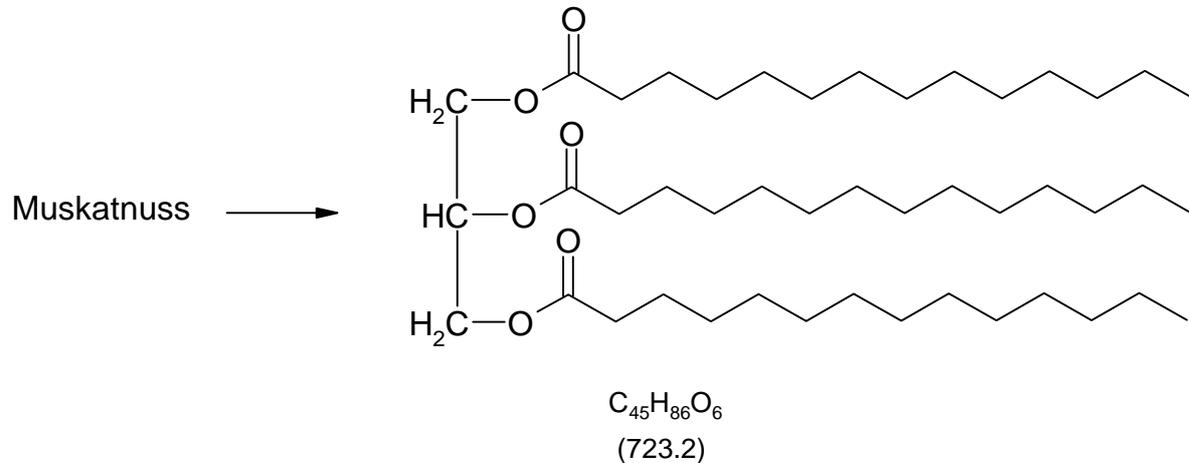


1021 Isolierung von Trimyristin aus Muskatnuss



Klassifizierung

Reaktionstypen und Stoffklassen

Isolierung von Naturstoffen

Carbonsäureester, Triglycerid, Naturstoff

Arbeitsmethoden

Extrahieren mit Soxhlet-Extraktionsaufsatz, Rühren mit Magnetrührer, Erhitzen unter Rückfluss, Abrotieren, Umkristallisieren, Abfiltrieren, Heizen mit Ölbad

Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 25 g)

Geräte

250 mL Rundkolben, 100 mL Soxhlet-Extraktionsaufsatz, Extraktionshülle, Glaswolle, Rückflusskühler, heizbarer Magnetrührer, Magnetührstab, Rotationsverdampfer, Absaugflasche, Büchnertrichter, Exsikkator, Ölbad

Chemikalien

Muskatnuss fein pulverisiert oder gemahlen	25 g
<i>tert</i> -Butylmethylether (Sdp. 55 °C)	150 mL
Ethanol	etwa 150 mL

Durchführung der Reaktion

In einem 250 mL Rundkolben mit Magnetührstab werden 150 mL *tert*-Butylmethylether vorgelegt. Ein Soxhlet-Extraktionsaufsatz wird aufgesetzt, in die Extraktionshülle werden 25 g fein gemahlene Muskatnuss gefüllt und mit etwas Glaswolle abgedeckt. Man setzt einen Rückflusskühler auf, rührt und erhitzt unter Rückfluss bis das Lösungsmittel farblos aus der Extraktionshülle läuft (etwa 5 Stunden).

Aufarbeitung

Das Lösungsmittel wird abrotiert, zuletzt bei einem Druck von etwa 20 hPa. Der Kolben mit dem Rückstand wird im Eisbad oder im Kühlschrank gekühlt bis der Inhalt zu einem dicken Brei durchkristallisiert ist.

Ausbeute an Rohextrakt: 12 g

Der Rohextrakt wird aus möglichst wenig Ethanol umkristallisiert. Vor dem Absaugen der Kristalle stellt man den Kolben noch mindestens 30 Minuten in den Kühlschrank. Man saugt den Kristallbrei ab und trocknet das Produkt im evakuierten Exsikkator über Kieselgel. Falls die Kristalle nach einmaliger Umkristallisation nicht farblos sind, wird ein zweites Mal umkristallisiert.

Ausbeute 6.5 g (26% bezogen auf die eingesetzte Menge Muskatnuss); Schmp 54-55 °C.

Abfallbehandlung**Recycling**

Der abrotierte *tert*-Butylmethylether und das von der Mutterlauge abrotierte Ethanol werden gesammelt und redestilliert.

Entsorgung

Abfall	Entsorgung
Rückstand der Extraktion	Hausmüll
Rückstand aus der Mutterlauge	Hausmüll

Zeitbedarf

Bis zum Umkristallisieren 6 Stunden

Unterbrechungsmöglichkeit

Vor und nach dem Abrotieren des Lösungsmittels

Schwierigkeitsgrad

Leicht

Analytik**DC**

DC-Bedingungen:

Trägermaterial: Polygram SilG/UV Fertigfolien für DC; 0.2 mm; Kieselgel; Macherey und Nagel

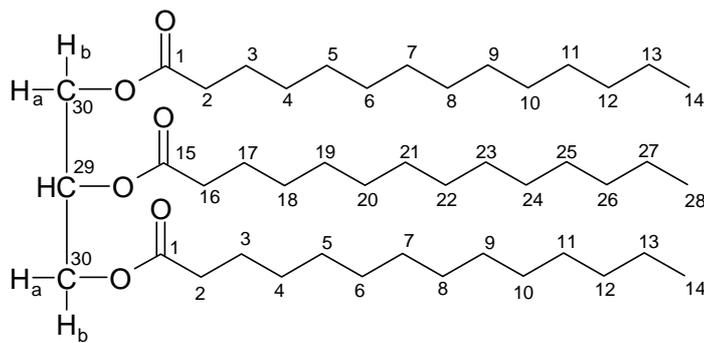
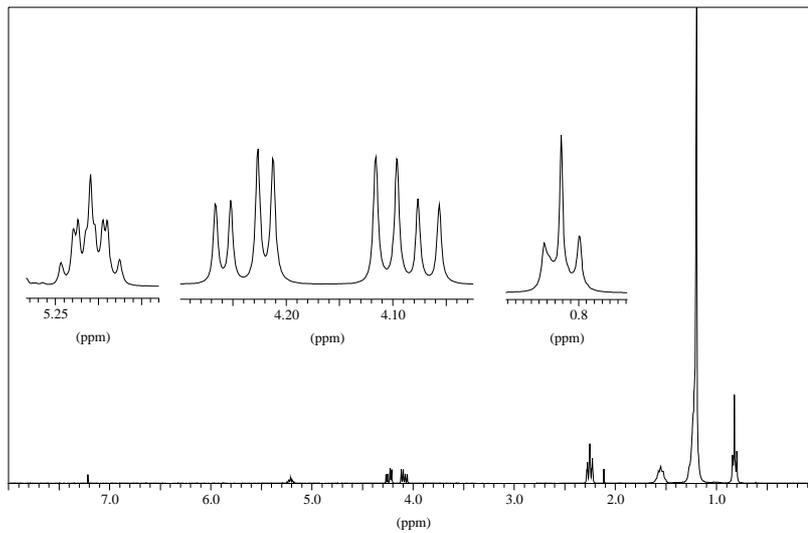
Laufmittel: Cyclohexan/Ethylacetat im Verhältnis 9.5: 0.5

Anfärbereagenz: Vaughn`s Reagenz oder Ioddampf

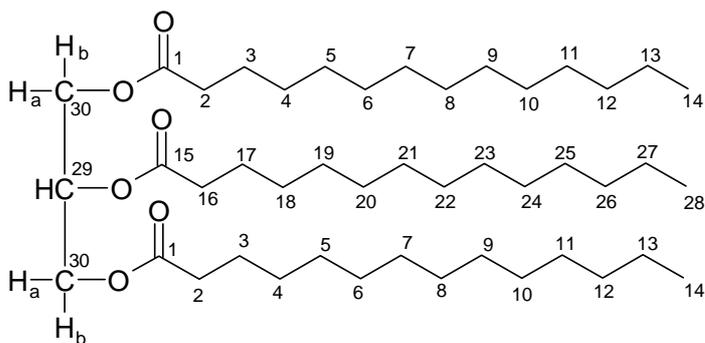
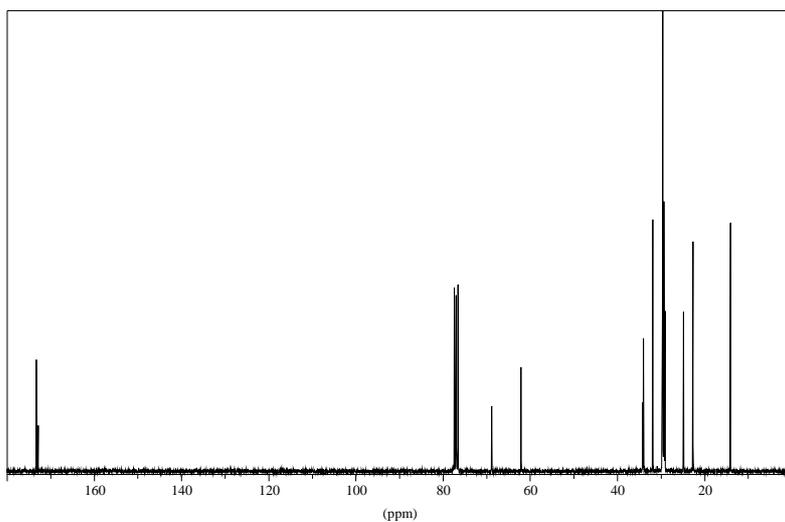
(Vaughn`s Reagenz besteht aus 45 mL Wasser, 5 mL konz. Schwefelsäure, 2.4 g Ammoniumheptamolybdat-Tetrahydrat((NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O) und 0.1 g Ce(SO₄)₂.)

(Ioddampf: In eine Laufkammer werden einige Iodkristalle und die getrocknete DC-Folie gegeben. Man verschließt die Kammer und erwärmt die Iodkristalle mit einem Föhn bis Ioddämpfe aufsteigen und die Substanzflecken sichtbar werden.)

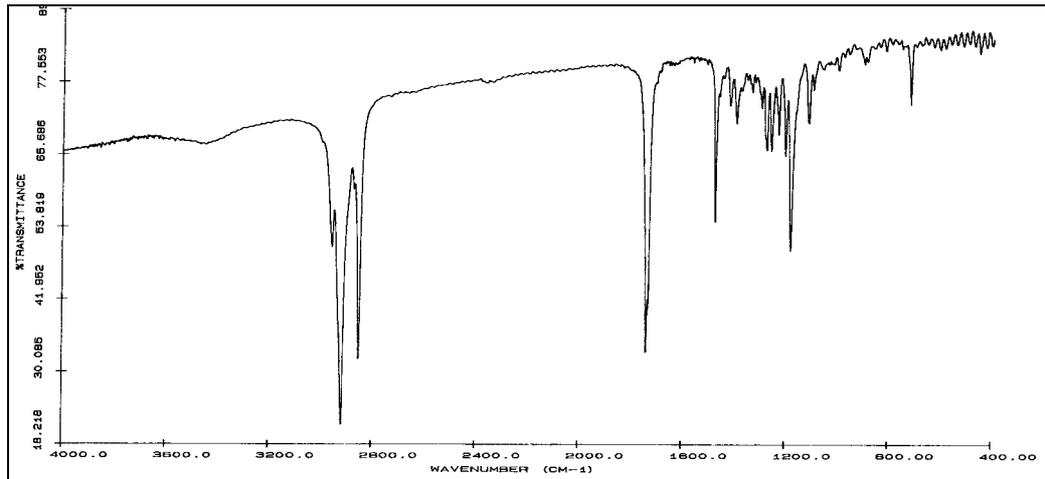
R_f (Trimyristin) 0.51

^1H NMR-Spektrum vom Reinprodukt (300 MHz, CDCl_3)

δ (ppm)	Multiplizität	Anzahl H	Zuordnung
0.90	m	9	14-H, 28-H
1.2-1.4	m	60	4-H bis 13-H, 18-H bis 27-H
1.5-1.7	m	6	3-H, 17-H
2.33	m	6	2-H, 16-H
4.16	dd	2	30- H_a
4.31	dd	2	30- H_b
5.28	m	1	29-H
7.26			Lsgm.
2.11			Aceton (Verunreinigung)

^{13}C NMR-Spektrum vom Reinprodukt (300 MHz, CDCl_3)

δ (ppm)	Zuordnung
14.08	C-14, C-28
22.66	C-13, C-27
24.85, 24.89	C-3, C-17
29.06-31.90	C-4 bis C-12 und C-18 bis C-26
34.04, 34.20	C-2, C-16
62.08	C-30
68.85	C-29
172.85,	C-15
173.26	C-1
76.5-77.5	Lsgm.

IR Spektrum vom Reinprodukt (KBr)

Wellenzahl (cm ⁻¹)	Zuordnung
2950 - 2850	C - H - Valenz, Alkan
1730	C = O - Valenz, Ester