

SADRŽAJ VITAMINA C U EKSTRAKTIMA ŠIPURKA

Danijela Stojković¹, Verica Jevtić², Maja Đukić², Đorđe Petrović²,
Sandra Jovičić Milić², Marijana Kasalović²

Izvod: Šipurak je bogat vitaminom C. Takođe sadrži i provitamin A, vitamine iz B grupe, vitamin K, kao i veliki broj minerala. Šipurak se najčešće koristi za proizvodnju džemova i mermelada. Može se koristiti i za proizvodnju napitaka jer svojim specifičnim ukusom i mirisom značajno doprinosi izgledu i ukusu sokova. Čaj je najpoznatiji način korišćenja ploda šipurka. Zbog visokog sadržaja vitamina C i pektina može se koristiti za konzerviranje namirnica u kulinarstvu i za pripremu zimnice. Od šipurka se može praviti i lekovito vino.

U ovom radu ispitivani su ekstrakti plodova biljke Šipurak (*Rosa canina*), dobijenih različitim metodama ekstrakcije. Određivan je sadržaj ekstahovanih materija, kao i sadržaj vitamina C sa ciljem da se utvrdi koja će metoda dati najbolje prinose ekstakata.

Ključne reči: infuz, maceracija, ultrazvučna ekstrakcija, ekstrakcija po Soxletu

Uvod

Šipurak je vrlo prilagodljiva biljka i uspeva gotovo svuda u nizijskim i planinskim područjima u vlažnim ili sušnim krajevima, pored reka, na planinama. Često su plodovi koje daje nedovoljno iskorišćeni i pored svih svojih zdravstvenih i nutritivnih prednosti (Sarić, 1989).

Plodovi divlje ruže koristili su se u narodnoj medicini jos u starom veku. Saznanja o značaju šipurka u lečenju i ishrani nisu nova, već, naprotiv poznata su još iz vremena starih Grka i Rimljana. Prve zapise o značaju divlje ruže - šipurka (*Rosa canina*) ostavili su nam stari Grci. Grčki lekar Galen je u svojim spisima ostavio različita iskustva o lečenju plodom divlje ruže. Rimljani su takođe cenili šipurak pa su ga koristili i u ishrani i u lečenju. Verovanje da se šipurkom može izlečiti besnilo iznedrilo je nov naziv za šipurak. Pasja ruža kako su ga zvali u to vreme upravo potiče iz verovanja da se njime može izlečiti besnilo (<https://bs.wikipedia.org/wik/šipak>).

Obzirom da je vitamin C izuzetan antioksidans, šipurak se može koristiti za lečenje mnogih infekcija, prehlade i gripa. Takođe se može koristiti i preventivno, jer na taj način značajno podiže otpornost organizma. Pored vitamina C, sadrži i provitamin A, vitamine iz B grupe, vitamin K. Sadrži pektin u velikim količinama,

¹Univerzitet u Kragujevcu, Institut za informacione tehnologije, Jovana Cvijića bb, Kragujevac, Srbija (danijela.stojkovic@kg.ac.rs);

²Univerzitet u Kragujevcu, Prirodno-matematički fakultet, Radoja Domanovića 12, Kragujevac, Srbija

zatim tanine, karoten flavonoide, limunsku i jabučnu kiselinu, veliki broj minerala. Bogat je gvožđem, kalijumom, fosforom, natrijumom, sumporom i magnezijumom. Ulje šipurka se takođe koristi u narodnoj medicini, bogato je vitaminom E, pa se koristi u kozmetologiji i farmaciji za proizvodnju krema za lice, za negu kože i kose (<https://www.zdravisimo.com>).

Materijal i metode rada

Za ispitivanje su korišćeni zreli plodovi šipurka, koji su ubrani na području Šumarica (Kragujevac, Srbija). Uzorci su ubrani u prvoj polovini oktobra i kao sveži su korišćeni za eksperimentalni deo.

U okviru ekperimentalnog dela urađene su četiri različite metode ekstrakcije iz plodova biljke šipurak. Korišćene metode ekstrakcije su:

- Maceracija – 10 g zrelih plodova šipurka (sa semenkama) je iseckano i preliveno sa 200 mL 96,4 % etanola i ostavljeno na sobnoj temperaturi u zatvorenom erlenmajeru zaštićenom od svetlosti. Maceracija se vrši pet dana uz svakodnevno mešanje. Nakon pet dana vrši se ceđenje, rastvarač se uparava na vodenom kupatilu na temperaturi od 60 °C, a dobijeni ekstrakt se suši na temperaturi do 50 °C do konstantne mase (Lepojević, 2000).

- Ekstrkcija po Soxletu - 10 g zrelih plodova šipurka (sa semenkama) je iseckano i stavljeno u čauru (hilznu). Čaura sa uzorkom je ubačena u središnji deo ekstraktora koji je spojen sa balonom i kondenzatorom. Balon je prethodno sušen i izmeren. Pomoću levka se kroz kondenzator dodaje onoliko rastvarača (96,4 % etanol) da se ekstraktor napuni i prelije u balon, pazeći da ukupna količina rastvarača ne zauzima više od $\frac{3}{4}$ zapremine balona. Aparatura je postavljena na rešo i rastvarač se postepeno zagreva u balonu tako da se kondenzovane kapljice rastvarača koje padaju na hilznu mogu brojati. Ekstrakcija je vršena na temperaturi ključanja rastvarača u trajanju od 6 h. Nakon završene ekstrakcije, rastvarač se uparava na vodenom kupatilu na temperaturi do 60 °C, a potom se ekstrakt suši u sušnici na 50 °C do konstantne mase (Lepojević, 2000).

- Ultrazvučna ekstrakcija – izvedena je u ultrazvučnom vodenom kupatilu (Fungilab UE06SFD) pri frekfenciji od 40 Hz i snazi ultrazvuka 216 W. 10 g uzorka (sa semenkama) je iseckano i preliveno sa 200 mL 96,4 % etanola. Vreme trajanja ekstrakcije je bilo 45 minuta. Nakon završene ekstrakcije vrši se ceđenje, rastvarač se uparava na vodenom kupatilu na temperaturi od 60 °C, a dobijeni ekstrakt se suši na temperaturi do 50 °C do konstantne mase (Damjanović, 2007).

- Infuz ekstrakcija – 10 g zrelih plodova šipurka (sa semenkama) je iseckano i preliveno sa 200 mL tople vode (temperatura vode je bila 57 °C) i pokriveno ostavljeno da stoji na sobnoj temperaturu 1,5 h. Dobijeni infuz je profiltriran i infuz je dalje uparavan na vodenom kuupatilu na 50 °C do konstantne mase (Sarić, 1989).

Na sastav i prinos ekstrakta, kao i na brzinu ekstrakcije utiče više faktora i to su: polazni biljni materijal, rastvarač za ekstrakciju, način dobijanja ekstrakta i aparatura koja se koristi.

Za kvantitativno određivanje vitamina C korišćene su metoda po Tilmansu (Aćamović-Đoković i Cvijović, 2009) i metoda titracije joda (Skoog i sar., 1999; Mihajlović, 2009).

Metoda po Tilmansu (Tillmans) se zasniva na oksidometrijskoj titraciji tokom koje se L-askorbinska kiselina oksiduje u dehidroaskorbinsku, uz istovremenu redukciju primenjenog reagensa.

Titracija sa 2,6-dihlorfenolindofenolom tj. Tilmansovim reagensom (TR) se izvodi u kiseloj sredini pri pH 4–6. Oksidovani oblik rastvora TR (koji ima i ulogu indikatora) ima tamno plavu boju (pri pH 5,2), dok u prisustvu askorbinske kiseline TR prelazi u svoj redukovani, leuko oblik. Na pH 4,2 TR ima crvenu boju (kisela sredina) pa kada je sva količina L-askorbinske kiseline oksidovana, prva sledeća kap TR boji ispitivani rastvor ružičasto jer je reakciona sredina još kisela. Za ekstrakciju askorbinske kiseline iz ekstrakta biljke koristi se 10 % sirćetna kiselina ili 5 % metafosforna kiselina ili njihova smeša. Ove kiseline vrše taloženje proteina i istovremeno usporavaju reakciju drugih redukujućih supstanci sa Tilmansovim reagensom; takođe, održavaju sredinu kiselom.

Izračunavanje titra

Ako je za titraciju standardnog uzorka $C_6H_8O_6$ (2 mg) utrošeno 16 cm^3 TR, a za slepu probu $0,1 \text{ cm}^3$, onda se titar računa po sledećoj proporciji:

$$(16 - 0,1) : 1 = 2 : x,$$

gde je x (titar) = $0,125 \text{ mg}$ askorbinske kiseline / 1 cm^3 TR.

Priprema uzorka

100 cm^3 uzorka pomeša se sa jednakom zapreminom (100 cm^3) rastvora smeše HPO_3 i glacijalne CH_3COOH . Smeša se filtrira preko nabranog filter papira pri čemu se prvih 5 – 10 cm^3 filtrata odbaci, a od ostatka uzme alikvotni deo (10 cm^3) za dalja određivanja.

Postupak određivanja askorbinske kiseline u uzorku

U tri erlenmajera se pipetom prenese 10 cm^3 filtrata uzorka i zatim vrši titracija rastvorom TR do slabo ružičaste boje postojane oko 5 sekundi. Uporedo se vrši titracija slepe probe rastvorom TR do pojave ružičaste boje istog intenziteta.

Slepa proba

U tri erlenmajera uzme se isto toliko vode, koliko ima soka u analiziranom uzorku i još toliko vode koliko je utrošeno TR za titraciju ispitivanog uzorka i

potom doda 5 cm³ smeše HPO₃ i glacijalne CH₃COOH. Slepa proba treba po boji, kiselosti i ukupnoj zapremini da bude identična analizi ispitivanog uzorka. Utrošak TR za slepu probu je vrlo mali pa titraciju treba pažljivo obavljati. Srednja vrednost utroska Tilmansovog reagensa za slepu probu oduzme se od srednje vrednosti utroska Tilmansovog reagensa potrebnog za titraciju ispitivanog uzorka(V).

Izračunavanje

Sadržaj askorbinske kiseline (u mg/100 cm³ ekstrakta) = $((V - V_{sp}) \times T \times 100) / V_{al}$
 V – srednja vrednost zapremina rastvora TR utrošenih za titraciju ogleadne probe (cm³),

V_{sp} – srednja vrednost zapremina rastvora TR utrošenih za titraciju slepe probe (cm³),

c – titar rastvora TR (mg C₆H₈O₆ / 1 cm³ TR rastvora),

V_{al} – zapremina alikvotnog dela uzorka (cm³)

Još jedan od načina za određivanje količine vitamina C su redoks titracije. Redoks titracija je bolja od kiselinsko – bazne titracije jer postoje dodatne kiseline u soku, ali malo njih ometa oksidaciju askorbinske kiseline jodom. Jod je relativno nerastvoran, ali se to može poboljšati sjedinjavanjem joda sa jodidom da bi se formirao trijodid. Trijodid oksiduje vitamin C kako bi se formirala dehidroaskorbinska kiselina.

Sve dok je vitamin C prisutan u rastvoru, trijodid se vrlo brzo pretvara u jodidni jon. Međutim, kada se sav vitamin C oksiduje, prisutni su jod i trijodid, koji reaguju sa skrobom i formiraju plavo-crni kompleks. Plavo-crna boja je krajnja tačka. Indikator je 1% rastvor skroba.

Titraciono sredstvo je jodni rastvor. Rastvor se priprema tako što se rastvori 5,00 g KI i 0,268 g KIO₃ u 200 mL destilovane vode, potom se doda 30 mL 3M H₂SO₄ i rastvor razblaži destilovanom vodom do konačne zapremine od 500 mL.

Priprema standardnog rastvora:

0, 250 g askorbinske kiseline se rastvri u 250 mL destilovane vode zatim se odmeri 25 mL standardnog rastvora, doda 10 kapi indikatora (1% skrob) i titruje prethodno pripremljenim rastvorom joda. Titracija se ponavlja još dva puta. Rezultati treba se složiti u okviru 0,1 mL.

Titracija uzorka:

Odmeri se 25 mL, doda 10 kapi indikatora i titruje se prethodno pripremljenim rastvorom joda. Titracija se ponavlja još dva puta i uzima se srednja vrednost zapremine utošenog titracionog sredstva.

Izračunavanje titracije:

Ako je prosečno potrebno 10 mL jodnog rastvora da reaguje sa 0,250 g vitamina C, onda možemo da odmerimo sadržaj vitamina C u uzorku. Na primer: ako je za titraciju uzorka potrebno 7 mL titracionog sredstva, sadržaj vitamina C računamo na sledeći način:

10 mL jodnog rastvora : 0,250 g vit. C = 7 mL jodnog rastvora : X g Vit. C

X = 0,175 g vit C u tom uzorku.

Rezultati istraživanja i diskusija

Za dobijanje ekstrakata u svim metodama korišćena je ista masa uzorka (10 g). Maceracija je vršena na sobnoj temperaturi, kod Soxlet-ove ekstrakcije na temperaturi ključanja rastvarača, dok kod infuza i ultrazvučne ekstrakcije temperatura rastvarača je bila 57 °C. Na osnovu dobijenih rezultata možemo zaključiti da je za Šipurak najveći prinos dala ekstrakcija maceracijom.

Tabela 1. Procentni prinos ekstrakcija

Table 1. Yield extractions

Uzorak Sample	Infuz Infusion	Soxlet ekstrakcija Soxlet extraction	Ultrazvučna ekstrakcija Ultrasonic extraction	Maceracija Maceration
Plod Šipurka Rosehip	6,75	2,13	4,50	8,75

Tabela 2. Sadržaj vitamina C

Table 2. Content of vitamin C in extracts

Vrsta ekstrakata Type of extraction	Vitamin C, mg/100 g po Tilmansu of vitamin C according Tilmans	Vitamin C, mg/100 g titracijom sa jodom Content of vitamin C in extracts by titration with iodine
Maceracija Maceration	27,6	35,3
Soxlet ekstrakcija Soxlet extraction	13,7	16,2
Ultrazvučna ekstrakcija Ultrasonic extraction	19,3	23,4
Infuz Infusion	9,5	12,0

Najveći sadžaj vitamina C je u ekstraktu dobijenom maceracijom, sto je u korelaciji sa prinosom ekstrakcije.

Zaključak

Urađene su četiri različite metode ekstrakcije plodova Šipurka. Najveći prinos, kao i najveći sadržaj vitamina C dala je ekstrakcija maceracijom. Takođe, možemo zaključiti da je titracija jodom bolja metoda za određivanje sadržaja vitamina C jer je u svim ekstraktima dala bolje rezultate.

Literatura

<https://bs.wikipedia.org/wik/šipak>

<https://www.zdravisimo.com>

M. Sarić (1989). Lekovite biljke SR Srbije, SANU, Beograd.

Ž. Lepojević (2000). praktikum hemije i tehnologije farmaceutskih proizvoda, Tehnološki fakultet, Novi Sad.

Damjanović B. (2007). Ekstrakcija bioaktivnih komponenti, Metalurško-tehnološki fakultet, Podgorica.

Aćamović-Đoković G., Cvijović M. (2009). Praktikum iz Organske hemije, Agronomski fakultet, Čačak.

Douglas S. Skoog, Donald M. West, F. James Holler (1999). Osnove analitičke hemije, Školska knjiga, Zagreb

Randel Mihajlović (2009). Kvantitativna hemijska analiza – praktikum za vežbe, Univerzitet u Kragujevcu, Prirodno-matematički fakultet, Kragujevac

CONTENT OF VITAMIN C IN ROSEHIPS

*Danijela Stojković¹, Verica Jevtić², Maja Đukić², Đorđe Petrović²,
Sandra Jovičić Milić², Marijana Kasalović²*

Abstract

Rosehip is rich in vitamin C. It also contains provitamin A, B vitamins, vitamin K, as well as many minerals. Rosehip is most often used to produce jams and marmalades. It can also be used to produce drinks because its specific taste and aroma significantly contributes to the appearance and taste of juices. Tea is also the most famous way to use rosehips. Due to the high content of vitamin C and pectin, it can be used for canning food in cooking and for preparing winter food. Medicinal wine can also be made from rose hips.

In this paper, extracts of the plant Rosehip obtained by different extraction methods, were examined. The content of extracted substances was determined, as well as the content of vitamin C in order to determine which method will give the best yields of extracts.

Key words: infusion, macerate, ultrasonic extraction, Soxlet extraction

¹ University of Kragujevac, Institute for Information Technologies, Department of Science, Jovana Cvijića bb, 34000 Kragujevac, Republic of Serbia (danijela.stojkovic@kg.ac.rs)

² University of Kragujevac, Faculty of Science, Department of Chemistry, Radoja Domanovića 12, 34000 Kragujevac, Republic of Serbia