

TRABAJO PRÁCTICO N° 8.

ALCALOIDES.

Objetivos

- Integrar los conocimientos químicos a la interpretación de secuencias de obtención e identificación de alcaloides en drogas de origen natural.

Caracteres generales

Los alcaloides son compuestos básicos nitrogenados, de estructura compleja y marcada acción farmacológica, presentándose en muy diversas familias de plantas, tales como Solanaceae, Papaveraceae, Leguminosae, Rubiaceae, etc.

Los alcaloides pueden encontrarse como bases libres o formando sales, en distintos órganos de la planta (semillas, frutos, hojas, tallos, raíces o rizomas). Las sales son solubles en agua, en tanto que las bases libres lo son en solventes orgánicos tales como éter sulfúrico, acetato de etilo, cloroformo, etc.

Métodos de reconocimiento de alcaloides

Los alcaloides forman sales dobles con los compuestos de mercurio, oro, platino, bismuto, etc. Estas sales dobles suelen obtenerse como precipitados y muchas son características desde el punto de vista cristalográfico. Estos metales forman parte de los llamados reactivos de alcaloides, aunque los precipitados pueden ser causados por proteínas, betaínas, cumarinas y algunos polifenoles. Como la ausencia de precipitado es indicativa de que no hay alcaloides, se usan estos reactivos como prueba presuntiva de su presencia.

El dato positivo debe ser corroborado mediante la realización de una extracción en medio alcalino con purificación y la repetición de los ensayos en ésta. Debe tenerse en cuenta que los reactivos de alcaloides se han de ensayar sobre una fase acuosa ligeramente acidificada. No se pueden realizar directamente estas reacciones sobre extractos orgánicos (debido a la redisolución de los precipitados), por lo cual se procederá a evaporar el solvente y se retomará el extracto con una solución acidulada.

PARTE PRÁCTICA I

Se trabajará con tinturas comerciales de quina, cornezuelo del centeno y extracto fluido de belladona; además con las Fracciones B, C y D de la planta en estudio.

1. Reacciones de Identificación

1.1.- Reactivo de Dragendorff: $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ en NO_3H -IK en agua destilada.

(+): precipitado naranja.

1.2- Reactivo de Bouchardat: Yodo-Yoduro de Potasio.

Resultado (+): precipitado floculento marrón, naranja que cambia con el tiempo.

1.3- Reactivo de Mayer: HgCl_2 en agua destilada + IK en agua destilada.

Resultado (+): precipitado blanco amarillento.

NOTA. Los reactivos deben añadirse gota a gota, pues de lo contrario, puede ocurrir que no sea visible el resultado.

2. Extracción y purificación

Para las drogas en polvo (planta en estudio que diera positivo) se procederá a realizar una extracción ácida con sus respectivas reacciones de identificación.

Extracción Ácida

Pesar aproximadamente 1 g de droga pulverizada y agregar 20 ml de HCl al 1 %. Calentar en baño de agua a temperatura no mayor a 70 °C entre cinco y diez min, filtrar y, sobre distintas fracciones del filtrado ensayar los reactivos generales de alcaloides.

3. Cromatografía planar (TLC)

Se trabajará con el siguiente Sistema cromatográfico:

F.E.: Sílica gel 60 HF₂₅₄₊₃₆₆

F.M.: benceno – acetato de etilo – dietilamina (7:2:1)

Muestras:

- 1) Tintura de quina
 - a) Patrones: quinina y quinidina

- 2) Extracto fluido de belladona
 - a) Patrón: papaverina

b) Muestra comercial: Antipasmol gotas ®

Revelador: Luz uv / Rvo Dragendorff
Temperatura ambiente, presión y humedad normal.

La caracterización de las sustancias separadas se efectuará mediante la determinación de los correspondientes Rf y comparación con los descriptos en bibliografía para idénticos sistemas cromatográficos.

CARACTERIZACION DE QUINIDINA

Caracteres generales agujas finas, brillantes o polvo amorfo. Prácticamente insoluble en agua fría y en benceno. Fácilmente soluble en alcohol, éter y cloroformo.

Identificación

- Soluciones aciduladas con H_2SO_4 : dan fluorescencia azul.
- Soluciones aciduladas con HCl: no dan fluorescencia azul, pero precipitan con el agregado de $AgNO_3$.

Reacción de la taleoquinina

A una solución de la muestra acidulada con H_2SO_4 , agregar hipoclorito de sodio hasta que desaparezca la fluorescencia, quedando un líquido casi incoloro. Agregando al mismo NH_3 da color verde esmeralda.

INFORME ALCALOIDES PARTE I

Resultados obtenidos de cada experiencia y conclusiones de los mismos

ALCALOIDES PARTE PRACTICA II

BASES XANTICAS



1- CAFEINA

Generalidades

La cafeína es un alcaloide que pertenece al grupo de las bases xánticas junto con la teobromina y la teofilina. Se encuentra al estado natural en algunas plantas como el café, té, kola, guaraná y yerba mate. Actúa como estimulante del S.N.C. y como diurético, principalmente.

La cafeína no contiene menos de 98,5 % de $C_8H_{10}N_4O_2$, calculado para la sustancia desecada.

Caracteres generales

Agujas incoloras, brillantes, sedosas, agrupadas en masas voluminosas o polvo blanco, inodoro y con sabor amargo.

Soluble en 60 partes de agua destilada, en 2 partes de alcohol y 9 partes de cloroformo. Muy poco soluble en éter.

PARTE PRÁCTICA

- Ensayos de identificación colorimétricos

a- Reacción de la MUREXIDA

En una cápsula o crisol pequeño, colocar 0,5 g de cafeína, agregar 1 ó 2 ml de HNO_3 fumante, evaporar la mezcla calentándola en la campana a Baño María.

Al residuo amarillo añadir una gota de NH_3 tornándose inmediatamente de color púrpura.

b- Reacción con Iodo

A 5 ml de solución acuosa, saturada y fría de cafeína se agregan unas gotas de iodo. No se observará precipitado. Luego añadir 3 gotas de HCl 10 %, se formará un precipitado pardo rojizo que se redissuelve con la adición de un ligero exceso de una solución de NaOH.

2- TEOBROMINA

Generalidades

La teobromina es la 3,7-dimetilxantina. Contiene no menos de 99 % de $C_7H_8O_2N_4$, calculado para la sustancia desecada.

Caracteres generales

Polvo cristalino, blanco o agujas rómbicas; inodoro y con sabor amargo débil al principio, intensificándose gradualmente.

Prácticamente insoluble en agua destilada; soluble en 150 partes de agua destilada hirviendo; prácticamente insoluble en alcohol, en éter y en glicerina.

PARTE PRÁCTICA

-Ensayo de Identificación

a- Reacción de Murexida

b- Disolver 0,1 g de teobromina en 1 ml de HNO_3 , y 2 ml de H_2O .

Calentar en Baño María y agregar $AgNO_3$ al 10 %. Se depositan al enfriar, agujas de teobromina argéntica.

NOTA. La cafeína no precipita sal de plata.
--

-DETERMINACIÓN DE CAFEINA Y TEOBROMINA EN YERBA MATE Y CASCARILLA.

Se realizará una cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) de acuerdo a la técnica que se adjunta.

Sustancias patrones - pesar 10 mg de cafeína y 10 mg de teobromina, disolver en 1 ml del solvente A, colocarlos en tubos Ependorff y centrifugar a 10000 rpm.

Muestras - Preparar infusiones de yerba mate y cascarilla.

PARTE PRÁCTICA EN LA OFICINA DE FARMACIA

- Concorre a su farmacia un paciente hipertenso de 48 años. Le comenta que no puede estabilizar su tensión arterial y que no sabe por que ya que hace dieta estricta y toma la medicación como le indicaron. Ante sus preguntas sobre la alimentación averigua que el señor toma de 3 a 4 tazas de café diarias. Cual es su consejo ante este caso?

INFORME

Resultados obtenidos de cada experiencia y conclusiones de los mismos

BIBLIOGRAFIA

- Dominguez, J. A., "*Métodos de Investigación Fitoquímica*", 1985. México, Limusa.
- FNA IV Ed., 1978.
- Wagner, H., Bladt, S., Zgainski, E.M., "*Plant drug analysis*", 1984. Springer-Verlag, Alemania.