koje nastaju su fine i želatinozne pa bi zatvorile pore filtar-papira. Talog se ispere s 20 mL vruće vode. Filtrat se hladi na ledu.

Ohlađeni filtrat se prebaci u lijevak za odjeljivanje od 300 mL i ekstrahira dva puta sa po 20 mL kloroforma uz lagano mućkanje. Ne smije se jako mućkati jer bi došlo do stvaranja emulzije. Skupljaju se donji slojevi (kloroformski ekstrakti) i izmućkaju se s 10 mL vodene otopine natrijeva hidroksida (w= 0,05). Nakon odjeljivanja slojeva kloroformski sloj se još dodatno mućka s 10 mL vode. Ispiranje s natrijevom lužinom služi za uklanjanje tragova preostalih kiselina (galna kiselina i klorogenska), a voda služi za ispiranje lužine. Lakmus papirom se provjeri neutralnost otopine. Nakon toga kloroformski sloj se u Erlenmayerovoj tikvici od 100 mL suši preko bezvodnog natrijevog sulfata. Nakon 10 minuta sušenja otopinu se profiltrira preko nabranog filtar papira u tikvicu s okruglim dnom. Kloroform se otpari na rotacijskom vakuum-otparivaču zagrijavanjem na vodenoj kupelji pri 40 - 50^o C. Sirovi kofein

se otopa u 2 mL toluena uz zagrijavanje na grijaćoj ploči, a zatim se doda petroleter do zamućenja. Kristali koji su nastali se odfiltriraju preko Hirschova lijevka [5].

Račun:

m (izoliranog uzorka) = 2 mg

$\eta = \frac{0{,}002\ g}{40\ g} * 100$ = 0,005 % kofeina u 40 g kave

-u odnosu na literaturno:

$\eta = \frac{2\ mg}{28\ mg} * 100$ = 7,14 %

6.1.2. Izolacija kofeina iz čaja (postupak A)

Izvedba:

U čaši se ugrije 20 mL vode i u kipuću vodu se stavi 4,8 g crnog čaja (tri vrećice). Nakon 1 minutu se izvade vrećice čaja i istisne se iz njih što je moguće više čaja. Mora se vrlo dobro iscijediti vrećice čaja jer kofein je vrlo dobro topljiv u vrućoj vodi i on prelazi u vodeni sloj. Ostatak većeg dijela tanina ostaje unutar vrećica. Otopinu se prenese u lijevak za odjeljivanje radi ekstrakcije kofeina. Ekstrakcija se vrši tri puta sa po 20 mL metilen klorida. Odvajaju se donji slojevi. Ekstrahirani kofein (oko 60 mL otopine) se ispere dva puta sa 20 mL hladne natrijeve lužine (c= 6 mol/dm^3) i jednom sa 20 mL hladne destilirane vode. Sloj metilen klorida se suši preko bezvodnog natrijeva sulfata. Otopinu se upari do suha na vodenoj kupelji, u digestoru (zbog metilen klorida). Dobije se bijeli talog [6].

Račun:

m (izoliranog uzorka) = 7 mg

$\eta = \frac{0{,}007\ g}{4{,}8\ g} * 100$ = 0,14 % kofeina u 4,8 g čaja

-u odnosu na literaturno:

$\eta = \frac{7\ mg}{28\ mg} * 100$ = 25 %

6.1.3. Izolacija kofeina iz čaja (postupak B)

Izvedba:

6 g čaja sa 4,5 g natrijeva karbonata i 60 mL vode se stavi u čašu i zagrijava na plameniku 20 minuta. Nakon toga se vruća otopina profiltrira preko Büchnerova lijevka. Filtrat se u lijevku za odjeljivanje ekstrahira dva puta sa 20 mL kloroforma. Skuplja se donji (kloroformski) sloj u Erlenmayerovu tikvicu preko nabranog filtar papira. Otopina se upari na rotacijskom vakuum-otparivaču zagrijavanjem na vodenoj kupelji. Dobiju se bijeli kristali [7].

Račun:

m (izoliranog uzorka) = 23 mg

$\eta = \frac{0{,}023\ g}{6\ g} * 100 = 0{,}38$ % kofeina u 6 g čaja

-u odnosu na literaturno:

$\eta = \frac{23\ mg}{28\ mg} * 100 = 82{,}14$ %

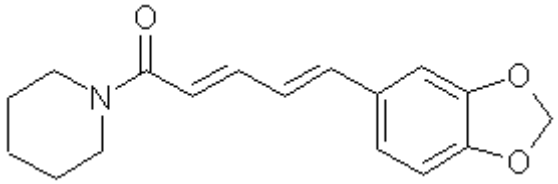
t_t = 229 ^oC

231 ^oC

IR (KBr): *v* (C=O) 1640 cm^{-1} široki pik, *v* (C=N) *v* (C=C) 1550 cm^{-1} jedan pik (vidi Prilog 1.spektar)

6.2. Izolacija piperina iz papra

Crni papar sadrži 5-9 % piperina. Piperin je alkaloid koji je odgovoran za okus i miris crnog i bijelog papra. Crni papar ima jači i oštriji okus od bijelog papra [13]. Za ljuti okus papra su odgovorni alkaloidi s piperidinskom jezgrom. Glavni sastojak crnog papra (*Piper nigrum*) se ubraja u porodicu *Piperaceae*. Domovina papra su Indija i Indonezija. Papar se koristi u tradicionalnoj medicini, kao insekticid i začin. Njegova primjena uključuje stimuliranje krvotoka i ublažavanje bolova u mišićima [10].



Slika 7. Struktura piperina [10]

Literaturna fizikalna svojstva:

Bezbojne monoklinske prizme,

t_t = 130 – 132,5 ^oC,

ρ = 1,193 g/cm^3,

Topljivost: u vodi 0,004 g pri 18^o C/ 100 cm^3, u etanolu 23 g pri 60^o C/ 100 cm^3,

IR (KBr): ν (C=O) 1634 cm^{-1} [1].

Izvedba:

U tikvicu s okruglim dnom od 500 mL stavi se 30 g mljevenog papra i 150 mL etanola (w=0,96). Smjesa se refluksira uz povratno vodeno hladilo 3 sata. Vruća smjesa se profiltrira preko Büchnerova lijevka preko grubog filtar papira. Filtrat se upari preko rotacijskog vakuum-uparivača zagrijavanjem na vodenoj kupelji. Ostatak kristala se prelije s 20 mL otopine natrijevog hidroksida (w=0,1) i ostavi se stajati 24 sata. Talog se odsiše preko sinter lijevka, te ispere otopinom natrijeva karbonata (w=0,1), a zatim vodom do neutralne reakcije i

na kraju s 5 mL dietil-etera. Nakon što su se kristali osušili u eksikatoru, napravi se prekristalizacija s etanolom (w=0,96) [5].

Račun:

m (prije prekristalizacije, izoliranog uzorka) = 1,31 g

m (poslije prekristalizacije, izoliranog uzorka) = 1,13 g

ŋ (prije prekristalizacije) = $\frac{1{,}31\ g}{30\ g}$ * 100 = 4,37 % piperina u 30 g papra

ŋ (poslije prekristalizacije) = $\frac{1{,}13\ g}{30\ g}$ * 100 = 3,77 % piperina u 30 g papra

-u odnosu na literaturno:

ŋ = $\frac{1{,}13\ g}{1{,}5\ g}$ * 100 = 75,33 %

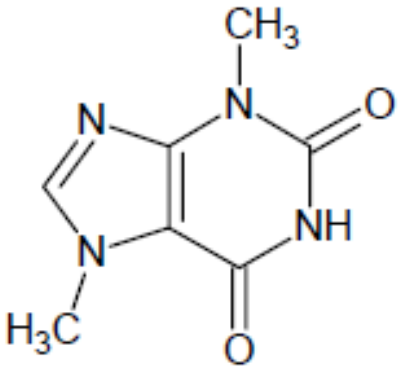
t_t (prije prekristalizacije) = 117^o C

t_t (poslije prekristalizacije) = $127\ ^o$ C

IR (KBr): *v* (C=O) 1600 cm^{-1} (vidi Prilog 2.spektar)

6.3. Izolacija teobromina iz kakaa

Teobromin je alkaloid i pripada molekulama poznatima kao metilksantini. U manjim količinama nalazi se u guarani i čaju. Koristi se kao stimulator bubrežne cirkulacije, eliminator štetnih materija putem urinarnog kanala i kao diuretik.



Slika 8. Struktura teobromina [11]

Literaturna fizikalna svojstva:

t_t = 290 - 295 ^oC

IR (KBr): *v* (C=O) 1700 cm^{-1}, *v* (C=N) 1550 cm^{-1} [14].

Izvedba:

U tikvicu u kojoj se nalazi 20 mL metanola i 40 mL vode, doda se 20 g kakaa i 6 g magnezijevog oksida. Zagrijava se na vodenoj kupelji 45 minuta, dok smjesa ne postane jednolična. Smjesa se prebaci u tikvicu s okruglim dnom i doda se 150 mL kloroforma. Smjesa se refluksira 30 minuta. Vruća smjesa se profiltrira preko Büchnerova lijevka, ispirući talog s 25 mL vrućeg kloroforma. Filtrat se upari na rotacijskom vakuum-uparivaču zagrijavanjem na vodenoj kupelji do približno 10 mL. U ohlađenu otopinu se doda 600 mL dietil-etera. Tikvica se začepi i ostavi stajati 24 sata. Otopina se profiltrira preko fino poroznog filtar papira [14].

Račun:

m (izoliranog uzorka) = 0,08 g

$\eta = \frac{0{,}08\ g}{20\ g} * 100$ = 0,4 % teobromina u 20 g kakaa

-u odnosu na literaturno:

$\eta = \frac{0{,}08\ g}{3{,}2\ g} * 100$ = 2,5 %

t_t = 287 ^oC

t_t = 293^oC

IR (KBr): *v* (C=O) 1700 cm^{-1} dva pika, *v* (C=N) 1550 cm^{-1} jedan pik (vidi Prilog 3. spektar).

7. RASPRAVA

Prilikom izolacije kofeina iz kave prethodno opisanim postupkom, dobivena je vrlo mala količina kofeina u odnosu na literaturno, 7,14 %. Izolacija kofeina iz čaja rađena je na dva načina. Prvim načinom dobiveno je 25 % u odnosu na literaturno, a drugim načinom dobivena je najveća količina kofeina 82,14%. Najviše izoliranog kofeina se dobije iz čaja koji se nalazi pakovan kao rinfuza, a ne u vrećicama. Postupci izolacije kofeina su slični. Prvo se kava ili čaj miješaju s vodom, a potom slijedi ekstrakcija. Kod drugog način izolacije kofeina iz čaja upotrebljava se kloroform, kao otapalo, a kofein je dobro topljiv u kloroformu. Izmjereno talište se razlikuje u 4 ^{o}C u odnosu na literaturno. Na snimljenom IR spektru za kofein uočava se jedan široki pik na 1640 cm^{-1} umjesto dva uska pika na 1700 i 1660 cm^{-1} kao kod literaturnog, te jedan pik na 1550 cm^{-1} što je isto kao kod literaturnog (vidi Prilog 1.spektar).

Izolacija piperina iz papra je postupak u kojem su dobivene najveće vrijednosti s obzirom na literaturno. Dobiveno je 75,33 % u odnosu na literaturno. Talište je prvotno iznosilo 117 ^{o}C, što je 13 ^{o}C razlike i ukazuje na nečistoće u izoliranom uzorku. Nakon prekristalizacije izmjereno je talište od 127 ^{o}C, što je za 3 ^{o}C manje od literaturnog. Dobiveni IR spektar za piperin ima pik na 1600 cm^{-1} kao i literaturni, što odgovara amidnoj karbonilnoj skupini koja je ujedno i dio konjugiranog sustava (vidi Prilog 2.spektar).

Kod izolacije teobromina iz kakaa dobiveno je 2,5 % teobromina u odnosu na literaturno. Talište je dobiveno kao i literaturno. IR spektar se razlikuje od literaturnog u tome što na 1700 cm^{-1} postoje dva pika, umjesto jednog (vidi Prilog 3.spektar).

ZAKLJUČAK

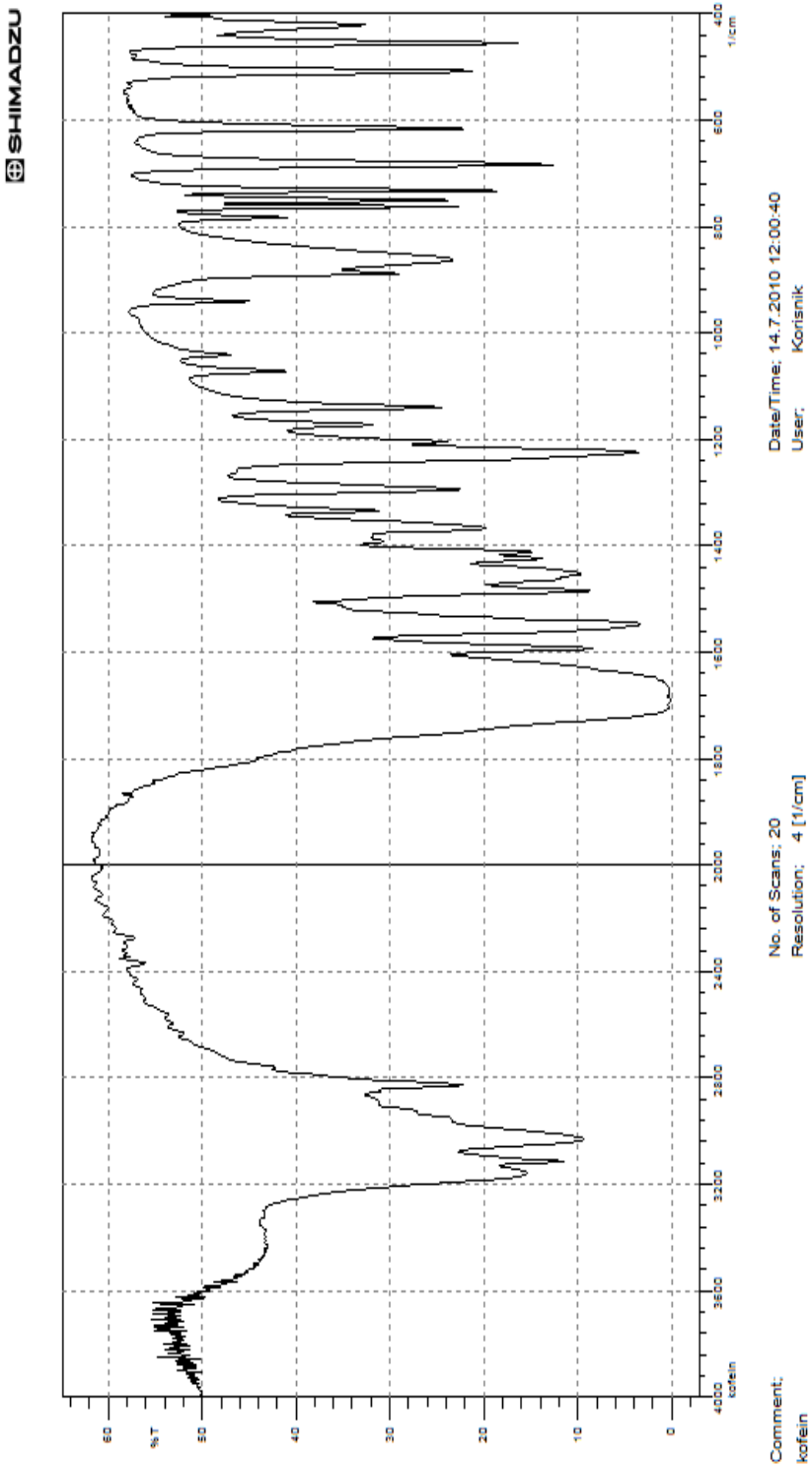
Alkaloidi su organski spojevi bazičnih svojstava koji sadrže dušikove atome. Ovaj rad se temelji na izolaciji alkaloida kofeina iz kave i čaja, teobromina iz kakaa i piperina iz papra. Postupak ekstrakcije je način kako su izolirani alkaloidi. Dobiveni izolirani uzorci su uspoređivani s literaturnim vrijednostima, uspoređujući tališta, IR spektre i računanjem iskorištenja.

POPIS LITERATURE

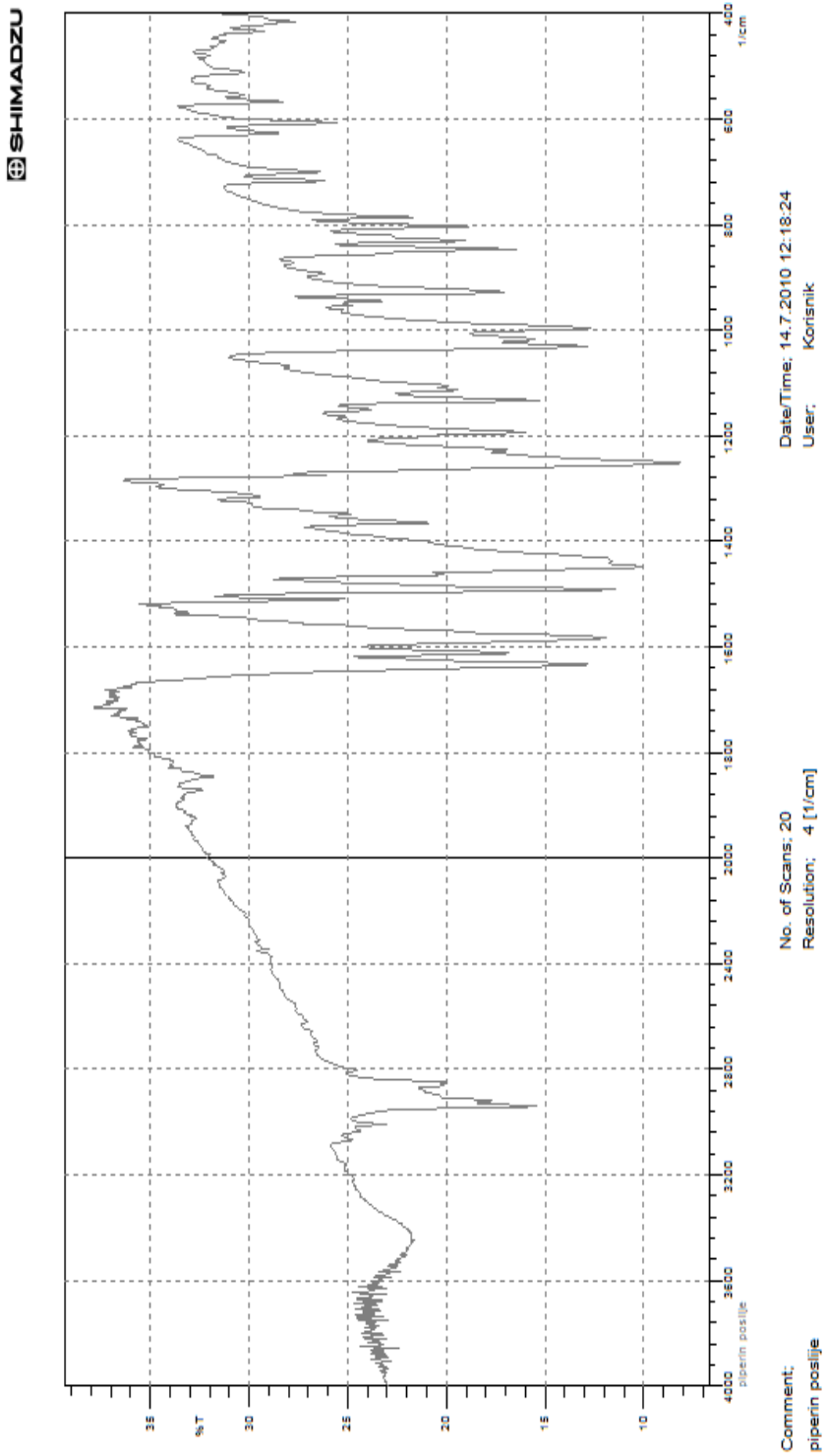
1. M. Maksimović, Alkaloidi, Prirodoslovno- matematički fakultet Sarajevo, 26.5.2010., dostupno na: http://www.pmf.unsa.ba/hemija/kohbh/predmeti/1-IV/hemija_prirodnih_produkata/HPP-6.pdf (Zadnji put pogledano 14.11.2010.)
2. D. Losić, Alkaloidi, dostupno na: http://www.znanje.org/i/i19/99iv03/99iv0317/99iv0317m/99iv0317m.htm (Zadnji put pogledano 15.11.2010.)
3. T. Ivančić i N. Perši, Kofein- najčešći prirodni alkaloid, Prehrambeno tehnološki fakultet, Osijek, 30.3.2005., dostupno na: http://www.ptfos.hr/joomla/zpt/metodika/download/seminarski/kofein.pdf (Zadnji put pogledano 15.11.2010.)
4. Članovi organizacije Vutra, Alkaloidne Biljke, dostupno na: http://vutra.org/alkaloidi.php (Zadnji put pogledano 15.11.2010.)
5. V. Rapić, *Postupci priprave i izolacije organskih spojeva*, Školska knjiga, Zagreb, 1994
6. M. Dukši i N. Magdalenić, Izolacija kofeina iz čaja, E-škola, Listopad 1998., dostupno na: http://eskola.chem.pmf.hr/projekti/projekt002.php3 (Zadnji put pogledano 15.11.2010.)
7. A. Rult, *Techniques and Experiments for Organic Chemistry*, Allyn and Bacon, Inc., Boston 1979, str. 247
8. S. Vladimir-Knežević, Alkalodi, Farmaceutsko- biokemijski fakultet Zagreb, 7.3.2008., dostupna na: http://www.google.hr/url?sa=t&source=web&cd=1&ved=0CBQQFjAA&url=http%3A%2F%2Fwww.pharma.unizg.hr%2Fdownload.aspx%3Ffile%3D%2FUpload%2Fsec_003%2Fins_011%2FP12%2520Alkaloidi.pdf&rct=j&q=P12%20Alkaloidi&ei=NlXgTK-6D8_DswbMq82QDA&usg=AFQjCNGUsT1mIAORHv64FQJ_664qSTceQg&cad=rja (Zadnji put pogledano 14.11.2010.)
9. Nepoznat autor, Alkaloid, Wikipedija, 24.9.2010., dostupna na: http://hr.wikipedia.org/wiki/Alkaloid (Zadnji put pogledano 13.11.2010.)

10. T.Kovačić, A. Kučak, B. Pevalek-Kozlina, Izolacija piperina iz papra, Prirodoslovno-matematički fakultet Zagreb, dostupno na: http://www.biol.pmf.hr/e-skola/radovi/piperin/Piperin.htm (Zadnji put pogledano 15.11.2010.)
11. M. Maksimović i E. Sofić, Izolacija kofeina iz čaja, Prirodoslovno-matematički fakultet Sarajevo, 7.7.2010., dostupna na: http://www.pmf.unsa.ba/hemija/kohbh/predmeti/1-IV/hemija_prirodnih_produkata/Izolacija%20kofeina%20iz%20caja.pdf (Zadnji put pogledano 16.11.2010.)
12. Nepoznati autor, Nicotine 2D skeletal, Wikipedija, 13.1.2008., dostupno na: http://bs.wikipedia.org/w/index.php?title=Datoteka:Nicotine-2D-skeletal.png&filetimestamp=20080113034608 (Zadnji put pogledano 16.11.2010.)
13. M. Jašić, Alkaloidi, Tehnološki fakultet Tuzla, 27.6.2009. dostupno na: http://www.tehnologijahrane.com/hemija-hrane/biohemija-hrane-hemija-hrane/alkaloidi (Zadnji put pogledano 16.11.2010.)
14. L.M. Harwood, C.J. Moody and J.M. Percy: *Experimental organic chemistry, Standard and microscale*, 2nd Edition, Blackwell Science, UK, 1999.
15. S. H. Pine, *Organska kemija*, Školska knjiga, Zagreb, 1994.

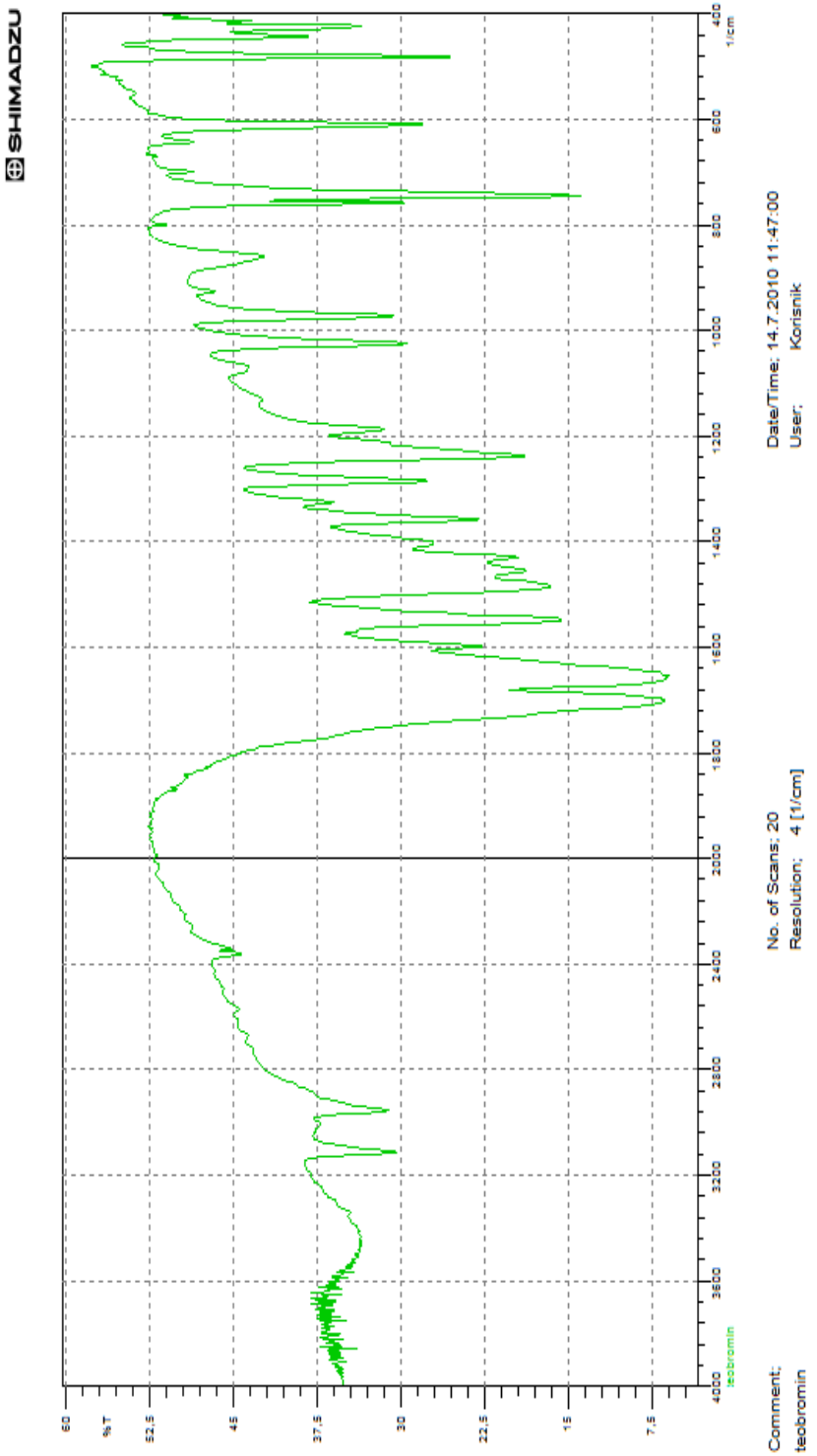
PRILOZI



1. Dobiveni spektar kofeina



2. Dobiveni spektar piperina



3. Dobiveni spektar teobromina