

Izolacija i identifikacija hlapljivih spojeva jasmina

Goreta, Ana

Undergraduate thesis / Završni rad

2024

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Split, Faculty of Chemistry and Technology / Sveučilište u Splitu, Kemijsko-tehnološki fakultet**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:167:509151>

Rights / Prava: [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2025-03-12**

Repository / Repozitorij:

[Repository of the Faculty of chemistry and technology - University of Split](#)



UNIVERSITY OF SPLIT



SVEUČILIŠTE U SPLITU
KEMIJSKO-TEHNOLOŠKI FAKULTET

IZOLACIJA I IDENTIFIKACIJA HLAPLJIVIH SPOJEVA
JASMINA

ZAVRŠNI RAD

ANA GORETA
Matični broj: 500

Split, rujan 2024.

SVEUČILIŠTE U SPLITU
KEMIJSKO-TEHNOLOŠKI FAKULTET
PRIJEDIPLOMSKI STUDIJ KEMIJE

IZOLACIJA I IDENTIFIKACIJA HLAPLJIVIH SPOJEVA
JASMINA

ZAVRŠNI RAD

ANA GORETA
Matični broj: 500

Split, rujan 2024.

**UNIVERSITY OF SPLIT
FACULTY OF CHEMISTRY AND TECHNOLOGY
UNDERGRADUATE STUDY OF CHEMISTRY**

**ISOLATION AND IDENTIFICATION OF VOLATILE
COMPOUNDS OF JASMINE**

BACHELOR THESIS

**ANA GORETA
Parent number: 500**

Split, September 2024.

TEMELJNA DOKUMENTACIJSKA KARTICA

ZAVRŠNI RAD

Sveučilište u Splitu
Kemijско-tehnološki fakultet
Prijediplomski studij Kemije

Znanstveno područje: Prirodne znanosti

Znanstveno polje: Kemija

Mentor: doc. dr. sc. Marina Zekić

IZOLACIJA I IDENTIFIKACIJA HLAPLJIVIH SPOJEVA JASMINA

Ana Goreta, 500

Sažetak:

U ovom završnom radu izolirani su i identificirani hlapljivi spojevi cvijeta jasmína kao i hlapljivi spojevi apsoluta i konkreta, mirisnih pripravaka dobivenih iz cvijeta jasmína. Izolacija hlapljivih spojeva izvršena je mikroekstrakcijom vršnih para na krutoj fazi (HS-SPME) korištenjem dva vlakna različitog sastava (sivog i rozog). Svi uzorci analizirani su vezanim sustavom plinska kromatografija-spektrometrija masa na HP-5MS koloni, a dobiveni rezultati su uspoređeni. U uzorcima cvijeta najzastupljeniji spoj je linalol a u uzorcima konkreta kavokol. U uzorcima apsoluta na sivom vlaknu je najzastupljeniji spoj linalol a na rozom vlaknu D-limonen.

Ključne riječi: jasmin, absolut, konkret, vršne pare

Rad sadrži: 34 stranice, 20 slika, 3 tablice, 17 literaturnih referenci

Jezik izvornika: Hrvatski

Sastav povjerenstva za ocjenu i obranu završnog rada:

- | | |
|--|-------------|
| 1. izv. prof. dr. sc. Zvonimir Marijanović | predsjednik |
| 2. pred. mag. chem. Tijana Stanić | član |
| 3. doc. dr. sc. Marina Zekić | mentor |

Datum obrane:

Rad je u tiskanom i elektroničkom (PDF) obliku pohranjen u Knjižnici Kemijско-tehnološkog fakulteta u Splitu, Ruđera Boškovića 35, u javnoj internetskoj bazi Sveučilišne knjižnice u Splitu te u javnoj internetskoj bazi završnih radova Nacionalne i sveučilišne knjižnice.

BASIC DOCUMENTATION CARD

BACHELOR THESIS

University of Split
Faculty of Chemistry and Technology
Undergraduate study of Chemistry

Scientific area: Natural sciences

Scientific field: Chemistry

Mentor: Marina Zekić, PhD, assistant professor

ISOLATION AND IDENTIFICATION OF VOLATILE COMPOUNDS OF JASMINE

Ana Goreta, 500

Abstract:

In this bachelor thesis, the volatile compounds of the jasmine flower were isolated and identified, as well as the volatile compounds of the concrete and absolute, fragrant preparations obtained from the jasmine flower. The isolation of volatile compounds was performed by solid phase microextraction (HS-SPME) using two fibres of different composition (grey and pink). All samples were analysed with a coupled gas chromatography-mass spectrometry system on a HP-5MS column, and the results were compared. In the flower samples the most abundant compound is linalool and in the concrete samples cavicol. In the absolute samples, the most abundant compound is linalool on the grey fibre and D-limonene on the pink fibre.

Keywords: jasmine, absolute, concrete, headspace

Thesis contains: 34 pages, 20 figures, 3 tables, 17 references

Original in: Croatian

Defence committee for evaluation and defense of bachelor thesis:

- | | |
|---|--------------|
| 1. Zvonimir Marijanović, PhD, Associate Prof. | chair person |
| 2. Tijana Stanić, mag. chem., Lecturer | member |
| 3. Marina Zekić, PhD, Assistant Prof. | supervisor |

Defence date:

Printed and electronic (pdf format) version of thesis is disposed in Library of Faculty of Chemistry and Technology Split, Ruđera Boškovića 35, in the public internet database of the University Library in Split and in the public internet database of theses of the National and University Library.

Završni rad je izrađen u Zavodu za organsku kemiju, Kemijsko-Tehnološkog fakulteta u Splitu, pod mentorstvom doc. dr. sc. Marine Zekić, u razdoblju od srpnja do rujna 2024. godine

Zahvaljujem svima koji su mi pomogli pri izradi ovog rada svojim savjetima, preporukama i konstruktivnim kritikama, a posebno mojoj mentorici doc. dr. sc. Marini Zekić.

Hvala svim kolegama i prijateljima koji su uvijek bili tu za mene, olakšali i maksimalno uljepšali ovaj studij.

Najveće hvala mojim roditeljima i mom Niki na ljubavi i beskrajnoj podršci tokom studija.

ZADATAK ZAVRŠNOG RADA

- Pripraviti mirisne pripravke, konkret i apsolut, od cvijeta zvjezdastog jasmina.
- Izolirati hlapljive spojeve cvijeta, konkreta i apsoluta zvjezdastog jasmina metodom mikroekstrakcije vršnih para na krutoj fazi (HS-SPME) korištenjem sivog i rozog vlakna te ih identificirati vezanim sustavom plinska kromatografija-spektrometrija masa (GC-MS).
- Usporediti dobivene rezultate.

SAŽETAK:

U ovom završnom radu izolirani su i identificirani hlapljivi spojevi cvijeta jasmina kao i hlapljivi spojevi apsoluta i konkretna, mirisnih pripravaka dobivenih iz cvijeta jasmina. Izolacija hlapljivih spojeva izvršena je mikroekstrakcijom vršnih para na krutoj fazi korištenjem dva vlakna različitog sastava (sivog i rozog). Svi uzorci analizirani su vezanim sustavom plinska kromatografija-spektrometrija masa na HP-5MS koloni, a dobiveni rezultati su uspoređeni. U uzorcima cvijeta najzastupljeniji spoj je linalol a u uzorcima konkretna kavokol. U uzorcima apsoluta na sivom vlaknu je najzastupljeniji spoj linalol a na rozom vlaknu D-limonen.

Ključne riječi: jasmin, absolut, konkret, vršne pare

ABSTRACT:

In this bachelor thesis, the volatile compounds of the jasmine flower were isolated and identified, as well as the volatile compounds of the concrete and absolute, fragrant preparations obtained from the jasmine flower. The isolation of volatile compounds was performed by solid phase microextraction (HS-SPME) using two fibres of different composition (grey and pink). All samples were analysed with a coupled gas chromatography-mass spectrometry system on a HP-5MS column, and the results were compared. In the flower samples the most abundant compound is linalool and in the concrete samples cavicol. In the absolute samples, the most abundant compound is linalool on the grey fibre and D-limonene on the pink fibre.

Keywords: jasmine, absolute, concrete, headspace

Sadržaj

UVOD.....	1
1. OPĆI DIO	2
1.1. Jasmin.....	2
1.1.1. Uzgoj.....	3
1.1.2. Etimologija.....	3
1.1.3. Upotreba.....	3
1.2. Parfemi	4
1.3. Izolacija prirodnih parfemskih sastojaka	4
1.3.1. Prešanje	4
1.3.2. Destilacija	5
1.3.3. Enfleurage	5
1.3.4. Ekstrakcija	5
1.4. Metode izolacije hlapljivih spojeva	6
1.4.1. Sorpcijske tehnike.....	6
1.4.2. Mikroekstrakcija vršnih para na krutoj fazi	7
1.5. Analiza hlapljivih spojeva.....	8
1.5.1. Vezani sustav plinska kromatografija - spektrometrija masa.....	10
2. EKSPERIMENTALNI DIO.....	11
2.1. Biljni materijal	11
2.2. Kemikalije i aparatura	11
2.3. Izolacija hlapljivih spojeva	12
2.3.1. Izolacija hlapljivih spojeva ekstrakcijom	12
2.3.2. Mikroekstrakcija vršnih para na krutoj fazi	14
2.4. GC/MS analiza hlapljivih spojeva	15
3. REZULTATI.....	17
4. RASPRAVA	27

4.1.	Vršne pare cvijeta jasmina	27
4.2.	Vršne pare konkretna jasmina	28
4.3.	Vršne pare apsoluta jasmina	29
5.	ZAKLJUČAK	32
6.	POPIS KRATICA I SIMBOLA	33
7.	LITERATURA	34

UVOD

Zvezdasti jasmin (*Trachelospermum jasminoides*) je srednje velik zimzeleni grm ili loza koja pripada porodici maslina (*Oleaceae*). Ima žilave i vijugave stabljike, koje mogu narasti čak 5 m u visinu, ukrašene sjajnim, ovalnim, tamnozelenim listovima dugim do 8 cm. U kasno proljeće, a povremeno i nakon toga, daje obilne grozdove mirisnih, zvezdastih, bijelih cvjetova, koji s godinama postaju kremasti. Najčešće se koristi dekorativno, kao loza penjačica za pokrivanje ograda radi privatnosti ili za stvaranje prirodnijeg izgleda betonskih zidova. Uspijeva na punom suncu ili polusjeni u plodnom, dobro dreniranom tlu.

Biljka vuče porijeklo iz središnje Azije, a iz Španjolske se proširila diljem Europe i svijeta. Iako postoji mnogo vrsta cvjetova jasmina, svima je zajedničko jedno - jedinstven i poseban miris koji pridobija na prvu. Međutim to nije jedina posebnost ove aromatične biljke. Dok je za većinu cvjetova karakteristično da se otvaraju pri izlasku sunca, jasmin čini upravo suprotno. Kad padne noć, njegovi se cvjetovi počinju otvarati, a kad sunce počne izlaziti, ponovno se zatvaraju.

Primjena jasmina je raznolika, između ostalog koristi se u prirodnoj medicini za smanjenje stresa, anksioznosti i drugih stanja povezanih s depresijom. Osim toga ističu se i njegova protuupalna, antivirusna i antiseptička svojstva. Od cvjetova se često izrađuje mirisni pripravak, apsolut. Čest je sastojak parfema zbog intenzivnog i ugodnog mirisa. Cvijet se također može koristiti za pripravu čaja.

Svrha ovog istraživanja bila je utvrditi profil mirisnih hlapljivih spojeva cvijeta jasmina kao i hlapljive profile apsoluta i konkretna, mirisnih pripravaka dobivenih iz cvijeta jasmina. Za izolaciju hlapljivih spojeva iz dobivenih uzoraka korištena je metoda mikroekstrakcije vršnih para na krutoj fazi (HS-SPME) upotrebom sivog i rozog vlakna. Dobiveni spojevi su identificirani vezanim sustavom plinska kromatografija – masena spektrometrija (GC/MS).

1. OPĆI DIO

Hlapljivi spojevi biljaka, nosioci njihovih mirisnih i aromatičnih svojstava, predstavljaju predmet intenzivnih istraživanja u suvremenoj kemiji. Ovi spojevi su glavne sastavnice eteričnih ulja dobivenih iz listova ili cvjetova biljaka. Osim u eteričnim uljima, smjese hlapljivih spojeva prisutne su i u mirisnim pripravcima poput konkreta, apsoluta i tinktura. Takve smjese su poznate kao izolati hlapljivih spojeva.

Izolacija ovih spojeva se provodi zbog njihove široke primjene u prirodnoj kozmetici, u parfemskoj i farmaceutskoj industriji, te drugim sličnim granama industrije.. Za izolaciju hlapljivih spojeva najviše se upotrebljavaju metode poput različitih vrsta destilacija i ekstrakcija te prešanje, dok se za njihovu identifikaciju koriste različite kromatografske tehnike.

1.1. Jasmin

Zvezdasti jasmin (slika 1) je cvjetna biljka koja pripada porodici maslina. Ima dugu, tanku i povijenu stabljiku koja može narasti do 5 metara. Listovi su mu nasuprotni, sastavljeni od 5-7 duguljastih listića s ušiljenim vrhom. Cvjetovi su bijeli, zvezdasti s intenzivnim i ugodnim mirisom. Cvjetanje traje od svibnja do rujna. U parfumeriji je njegov apsolut izuzetno cijenjen zbog karakterističnih cvjetnih mirisa. U aromaterapiji i prirodnoj holističkoj medicini, jasmin se smatra jednim od najefikasnijih sredstava za ublažavanje stresa, anksioznosti, živčane iscrpljenosti te različitih depresivnih i emocionalnih stanja. Također je poznat po svojim protuupalnim, antiseptičkim i antivirusnim svojstvima.¹



Slika 1. Zvezdasti jasmin (Trachelospermum jasminoides)

1.1.1. Uzgoj

Jasmin se uzgaja u dobro dreniranom tlu, na punom suncu ili u polusjeni, uz zaštitu od hladnih, suhih vjetrova. Ako se uzgaja u zatvorenom prostoru, treba biti posađen u zemljanu kompostnu smjesu, na svjetlom mjestu, ali izvan izravnog sunca. Tijekom vegetacijske sezone potrebno je redovito zalijevanje te upotreba tekućeg gnojiva, dok je zimi dovoljno umjereno zalijevanje. Iako može preživjeti u manje idealnim uvjetima, cvjeta samo kad su mu potrebe ispunjene. Može se uzgajati kao sobna biljka ili penjačica u toplijim krajevima.¹

1.1.2. Etimologija

Jasmin vuče porijeklo s područja Himalaja i Bliskog istoka. Vjeruje se da biljka potječe iz podnožja Himalaje, gdje je uspijevala u divljini. Njegovo ime, jasmin, potječe od perzijske riječi *yasmin*, što znači "dar od Boga". To je također izvor grčke riječi *iasmelaion*, što znači parfem. Na stranim jezicima, jasmin je poznat kao *common jasmine*, *poet's jasmine*, *white jasmine*, *jessamine* (engleski), *Echte Jasmin*, *Gewöhnliche Jasmin* (njemački), *jasmin blanc* (francuski), *jazmín oficial* (španjolski) i *pravi jasmin* (slovenski).¹

1.1.3. Upotreba

Od cvjetova jasmína proizvodi se apsolut, mirisni pripravak izuzetno ugodnog, bogatog mirisa. Ovaj miris je vrlo cijenjen i često se koristi u parfemima. U kućanstvu se cvijet može brati i koristiti za pripremu čaja.

Jasmin je jedinstveni mirisni dragulj s mnogo odlika koje parfumeri koriste u stvaranju mirisa. Obično se koristi kao središnja nota parfema, dodajući mu zaobljenost i punoću. Jasmin je ključan sastojak vrhunskih parfema, a nalazi se u velikim količinama u mirisima poput *Jardins de Bagatelle* i *Samsara* od *Guerlaina*. Tradicionalno se često kombinira s ružom, kao u parfemima *Liu* od *Guerlaina*, *N°5* od *Chanela*, *Joy originel* od *Patoua*, *24 Faubourg* od *Hermèsa*, *Alien* od *Muglera*, *Organza* od *Givenchyja*, *J'adore* od *Diora*, te *Jasmin Noir* od *Bulgarija*.

Primjeri drugih parfema koji sadrže jasmin uključuju: *Diorella* od *Diora*, *Mille* od *Patoua*, *First* od *Van Cleef & Arpels*, *Red Jasmine* od *Toma Forda*, *Black Jasmine* od *Bulgarija*, *Sambac Jasmine* od *Chloéa*, *Imperial Tea* od *By Kiliana*, *Cedar Sambac* od *Hermèsa*, *Gucci Bloom* od *Guccija* i *3 Flowers* od *Parfum d'Empire*.

Jasmin je također popularan u mirisnim svijećama, a talentirani parfumer može stvoriti svijeću koja ispunjava prostor mirisom svježeg buketa jasmina.

Osim u parfumeriji, jasmin inspirira i slastičare poput Pierrea Herméa i Laduréea, koji ga koriste u makaronima. Može se pronaći i u Nespresso kavi s cvjetnom Onirio varijantom.²

1.2.Parfemi

Parfem je koncentrirana alkoholna otopina mirisnih tvari koja se rabi zbog njena ugodna mirisa. Mirisne tvari mogu biti prirodnog porijekla iz biljaka i životinja ili sintetički proizvedene. Zbog složenosti izolacije nekih prirodnih spojeva oni se često sintetiziraju u laboratoriju. Eterična ulja, prirodne mirisne tvari parfema, dobivaju se destilacijom ili ekstrakcijom iz biljaka, cvijeća, voća, kore drveta, listova ili pak sjemenki. Sintetski mirisi, koji sadrže konzervanse poput parabena i sintetičkih mošusa, ekonomičniji su, ali mogu biti štetni po zdravlje, uključujući potencijalno kancerogene učinke i hormonalne poremećaje. Kemijski sastav i svojstva parfema ključni su za stvaranje visokokvalitetnog i sigurnog parfema.³

1.3. Izolacija prirodnih parfemskih sastojaka

Metode za izdvajanje mirisnih sastojaka iz prirodnih izvora mogu se svrstati u tri glavne kategorije: prešanje, destilacija i ekstrakcija pomoću otapala.

1.3.1. Prešanje

Prešanje je metoda kojom se dobivaju eterična ulja, a najčešće se koristi za citruse (naranča, bergamot, grejp, limun itd.). Poznato je i kao "hladno prešanje" jer ne zahtijeva toplinu, a tako dobiveno ulje naziva se prešano ulje. Ova metoda uključuje fizičko drobljenje žlijezda eteričnog ulja smještenih u kori ploda ili vanjskom voštanom sloju kore kako bi se oslobodilo ulje.

U prošlosti se prešanje radilo ručno. Nakon što bi se kora citrusa lagano zarezala, natapala bi se u toploj vodi kako bi postala mekša i lakša za cijedenje. Zatim bi se ručnim pritiskom izvuklo eterično ulje, koje bi se skupilo u posudu i ostavilo da odstoji kako bi se ulje odvojilo od vode ili soka.

Budući da je ručno prešanje izuzetno spor proces, s tim i nepraktičan, tijekom godina su dizajnirani i usavršeni brojni strojevi za prešanje.⁴

1.3.2. Destilacija

Destilacija parfemskih sastojaka iz prirodnih izvora može se vršiti suhom destilacijom, destilacijom vodenom parom ili hidrodifuzijom.

Suha destilacija koristi visoke temperature koje se postižu dovođenjem izravnog plamena koji zagrijava posudu sa biljnim materijalom. Najčešće se koristi za ulja koja imaju vrlo visoka vrelišta jer je potrebna vrlo visoka temperatura kako bi isparile njegove komponente.

U destilaciji vodenom parom, voda ili para se dodaju u posudu za destilaciju, gdje destiliraju zajedno s uljem, a ulje se odvaja od vode na temelju razlike u gustoći. Nusproizvod ove metode, hidrolat je vodeni produkt koji se izluči zajedno s uljem, obično se odbacuje ili se ponovno destilira. Prisutnost vode u posudi tijekom destilacije parom ograničava temperaturu procesa na 100 °C, što smanjuje razgradnju produkta u usporedbi sa suhom destilacijom. Ipak, može doći do određene razgradnje. Na primjer, tercijarni alkoholi iz biljaka često dehidriraju i destiliraju kao odgovarajući ugljikovodici.

Hidrodifuzija je novija tehnika koja je zapravo oblik parne destilacije, ali se razlikuje po tome što se para uvodi na vrhu posude, dok se voda i ulje skupljaju na dnu.⁴

1.3.3. Enfleurage

Enfleurage je drevna tehnika koju su koristili Egipćani za izdvajanje mirisnih tvari iz biljaka i izlučevina. Svježe latice ili cijeli cvjetovi se utisnu u sloj masti gdje ostaju danima ili tjednima, ovisno o vrsti, kako bi mirisne molekule ekstrahirale u mast. Nakon toga, mast se tali i filtrira kako bi se uklonile krute tvari, a kada se ohladi, formira se pomada. Iako pomada sadrži mirisne tvari, koncentracija tih tvari je niska, a mast se lako kvvari i nije praktična za upotrebu. Stoga enfleurage danas nema komercijalan značaj.⁴

1.3.4. Ekstrakcija

Zbog dugotrajnosti i potrebe za ručnim radom, enfleurage je s vremenom zamijenjen učinkovitijim tehnikama ekstrakcije koje koriste modernija ekstrakcijska sredstva umjesto neutralne masti. Danas se kao ekstrakcijsko sredstvo najčešće koristi n-heksan, dok se nekada korišteni benzen potpuno izbjegava zbog svojih kancerogenih svojstava.⁵

1.3.4.1. Koncret

Ekstrakcijom s n-heksanom iz biljnih materijala nastaju „konkreti“ a iz mirisnih smola i guma „rezinoidi“. Konkreti predstavljaju izrazito mirisne smjese spojeva, jako obojene i, na sobnoj temperaturi, viskozne (čak i krute), voskaste (smolaste) mase. Zbog toga konkreti zahtijevaju daljnju obradu koja se najčešće sastoji u otapanju (ekstrakciji) u apsolutnom etanolu ili destilaciji.

Osim mirisnih molekula, ovi proizvodi sadrže i druge spojeve topive u mastima, poput voskova. Nakon ekstrakcije, heksan zasićen mirisnim tvarima miješa se s etanolom, u kojem se izdvajaju mirisne molekule. Vosak koji ostaje nakon ekstrakcije često se odbacuje, ali sve više pronalazi upotrebu u kozmetičkoj industriji. Uklanjanjem n-heksana dobiva se voštana masa ugodnog mirisa koja se koristi u proizvodima poput balzama za usne, krema, sapuna i emulzijskih sustava.⁵

1.3.4.2. Apsolut

Otaparavljem etanola nastaje gusta mirisna tvar, poznata kao apsolut. Apsoluti su fini mirisni sastojci, čiji je miris najsličniji prirodnom mirisu polazne sirovine. To su tekući, blago obojeni ili potpuno bezbojni, mirisni sastojci. Apsoluti mogu zadržati određenu količinu etanola, ponekad i preko 20%.⁵

1.4. Metode izolacije hlapljivih spojeva

Hlapljivi spojevi su nepolarne molekule, djelomično ili potpuno netopljive u vodi. Metode izolacije hlapljivih spojeva iz biljnog materijala temeje se na navedenim fizičkim svojstvima.

1.4.1. Sorpcijske tehnike

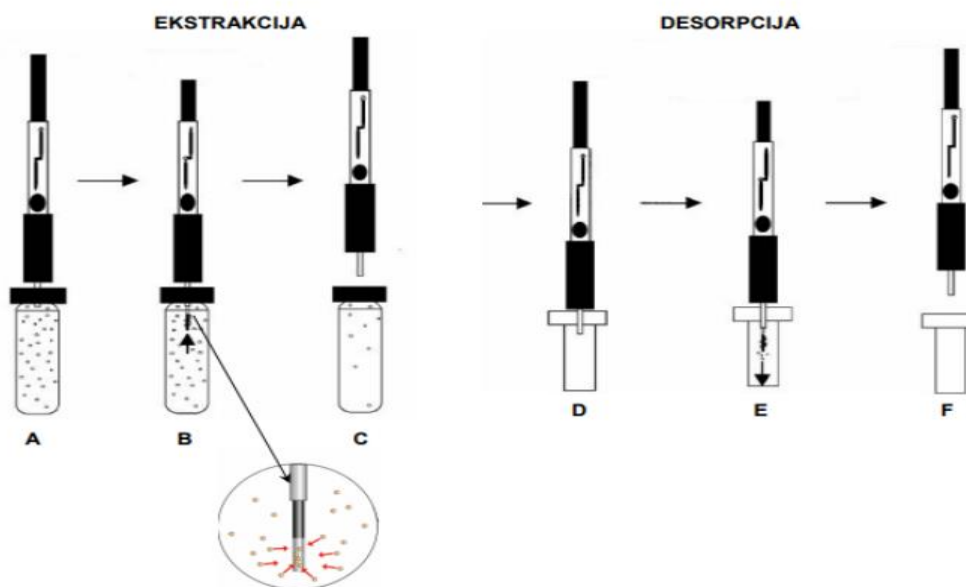
Sorpcijske tehnike omogućuju brzu ekstrakciju aromatičnih spojeva bez korištenja otapala. Ove metode funkcioniraju na principu raspodjele organskih spojeva između vodene ili parne faze i tankog sloja polimernog premaza. Sorpcijske metode uključuju mikroekstrakciju vršnih para na krutoj fazi te sorpcijsku ekstrakciju pomoću miješajućeg štapića.⁶

1.4.2. Mikroekstrakcija vršnih para na krutoj fazi

Mikroekstrakcija vršnih para na krutoj fazi (engl. *headspace solid phase microextraction*, HS-SPME) je najčešće primjenjivana metoda za izdvajanje mirisnih spojeva. Ova metoda za izolaciju hlapljivih spojeva iz uzorka upotrebljava silikonsko vlakno duljine 1-2 cm, obloženo polimernim slojem. Vlakno se nalazi u sastavu igle, koja je postavljena na SPME nosač. Vrsta vlakna određuje selektivnost ekstrakcije: nepolarna vlakna koriste se za nepolarne spojeve, dok se polarna koriste za polarne spojeve.

U SPME bočicu, tzv. vijalica, se unese uzorak, hermetički začepi septom i zagrijava. Hlapljivi spojevi se zagrijavanjem oslobađaju i nakupljaju u prostoru iznad uzorka, formirajući vršne pare. Nakon toga se vlakno uvodi u prostor iznad uzorka (tzv. „*headspace*“), te se na njemu adsorbiraju hlapljivi spojevi. Nakon određenog vremena vlakno se uvlači, a spojevi se desorbiraju izravnim umetanjem vlakna u injektor plinskog kromatografa. SPME vlakno se obnavlja (kondicionira) zagrijavanjem u injektoru plinskog kromatografa prema uputama proizvođača (slika 2).

Prednosti ove metode uključuju brzu i jednostavnu primjenu, te izostanak upotrebe otapala. Prikladna je za brzu usporedbu uzoraka i prepoznavanje nepoželjnih mirisa. Nedostatak je što aromatični profil prikupljenih hlapljivih spojeva može varirati ovisno o vrsti, debljini i duljini korištenog vlakna, kao i o temperaturi i trajanju uzorkovanja. Još jedan nedostatak je taj što određena vlakna imaju diskriminirajuće svojstvo prema polarnim spojevima što utječe na selektivnost ekstrakcije.⁶



Slika 2. Shematski prikaz mikroekstrakcije na krutoj fazi⁶

1.5. Analiza hlapljivih spojeva

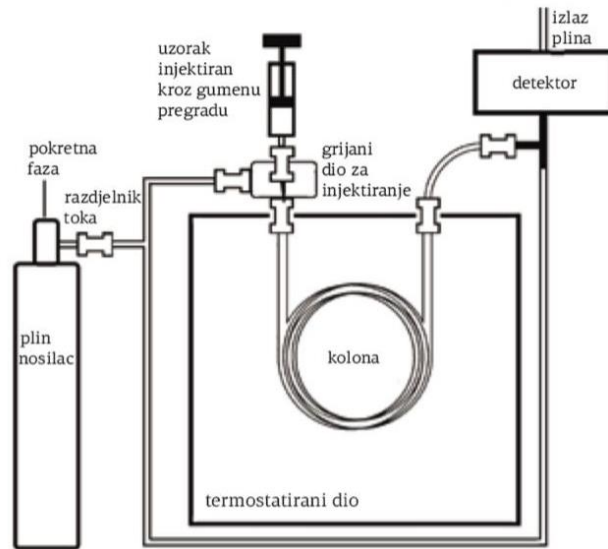
Najpogodnija metoda za analizu smjesa hlapljivih spojeva je plinska kromatografija. Ova tehnika omogućuje kvalitativnu analizu, koja uključuje identifikaciju pojedinačnih sastojaka smjese, kao i kvantitativnu analizu, kojom se određuje sadržaj odnosno udio svakog spoja u smjesi.

Plinska kromatografija

Plinska kromatografija (GC) najčešće je korištena tehnika za odjeljivanje hlapljivih spojeva. Plinski kromatograf (slika 3) sastoji se od nekoliko ključnih dijelova: plina nositelja, razdjelnika toka, injektora za uzorak, grijanog dijela za injektor, kolone, termostiranog dijela, detektora i izlaza za plin. Uzorci moraju biti u plinovitom stanju kako bi se mogli analizirati. Mobilna faza je inertan plin poput argona, helija ili dušika, dok stacionarna faza može biti tekuća ili čvrsta. Uzorci koji se analiziraju moraju biti stabilni na temperaturi kolone.

Odjeljivanje spojeva u plinskoj kromatografiji temelji se na raspodjeli komponenata između mobilne plinske faze i stacionarne faze koja može biti tekuća ili čvrsta. Svaka komponenta ima specifično retencijsko vrijeme (t_R), koje se mjeri od trenutka injektiranja uzorka do pojave maksimuma pika. Komponente koje se eluiraju sa kolone identificiraju se na detektoru, što omogućuje kvalitativnu i kvantitativnu analizu

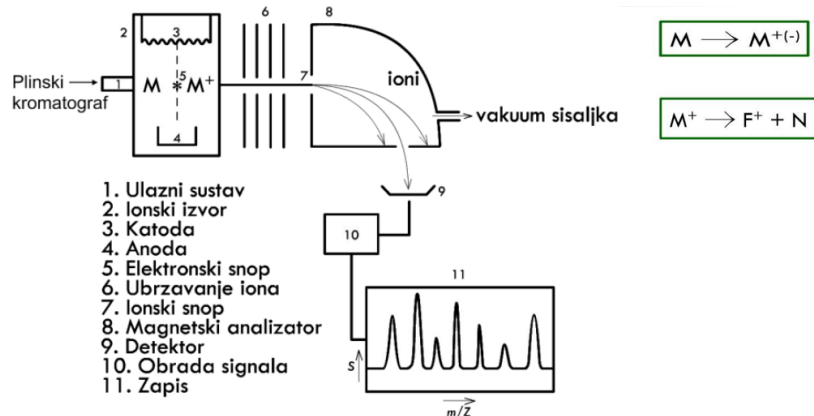
spojeva. Često se plinska kromatografija kombinira s spektrometrom masa kao detektorom za precizniju identifikaciju.⁷



Slika 3. Plinski kromatograf⁷

Spektrometrija masa

Spektrometrija masa (MS) je analitička tehnika kojom se molekule ioniziraju, a zatim se stvoreni ioni razdvajaju prema omjeru mase i naboja (slika 4). Ova metoda omogućuje strukturnu analizu i identifikaciju spojeva jer svaki spoj ima jedinstven maseni spektar. Glavne prednosti MS tehnike su njena visoka osjetljivost i preciznost. Identifikacija nepoznatih spojeva vrši se usporedbom dobivenog masenog spektra s bazama podataka koje sadrže spektre poznatih tvari.⁷

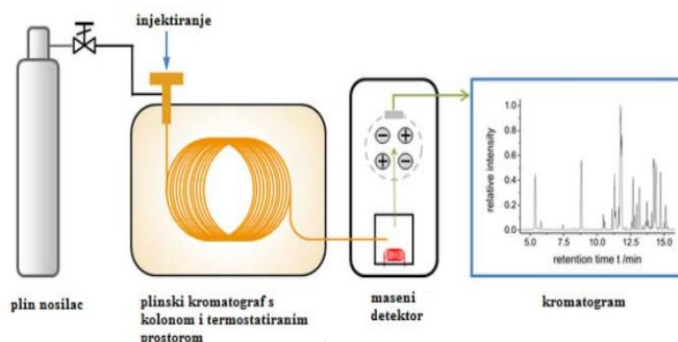


Slika 4. Shematski prikaz masenog spektrometra⁷

1.5.1. Vezani sustav plinska kromatografija - spektrometrija masa

Povezani sustav plinske kromatografije i spektrometrije masa (GC/MS) u kombinaciji s računalom predstavlja najmoćniju tehniku za identifikaciju sastojaka u smjesi hlapljivih spojeva (slika5). Ova metoda omogućuje dobivanje maksimalnih informacija uz minimalnu količinu uzorka. Plinska kromatografija i spektrometrija masa idealno se nadopunjuju. Spojevi odvojeni plinskom kromatografijom mogu se lako identificirati spektrometrom masa. Dok je plinska kromatografija izuzetno učinkovita za odvajanje i kvantifikaciju smjesa, ona nije uvijek pouzdana za kvalitativnu analizu. Za kvalitativnu analizu je iznimno pogodna spektrometrija masa, služeći kao osjetljiv detektor za plinski kromatograf.

Kombinacija ovih tehnika omogućuje postizanje vrlo visoke osjetljivosti, dostižući redove pikograma, pa čak i femtograma uzorka. Takva osjetljivost trenutno nije moguća nijednom drugom tehnikom, što ovu kombinaciju čini izuzetno važnom u istraživanju hlapljivih spojeva.⁸



Slika 5. Shematski prikaz GC-MS⁸

2. EKSPERIMENTALNI DIO

2.1. Biljni materijal

Zvezdasti jasmin (slika 6), korišten u ovom završnom radu, ubran je u Splitu krajem svibnja 2023. godine. Nakon branja, biljni materijal je čuvan u zamrzivaču. Prije izolacije hlapljivih spojeva biljni materijal je odmrznut i usitnjen nožem.



Slika 6. Zvezdasti jasmin

2.2. Kemikalije i aparatura

Pri izradi ovog završnog rada korištene su sljedeće kemikalije:

- apsolutni etanol ($\geq 99,8\%$), puriss, p.a., Sigma-Aldrich, Steinheim, Njemačka
- n-heksan p.a., Gram-mol, Zagreb, Hrvatska

Pri izradi ovog završnog rada korištene su sljedeće aparature:

- tehnička vaga Kern model 572, Njemačka
- aparatura za ekstrakciju po Soxhletu
- rotacijski vakuum uparivač, Heidolph, Njemačka
- aparatura za mikroekstrakciju vršnih para na čvrstoj fazi (HS-SPME), sa SPME vlaknima:
 - sivo vlakno s ovojnicom divinilbenzen/karboksen/poli(dimetil-siloksan) (DVB/CAR/PDMS), Supleco Co., SAD,

- rozo vlakno s ovojnicom poli(dimetil-siloksan)/divinilbenzen (PDMS/DVB), Supleco Co., SAD,
- magnetska miješalica, model MR Hei-Standard, s termostatom i temperaturnom probom, model EKT 3001, Heidolph, Njemačka
- vezani sustav plinska kromatografija – spektrometrija masa, Agilent Technologies, SAD: plinski kromatograf model 7820A i spektrometar masa model 5977E

2.3. Izolacija hlapljivih spojeva

U ovom završnom radu izolirani su i identificirani hlapljivi spojevi cvijeta jasmina kao i hlapljivi spojevi apsoluta i konkreta, mirisnih pripravaka dobivenih iz cvijeta jasmina. Konkret je pripravljen kontinuiranom ekstrakcijom cvijeta jasmina u aparaturi po Soxhletu pri čemu je kao otapalo korišten heksan. Dio tako dobivenog konkreta otopljen je u apsolutnom etanolu te je daljnom obradom iz njega dobiven apsolut.

Hlapljivi spojevi dobivenih uzoraka izolirani su mikroekstrakcijom vršnih para na čvrstoj fazi (HS-SPME) korištenjem sivog i rozog vlakna te identificirani vezanim sustavom plinska kromatografija-spektrometrija masa (GC-MS).

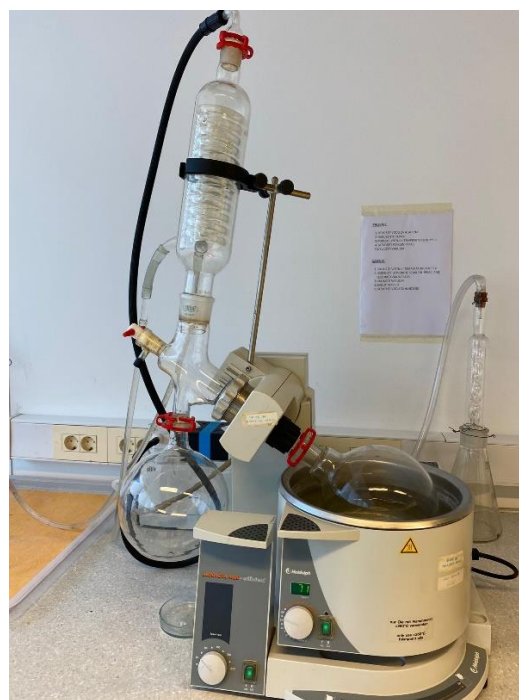
2.3.1. Izolacija hlapljivih spojeva ekstrakcijom

Uobičajena metoda izolacije hlapljivih spojeva iz biljnog materijala je destilacija, međutim ova metoda nije pogodna za sve biljne materijale. Na visokim temperaturama neki osjetljivi spojevi mogu se razgraditi, što destilaciju čini neprikladnom za biljne materijale koji sadrže male količine hlapljivih spojeva, komponente koje su topljive u vodi ili vrlo delikatne mirisne sastojke (osobito kod cvjetova). U takvim slučajevima, metode ekstrakcije, koje ne zahtijevaju visoke temperature, često su učinkovitiji pristup za očuvanje osjetljivih spojeva.⁹

Priprava konkreta

Ekstrakcija hlapljivih spojeva iz jasmina provedena je korištenjem aparature po Soxhletu (slika 7), koja omogućuje kontinuiranu ekstrakciju pri temperaturi vrelišta otapala. Aparatura se sastoji od okrugle tikvice, Soxhletovog ekstraktora, hladila po

Allihnu i grijaće kalote. Biljni materijal (30g) smješten je u tuljac, postavljen u središnji dio ekstraktora, dok je u tikvicu kao otapalo dodan heksan.



Slika 7. Aparatura za ekstrakciju po Soxhletu (lijevo) i rotacijski vakuum uparivač (desno)

Tijekom ekstrakcije otapalo u tikvici se zagrijava, isparava, njegove se pare uspinju do hladila gdje se kondenziraju i kapaju na biljni materijal, ekstrahirajući spojeve. Kada se središnji dio ekstraktora napuni, ekstrakt se bočnom cijevi automatski prelijeva u tikvicu. Važno je da količina otapala u tikvici na početku ekstrakcije bude dovoljna kako tikvica ne bi ostala bez otapala prilikom punjenja središnjeg dijela ekstraktora.

Proces ekstrakcije se ponavlja, a otapalo postaje sve bogatije ekstraktom, što se može vizualno pratiti po boji otopine koja postaje intenzivnija. Nakon otprilike tri sata ekstrakcija se prekida, aparatura se hladi i rastavlja. Iscrpljeni biljni materijal se odstranjuje a dobiveni ekstrakt iz tikvice pažljivo upari uz pomoć rotacijskog vakuum uparivača kako bi se uklonilo otapalo. Tako pripremljen uzorak naziva se konkret. Konkret je sastavljen od velikog broja spojeva (hlapljivih spojeva, voskova, lipida, karotenoida itd.) pa se najčešće podvrgava daljnjoj obradi kako bi se dobio čišći uzorak. U ovom radu jedan dio dobivenog konkreta podvrgnut je mikroekstrakciji vršnih para na krutoj fazi (HS-SPME) dok je drugi dio prvo obrađen ekstrakcijom pomoću apsolutnog etanola čime je dobiven uzorak apsoluta.

Priprava apsoluta

Apsolutni etanol, zagrijan na oko 50 °C, dodan je konkretnu u omjeru 1:10. Tako pripremljen etanolni ekstrakt ostavljen je preko noći u zamrzivaču na -18 do -20 °C. Nakon hlađenja ekstrakt je filtriran radi uklanjanja istaloženih visokomolekularnih tvari i koncentriran otparavanjem apsolutnog etanola pomoću rotacijskog vakuum uparivača. Dobiveni uzorak, apsolut, je podvrgnut mikroekstrakciji vršnih para na krutoj fazi.

2.3.2. Mikroekstrakcija vršnih para na krutoj fazi

Za mikroekstrakciju vršnih para korištena su dva vlakna različitih sastava (slika 8), sivo (divinilbenzen /carboxen /polidimetilsiloksan) i rozo (polidimetilsiloksan /divinilbenzen).

Prije početka ekstrakcije, vlakna su prema uputama proizvođača kondicionirana u injektoru plinskog kromatografa zagrijavanjem pri određenoj temperaturi i u određenom vremenskom periodu.



Slika 8. Sivo vlakno (lijevo) i rozo vlakno (desno)

Uzorak za mikroekstrakciju vršnih para na krutoj fazi (cvijet jasmina, konkret ili apsolut) unesen je u staklenu vijalicu zapremine 20 mL te hermetički zatvoren teflonskom septom (slika 9) Vijalica s uzorkom je smještena u vodenu kupelj zagrijanu na 40 °C, čija temperatura je održavana konstantnom uz pomoć magnetske miješalice s temperaturnom regulacijom. Tijekom 15 minutnog termostiranja hlapljivi spojevi iz uzorka, tzv. vršne pare, isparavaju u prazni prostor iznad uzorka, tzv. headspace prostor. U prazni prostor iznad uzorka uvodi se SPME igla s vlaknom na koje se adsorbiraju hlapljivi spojevi. Adsorpcija hlapljivih spojeva vršena je u trajanju od 40 minuta. Nakon završetka adsorpcije, SPME vlakno se vraća u iglu, izvlači iz vijalice s uzorkom i odmah postavlja u injektor plinskog kromatografa. Tamo se provodi toplinska desorpcija ekstrahiranih spojeva izravno u GC kolonu pri temperaturi od 250 °C tijekom 7 minuta.



Slika 9. Mikroekstrakcija vršnih para

2.4. GC/MS analiza hlapljivih spojeva

Analiza hlapljivih spojeva iz uzoraka provedena je pomoću plinske kromatografije vezane s masenom spektrometrijom (GC/MS), koristeći uređaje marke Agilent Technologies. Sustav se sastoji od plinskog kromatografa modela 7820A i masenog spektrometra 5977E, uz dodatak računala (slika 10).

Uzorci su analizirani na koloni s nepolarnom stacionarnom fazom (HP-5MS) od istog proizvođača, sastava 5 % difenila i 95 % dimetilpolisiloksana (dimenzije kolone: 30 m x 0,25 mm; debljina sloja 0,25 μm). Kao plin nositelj korišten je helij, pri protoku od 1 mL/min. Omjer cijepanja iznosio je 1:50, dok je temperatura injektora bila postavljena na 250 °C, a detektora na 280 °C, uz energiju ionizacije od 70 eV. Program temperature peći bio je sljedeći: početna temperatura od 70 °C održavana je 3,5 minute, zatim se podizala na 200 °C brzinom od 3 °C/min, uz održavanje temperature od 20 minuta na 200 °C.

Identifikacija spojeva temeljena je na usporedbi njihovih retencijskih vremena s retencijskim vremenima spojeva iz smjesa hlapljivih spojeva, prethodno analiziranih u Zavodu za organsku kemiju na Kemijsko-tehnološkom fakultetu u Splitu. Nadalje, maseni spektri su uspoređeni s onima iz komercijalnih baza podataka Wiley275 i NIST17.

Za svaki uzorak analiziran pomoću vezanog sustava GC/MS, zabilježeni su sljedeći rezultati:

- kromatogram ukupne ionske struje na kojem su prikazani svi detektirani spojevi u uzorku vidljivi kao pikovi na kromatogramu,
- retencijsko vrijeme odnosno vrijeme zadržavanja svakog pojedinog spoja,
- relativni udio pojedinog spoja, izražen u postotcima, što predstavlja udio površine pika u odnosu na ukupnu površinu kromatograma,
- naziv spoja ili spojeva, čiji maseni spektar najviše odgovara spektru nepoznatog spoja, s prikazom postotka sličnosti.⁹



Slika 10. Vezani sustav plinska kromatografija - spektrometrija masa

GC-MS se sastoji od dva glavna gradivna bloka: plinskoga kromatografa i masenoga spektrometra (slika 10.). Konfiguracija GC-MS sustava sastavljena je od tri glavne komponente: jedinice za ubrizgavanje uzorka, koja zagrijava tekući uzorak i isparava ga; kolone koja se koristi za odvajanje svakog spoja; i detektora koji otkriva spojeve i prikazuje njihove koncentracije kao električne signale. GC-MS se smatra "zlatnim standardom" za forenzičku identifikaciju tvari jer se koristi za provođenje 100 % specifičnog testa, međutim visoke temperature (300 ° C) koje se koriste u otvoru za ubrizgavanje GC-MS (i pećnici) mogu rezultirati toplinskom razgradnjom ubrizganih molekula, što rezultira mjerenjem produkata razgradnje umjesto stvarnih molekula od interesa.¹⁰

3. REZULTATI

Hlapljivi spojevi cvijeta zvjezdastog jasmina, kao i konkreta i apsoluta dobivenih iz njega, izolirani su pomoću mikroekstrakcije vršnih para na krutoj fazi, korištenjem sivog i rozog vlakna. Proces dobivanja konkreta i apsoluta detaljno je opisan u poglavlju 2.3.1. Svi uzorci analizirani su pomoću vezanog sustava plinske kromatografije i spektrometrije masa, koristeći HP-5MS kolonu. Identificirani spojevi prikazani su u tablicama 1-3 poredani prema redoslijedu eluiranja s kolone. Kromatogrami uzoraka hlapljivih spojeva prikazani su na slikama 11-16. Udio pojedinog spoja izražen je u postocima, temeljen na površini pika tog spoja u odnosu na ukupnu površinu svih pikova na kromatogramu. Identifikacija spojeva izvršena je usporedbom njihovih masenih spektara s onima iz biblioteka masenih spektara Wiley275 i NIST17.

Objašnjenje simbola u tablicama:

t_R – vrijeme zadržavanja izraženo u minutama

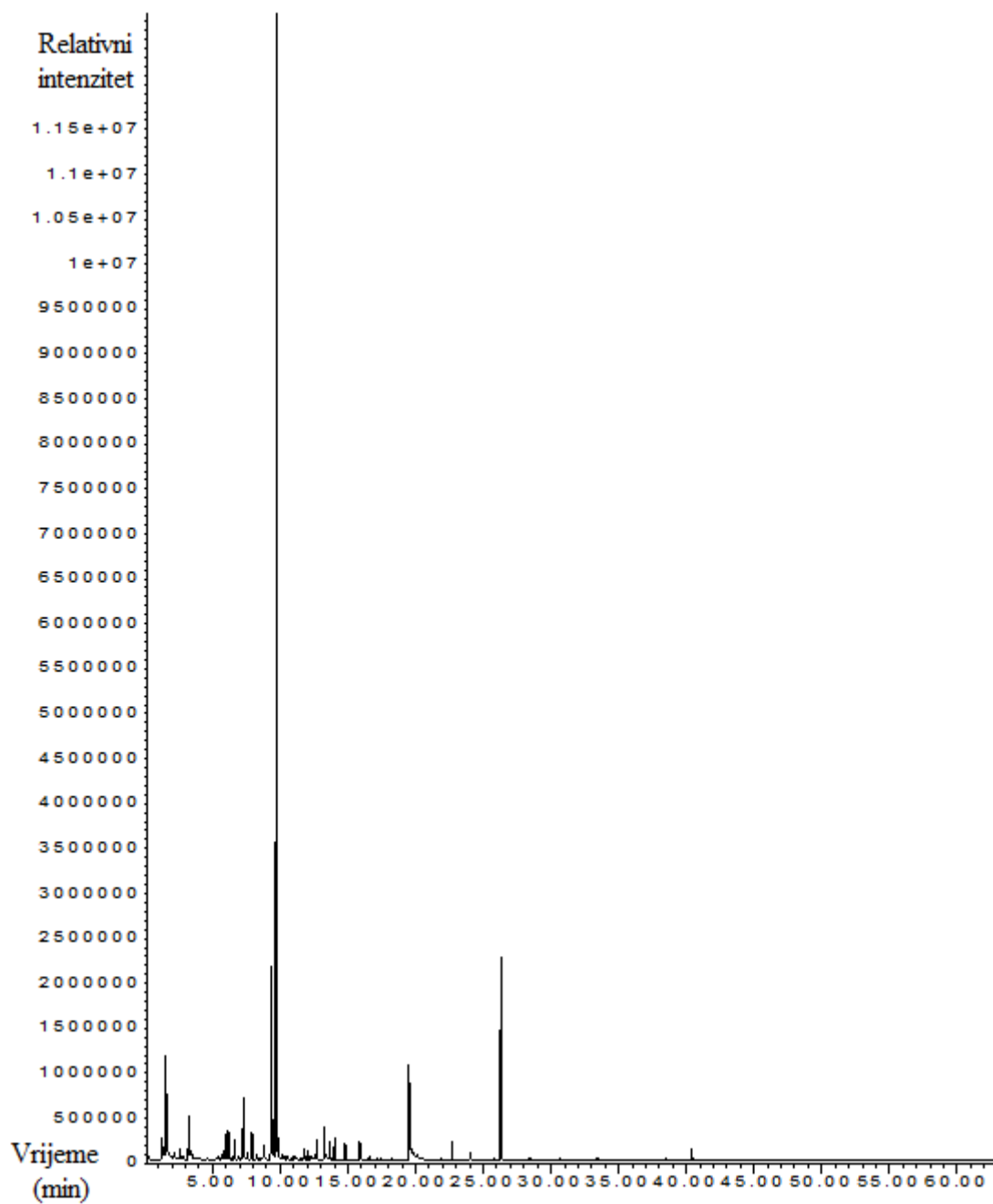
tr. – spoj prisutan u tragovima (< 0,1 %)

- spoj nije identificiran u uzorku.

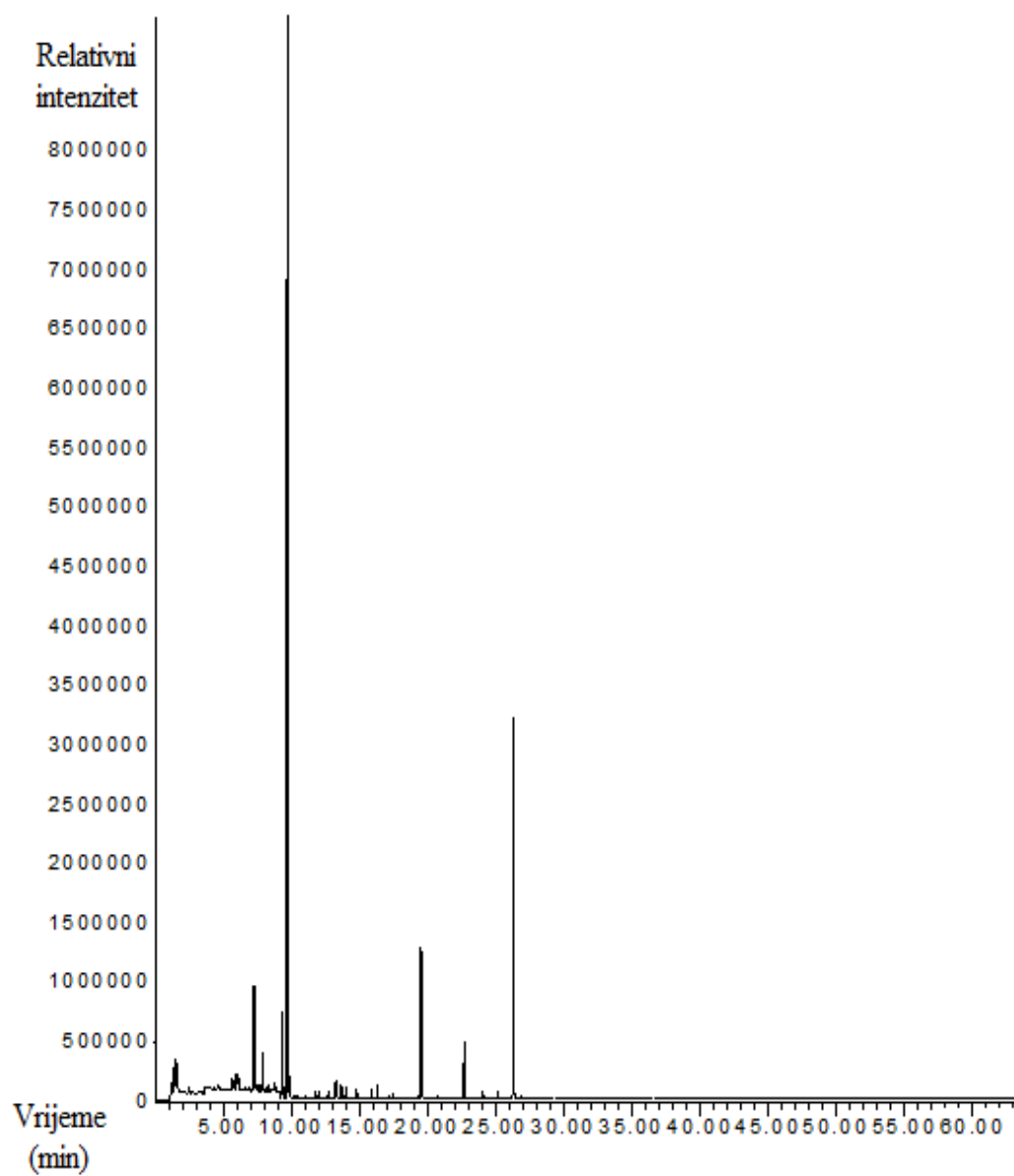
Tablica 1. Kemijski sastav i udio hlapljivih spojeva u vršnim parama cvijeta jasmina izoliranih mikroekstrakcijom vršnih para na krutoj fazi.

Redni broj	Spoj	t_R (min)	Udio (%) sivo vlakno	Udio (%) rozo vlakno
1.	β -mircen	6,17	0,95	-
2.	D-limonen	7,27	2,58	7,29
3.	β -ocimen	7,88	1,0	2,23
4.	2-metoksifenol (gvajakol)	9,35	8,99	4,28
5.	linalol	9,73	61,24	60,40
6.	nonanal	9,87	0,75	1,05
7.	terpinen-4-ol	12,72	0,80	-
8.	α -terpineol	13,25	1,24	0,79

19	verbenon	14,03	tr.	tr.
10.	indol	17,45	tr.	tr.
11.	4-prop-2-en-1-ilfenol (kavikol)	19,51	3,94	5,56
12.	β -kariofilen	22,67	0,74	2,21
13.	α -farnezen	26,29	7,47	13,98
UKUPNO IDENTIFICIRANO			89,70	97,79



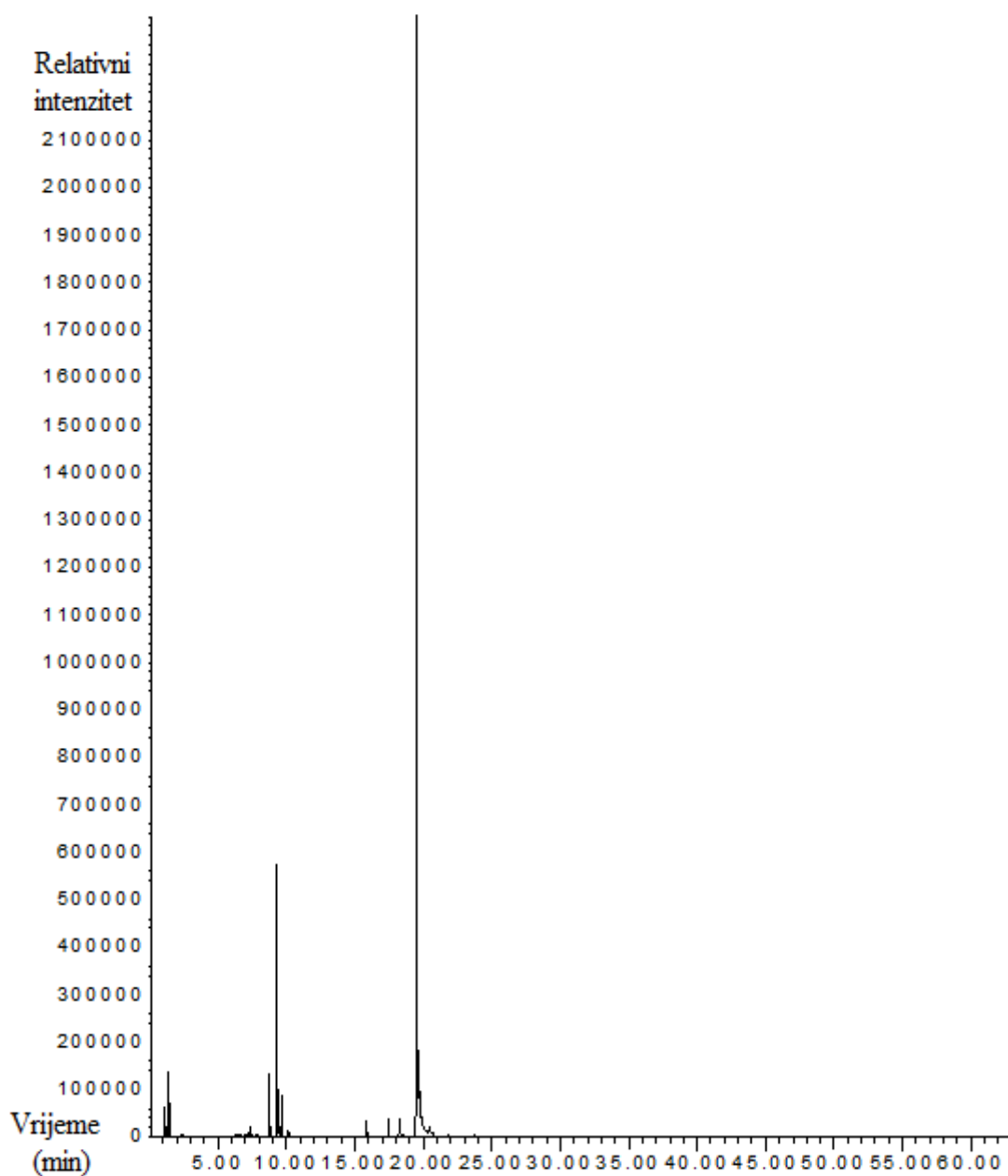
Slika 11. Kromatogram cvijeta jasmina dobiven mikroekstrakcijom vršnih para na krutoj fazi korištenjem sivog vlakna



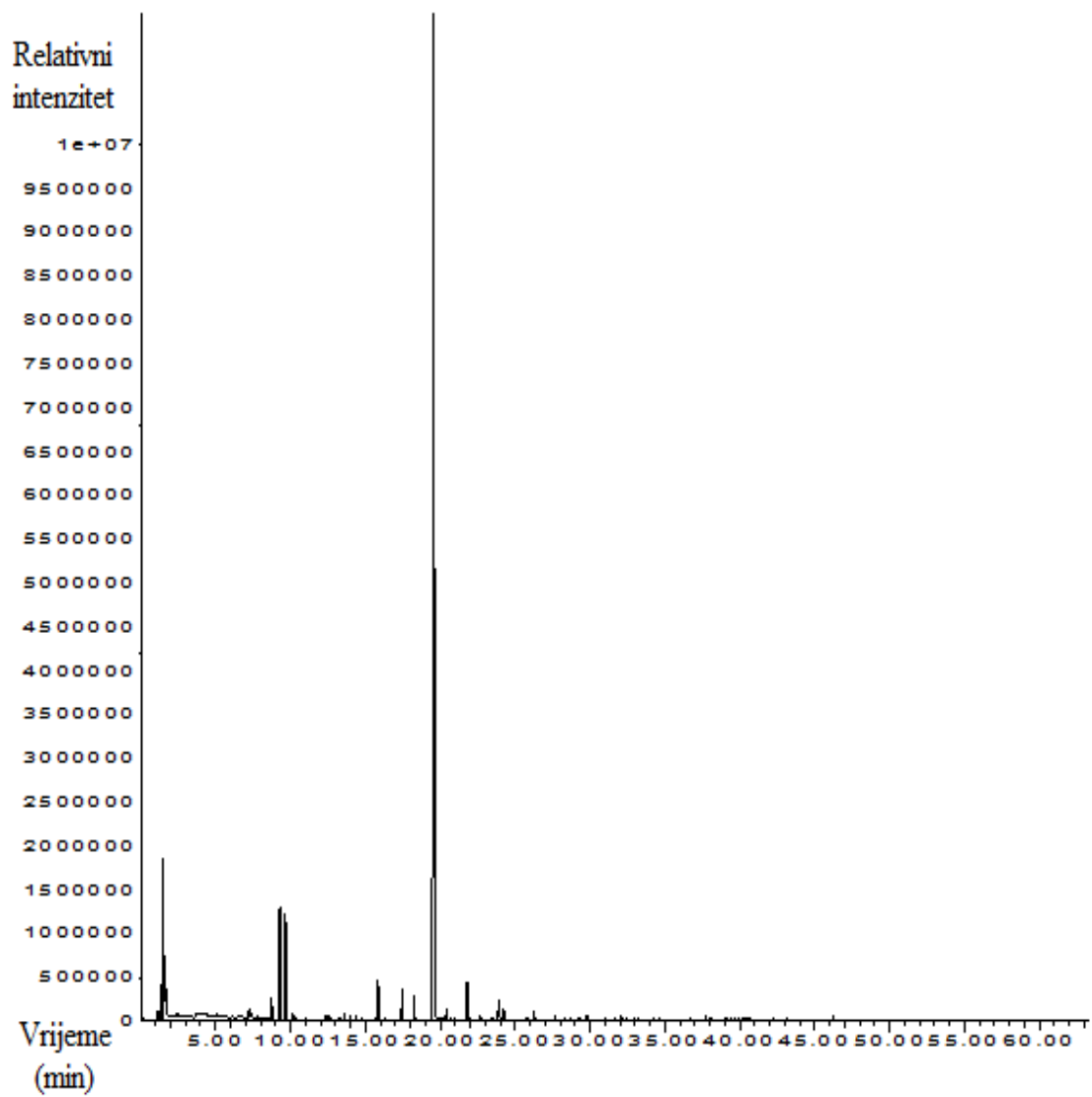
Slika 12. Kromatogram cvijeta jasmina dobiven mikroekstrakcijom vršnih para na krutoj fazi korištenjem rozog vlakna

Tablica 2. Kemijski sastav i udio hlapljivih spojeva u vršnim parama konkretna jasmína izoliranih mikroekstrakcijom vršnih para na krutoj fazi.

Redni broj	Spoj	t_R (min)	Udio (%) sivo vlakno	Udio (%) rozo vlakno
1.	<i>p</i> -krezol	8,73	4,40	1,25
2.	2-metoksifenol (gvajakol)	9,35	18,27	6,95
3.	linalol	9,73	1,83	4,51
4.	indol	17,45	tr.	1,77
5.	4-prop-2-en-1-ilfenol (kavikol)	19,51	73,88	78,79
6.	isoeugenol	23,89	-	1,13
UKUPNO IDENTIFICIRANO			98,38	94,40



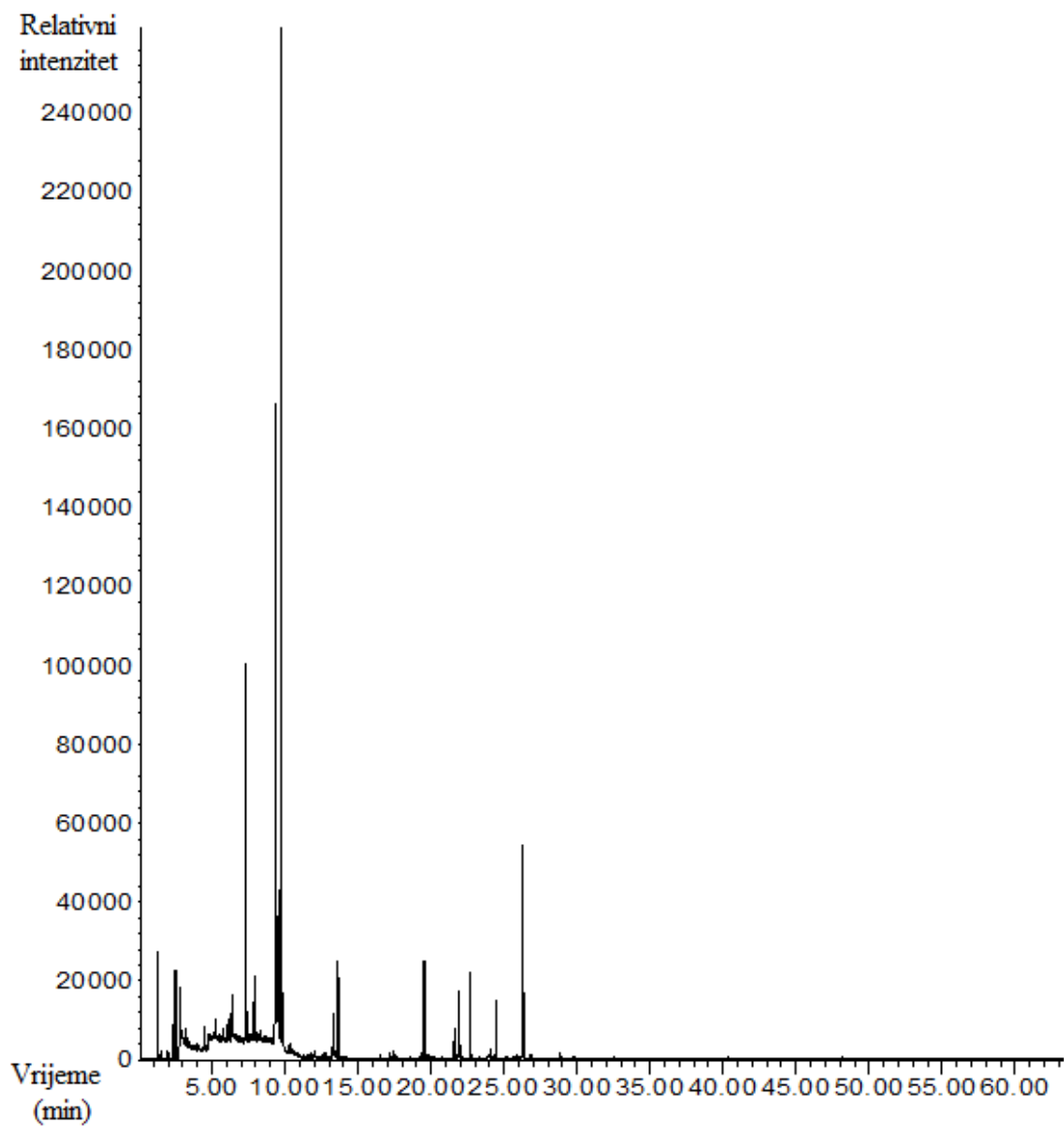
Slika 13. Kromatogram konkreta jasmina dobiven mikroekstrakcijom vršnih para na krutoj fazi korištenjem sivog vlakna



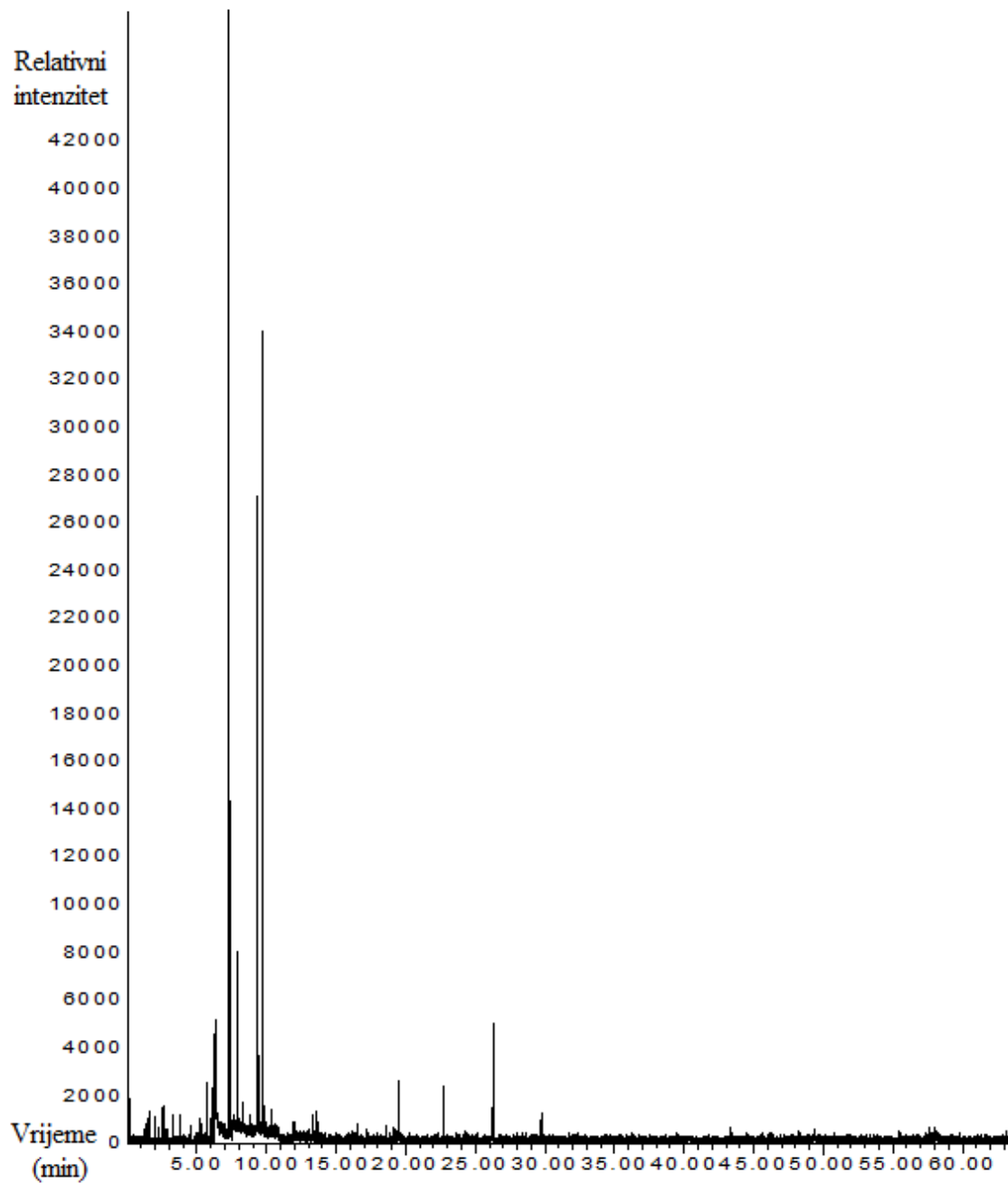
Slika 14. Kromatogram konkreta jasmína dobiven mikroekstrakcijom vršnih para na krutoj fazi korištenjem rozog vlakna

Tablica 3. Kemijski sastav i udio hlapljivih spojeva u vršnim parama apsoluta jasmina izoliranih mikroekstrakcijom vršnih para na krutoj fazi.

Redni broj	Spoj	t _R (min)	Udio (%) sivo vlakno	Udio (%) rozo vlakno
1.	β -mircen	6,17	-	1,61
2.	D-limonen	7,27	15,19	34,03
3.	β -ocimen	7,88	-	4,30
4.	2-metoksifenol (gvajakol)	9,35	31,04	23,98
5.	linalol	9,73	37,43	23,16
6.	indol	17,45	tr.	-
6.	4-prop-2-en-1-ilfenol (kavikol)	19,51	2,06	1,69
7.	β -kariofilen	22,67	3,39	1,53
8.	α -farnezen	26,29	7,03	3,31
UKUPNO IDENTIFICIRANO (%)			96,14	93,16



Slika 15. Kromatogram apsoluta jasmina dobiven mikroekstrakcijom vršnih para na krutoj fazi korištenjem sivog vlakna



Slika 16. Kromatogram apsoluta jasmina dobiven mikroekstrakcijom vršnih para na krutoj fazi korištenjem rozog vlakna

4. RASPRAVA

Zvezdasti jasmin (*Trachelospermum jasminoides*) je srednje velik zimzeleni grm ili loza koja pripada porodici maslina (*Oleaceae*). Iako postoji mnogo vrsta jasmina, svima je zajedničko jedno - jedinstven i poseban miris.

Primjena ove mirisne biljke je raznolika, između ostalog koristi se u prirodnoj medicini za smanjenje stresa, anksioznosti i drugih stanja povezanih s depresijom. Osim toga ističu se i njegova protuupalna, antivirusna i antiseptička svojstva. Od cvjetova se često izrađuje apsolut, mirisni pripravak zasićenog mirisa. Čest je sastojak parfema zbog intenzivnog i ugodnog mirisa.

Svrha ovog istraživanja bila je utvrditi profil mirisnih hlapljivih spojeva cvijeta jasmina kao i hlapljive profile apsoluta i konkreta, mirisnih pripravaka dobivenih iz cvijeta jasmina.

Hlapljivi spojevi cvijeta, konkreta i apsoluta jasmina izolirani su metodom mikroekstrakcije vršnih para na čvrstoj fazi (HS-SPME) korištenjem sivog i rozog vlakna te identificirani vezanim sustavom plinska kromatografija – spektrometrija masa (GC/MS).

4.1. Vršne pare cvijeta jasmina

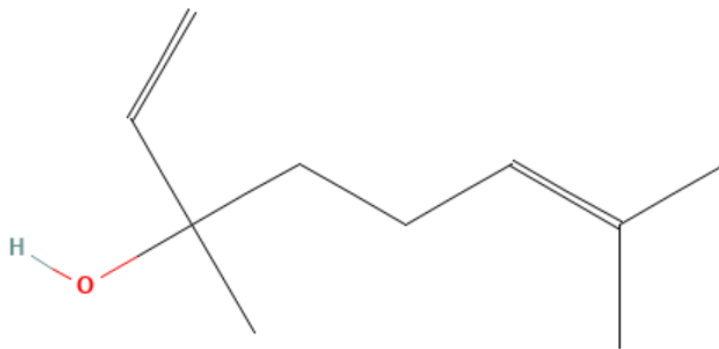
Sivo vlakno

Tablica 1 prikazuje kemijski sastav i omjere spojeva vršnih para cvijeta jasmina ekstrahiranih na sivom vlaknu. Identificirano je 13 spojeva koji sačinjavaju 89,70% uzorka. Kao glavna komponenta identificiran je linalol (61,24%). U manjim postotcima pronađeni su još i gvajakol (8,99%), α -farnezen (7,47%), kavikol (3,94%), D-limonen (2,58%), α -terpineol (1,24%), β -ocimen (1,0%), β -mircen (0,95%), terpinen-4-ol (0,80%), nonanal (0,75%), β -kariofilen (0,74%) te indol i verbenon u tragovima.

Linalol (slika 17) je monoterpenski spoj. Kod ovog tercijarnog alkohola okta-1,6-dienski kostur je supstituiran metilnim skupinama u položajima 3 i 7 i hidroksilnom skupinom u položaju 3. Izoliran je iz brojnih biljaka u kojima ima ulogu biljnog metabolita. Predstavlja jedan od najmirisnijih spojeva u raznim eteričnim uljima a pokazuje i antimikrobna svojstva. Bezbojna je tekućina ugodnog cvjetnog mirisa zbog

čega se koristi kao mirisna komponenta u parfemima, kozmetici, sapunima i deterdžentima te kao aroma u hrani.¹¹

Linalool ima utvrđene sedativne, antidepresivne, anksiolitičke i imunološke učinke. Ovaj terpen također može imati analgetske i antikonvulzivne učinke.¹²



Slika 17. Strukturna formula linalola¹¹

Rozo vlakno

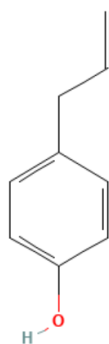
U vršnim parama cvijeta jasmína ekstrahiranim na rozom vlaknu (tablica 1) pronađeno je 11 spojeva koji zajedno čine 97,79% uzorka. Kao glavna komponenta identificiran je linalol (60,40%). U manjim postotcima identificirani su još i α -farnezen (13,98%), D-limonen (7,29%), kavikol (5,56%), gvajakol (4,28%), β -ocimen (2,23%), β -kariofilen (2,21%), nonanal (1,05%), α -terpineol (0,79%), te indol i verbenon u tragovima.

4.2. Vršne pare konkretna jasmína

Sivo vlakno

Tablica 2 prikazuje kemijski sastav i omjere spojeva vršnih para konkretna jasmína ekstrahiranih na sivom vlaknu. Pronađeno je 5 spojeva koji zajedno čine 98,38% uzorka. Kao glavna komponenta identificiran je kavikol (73,88%). U manjim postotcima identificirani su još i gvajakol (18,27%), *p*-krezol (4,4%), linalol (1,83%) te indol u tragovima.

Kavikol (slika 18) je prirodni fenilpropen. Njegova kemijska struktura sastoji se od benzenskog prstena supstituiranog hidroksilnom i propenilnom skupinom. Miješa se s alkoholom, kloroformom i eterom. Koristi se kao miris u parfumeriji i kao aroma a sastavni je spoj mnogih eteričnih ulja.¹³



Slika 18. Strukturna formula kavikola¹³

Rozo vlakno

U vršnim parama konkretna jasmína ekstrahiranim na rozom vlaknu (tablica 2) pronađeno je 6 spojeva koji zajedno čine 94,40% uzorka. Kao glavna komponenta identificiran je kavikol (78,79%), a u manjim postotcima identificirani su još i gvajakol (6,95%), linalol (4,51%), indol (1,77%), *p*-krezol (1,25%), te izoeugenol (1,13%).

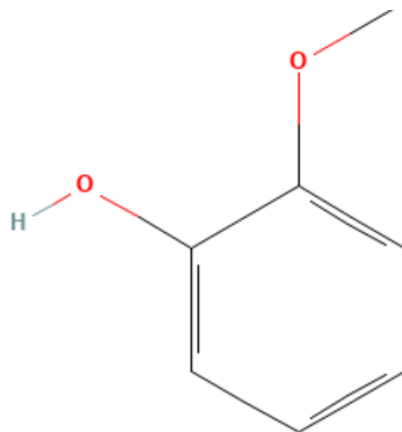
4.3. Vršne pare apsoluta jasmína

Sivo vlakno

Tablica 3 prikazuje kemijski sastav i omjere spojeva vršnih para apsoluta jasmína ekstrahiranih na sivom vlaknu. Pronađeno je 7 spojeva, koji zajedno čine 96,14% uzorka. Kao glavne komponente identificirani su linalol (37,43%) i gvajakol (31,04%). Osim ova dva spoja u vršnim parama još su identificirani i D-limonen (15,19%), α -farnezen (7,03%), β -kariofilen (3,39%), kavikol (2,06%) i indol u tragovima.

Gvajakol (slika 19) je monometoksibenzen, fenol s metoksi supstituentom u orto položaju. Fenolni je prirodni proizvod koji je prvi put izoliran iz gvajakove smole a može nastati i oksidacijom lignina. Pronađen je u eteričnim uljima sjemenki celera,

lišća duhana, lišća naranče i kore limuna. Čista tvar je bezbojna a nakon izlaganja zraku i svjetlu požuti. Gvajakol doprinosi okusu mnogih tvari kao što su viski i pržena kava.¹⁴ Gvajacol je važna sirovina za proizvodnju raznih visokovrijednih kemikalija kao što su začini (vanilin i eugenol), pesticidi, lijekovi (ekspektoransi). Procjenjuje se da se oko 85% svjetske ponude sintetskog vanilina proizvodi iz gvajakola.¹⁵



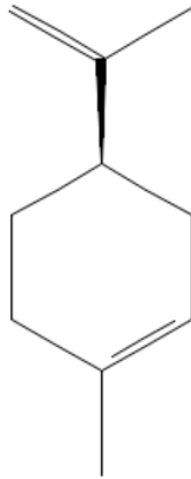
Slika 19. Strukturna formula gvajakola¹⁴

Rozo vlakno

U vršnim parama apsoluta jasmína ekstrahiranim na rozom vlaknu (tablica 3) pronađeno je 8 spojeva, koji zajedno čine 93,16% uzorka. Kao glavni spojevi identificirani su D-limonen (34,03%), gvajakol (23,98%) i linalol (23,16%). U manjim udjelima još su prisutni i β -ocimen (4,30%), α -farnezen (3,31%), kavokol (1,69%), β -micren (1,61%) i β -kariofilen (1,53%).

D-limonen (slika 20), bezbojni tekući alifatski ugljikovodik, klasificiran je kao ciklički monoterpen i glavna komponenta eteričnog ulja kore agruma. Čest je u kozmetičkim proizvodima. Kao glavni mirisni sastojak citrusa D-limonen se koristi u proizvodnji hrane i nekih lijekova, npr. kao aroma za prikrivanje gorkog okusa alkaloida i kao miris u parfumeriji.¹⁶

Smatra se sigurnim za primjenu kod ljudi zbog niske ili nikakve toksičnosti, mutagenosti i nefrotoksičnosti. Istražuje se za terapijske primjene zbog svojih antimikrobnih, antikancerogenih, protuupalnih te antidijabetičkih svojstava.¹⁷



Slika 20. Strukturna formula D-limonena ¹⁶

5. ZAKLJUČAK

Cilj ovog završnog rada bio je izolirati i identificirati hlapljive spojeve cvijeta jasmina te hlapljive spojeve njegovih mirisnih pripravaka, konkretna i apsoluta. Hlapljivi spojevi cvijeta, konkretna i apsoluta jasmina izolirani su metodom mikroekstrakcije vršnih para na krutoj fazi (HS-SPME) korištenjem sivog i rozog vlakna te identificirani vezanim sustavom plinska kromatografija - spektrometrija masa (GC-MS).

- U uzorku cvijeta jasmina identificirano je ukupno 13 spojeva od čega je na oba vlakna najzastupljeniji spoj linalol (60,40-61,24%). Od ostalih spojeva u značajnijem postotku su identificirani još α -farnezen (7,47-13,98%), gvajakol (4,28-8,99%), D-limonen (2,58-7,29), i kavikol (3,94-5,56%).
- U uzorku konkretna cvijeta jasmina identificirano je ukupno 6 spojeva od čega je na oba vlakna najzastupljeniji spoj kavikol (72,88-78,79%). Od ostalih spojeva u značajnijem postotku su identificirani još gvajakol (6,95-18,27%) i linalol (1,83-4,51%).
- U uzorku apsoluta cvijeta jasmina identificirano je ukupno 8 spojeva od čega je na sivom vlaknu najzastupljeniji spoj linalol (37,43%), a na rozom vlaknu D-limonen (34,03%). Od ostalih spojeva na oba vlakna su u značajnijem postotku identificirani još gvajakol (23,98-31,04%) i α -farnezen (3,31-7,03%).

6. POPIS KRATICA I SIMBOLA

GC - plinska kromatografija (engl. *Gas Chromatography*)

MS - masena spektrometrija (engl. *Mass Spectrometry*)

GC-MS - vezani sustav plinska kromatografija - spektrometrija masa (engl. *Gas Chromatography - Mass Spectrometry*)

HP-SPME - mikroekstrakcija vršnih para na krutoj fazi (engl. *Headspace Solid-Phase Microextraction*)

HP-5MS – kolona s nepolarnom stacionarnom fazom kemijskog sastava 5% difenil - 95% dimetilpolisiloksan

t_R – vrijeme zadržavanja u minutama

- spoj nije identificiran u uzorku

7. LITERATURA

1. URL: <https://www.plantea.com.hr/jasmin/> (19.08.2024.)
2. URL: <https://www.sylvaine-delacourte.com/en/blog/jasmine> (19.08.2024.)
3. *L. Čehulić*, Kemija parfema, Završni rad, Prirodoslovno-matematički fakultet, Sveučilište u Zagrebu, Zagreb 2020.
4. *M. Momčilov*, Terpeni u industriji parfema, Završni rad, Sveučilište J.J. Strossmayera u Osijeku, Osijek 2017.
5. URL: <https://www.plantagea.hr/aromaterapija/dobivanje-mirisnih-ekstrakata/> (20.08.2024.)
6. *A. Radonić*, Parfemi i kozmetički preparati, neregulirani nastavni materijal (materijali za vježbe), Kemijsko-tehnološki fakultet, Split
7. *Nj. Radić, L. Kukoć Modun, F. Burčul*, Instrumentne metode analize, interna skripta, Kemijsko-tehnološki fakultet, Sveučilište u Splitu
8. *E. Maras*, Hlapljivi spojevi cvijeta crnog jasena, Završni rad, Kemijsko-tehnološki fakultet, Sveučilište u Splitu, Split 2020.
9. *K. Magdalenić*, Hlapljivi spojevi lista i cvijeta dalmatinske kadulje, Završni rad, Kemijsko-tehnološki fakultet, Sveučilište u Splitu, Split 2018.
10. *M. Fang, J. Ivanisevic, H. P. Benton, C. H. Johnson, G. J. Patti, L. T. Hoang, W. Uritboonthai, M. E. Kurczy, G. Siuzdak*, Thermal Degradation of Small Molecules: A Global Metabolomic Investigation, La Jolla, <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.5b03003>, 10657-11166
11. URL: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/6549> (22.08.2024.)
12. *E. B. Russo, J. Marcu*, Chapter Three- Cannabis Pharmacology: The Usual Suspects and a Few Promising Leads, Los Angeles, <https://doi.org/10.1016/bs.apha.2017.03.004>, 67-134
13. URL: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/68148> (22.08.2024.)
14. URL: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/460> (22.08.2024.)
15. *X. Shen, Q. Meng, Q. Mei, H. Liu, J. Yan, J. Song, D. Tan, B. Chen, Z. Zhang, G. Yang, B. Han*, Selective catalytic transformation of lignin with guaiacol as the only liquid product, Shanghai, <https://doi.org/10.1039/c9sc05892c>, 1347-1352
16. URL: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/440917> (22.08.2024.)
17. *P. Gupta, S. Phulara*, Chapter Three - Terpenoids: Types and their application, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-819917-6.00006-5>, 47-78