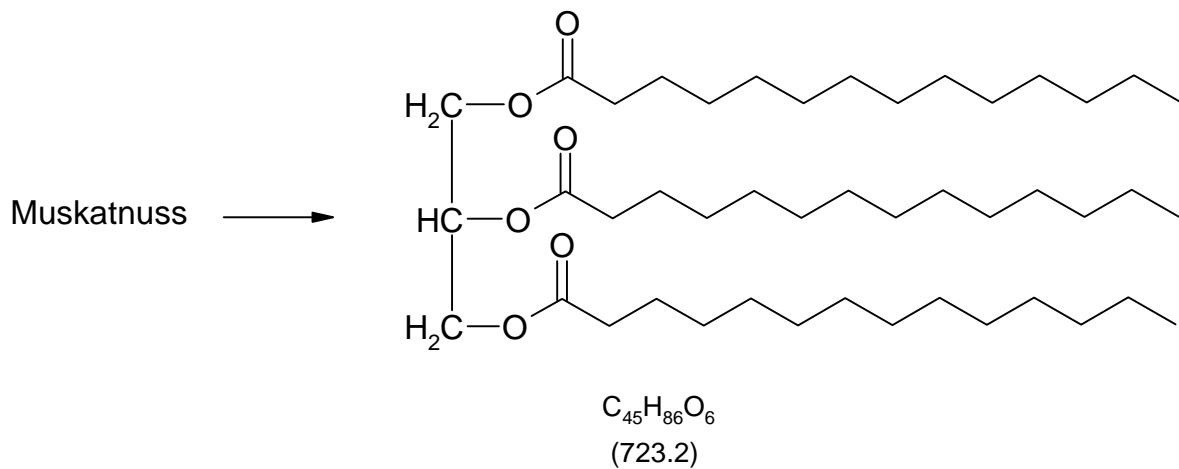


## 5019 Isolierung von Trimyristin aus Muskatnuss



### Klassifizierung

#### Reaktionstypen und Stoffklassen

Isolierung von Naturstoffen

Carbonsäureester, Triglycerid, Naturstoff

#### Arbeitsmethoden

Extrahieren im Mikrowellenfeld, Umkristallisieren, Abfiltrieren, Abrotieren

### Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 9-15 g)

#### Geräte

Mikrowellensystem ETHOS 1600 und Heiß-Extraktions-Filtrations-Apparatur HEF 270 (MLS GmbH, Leutkirch), Rotationsverdampfer, Büchnertrichter, Absaugflasche

#### Chemikalien

Ethanol (Sdp. 78 °C)                    240 mL (dreimal 80 mL)

Muskatnusspulver                    9-15 g (dreimal 3-5 g)

#### Durchführung der Reaktion

Zum Aufbau der Extraktionsapparatur im Mikrowellengerät siehe "Anleitung zum Aufbau der Heiß-Extraktions-Filtrations-Apparatur HEF 270 im Mikrowellensystem ETHOS 1600".

In jedes Glasinnengefäß der Apparatur werden 3-5 g Muskatnusspulver, ein Magnetrührstab und 40 mL Ethanol gegeben. Weitere 40 mL Ethanol werden zwischen Innengefäß und Außenwand eingefüllt

Einstellen der Parameter:

Am PC wird das Programm Easywave<sup>®</sup> geöffnet und folgende Parameter werden eingestellt:

t<sub>1</sub> (Zeitspanne zum Erreichen der Solltemperatur): 5 min;

t<sub>2</sub> (Zeit bei Solltemperatur): 10 min;

$T_0$  (Raumtemperatur);

$T_1$  (Solltemperatur): 120 °C;

$P_1$  (Leistung im 1. Schritt): 700 W;

$P_2$  (Leistung im 2. Schritt): 500 W.

Der Magnetührantrieb wird aktiviert und das Programm gestartet.

### **Aufarbeitung**

Der erhaltene Ethanolextrakt wird über Nacht in den Kühlschrank gestellt. Das auskristallisierte Trimyristin wird über einen kleinen Hirschtrichter oder eine kleine Fritte abgesaugt und getrocknet. Falls die Kristalle nicht farblos sind, wird der Rohextrakt aus Ethanol umkristallisiert.

Ausbeute an reinem Trimyristin aus 10 g Muskatnusspulver: 0.6-0.9 g (4-6% bezogen auf die eingesetzte Menge Muskatnuss); farblose, sehr feine Kristalle; Schmp. 54-55 °C (Lit. 54-55 °C)

Das Filtrat wird am Rotationsverdampfer eingeengt, als Rückstand bleibt ein hellbraunes Öl. In diesem Öl lassen sich nach Umesterung mit methanolischer Kalilauge die Methylester folgender Fettsäuren nachweisen: Capronsäure, Tridecansäure, Myristinsäure, Pentadecansäure, Palmitinsäure, *cis*-10-Heptadecensäure und Ölsäure.

### **Anmerkungen**

Wird das Muskatnusspulver unmittelbar vor der Extraktion durch Reiben ganzer Muskatnüsse hergestellt, so steigt die Ausbeute auf bis zu 20% Trimyristin. Die Menge des Gesamtextraktes erhöht sich auf etwa 50 %.

### **Abfallbehandlung**

#### **Recycling**

Das abrotierte Ethanol wird gesammelt und redestilliert.

#### **Entsorgung**

<b>Abfall</b>	<b>Entsorgung</b>
Rückstand aus der Mutterlauge	Hausmüll
Rückstand der Extraktion	Hausmüll

### **Zeitbedarf**

Extrahieren mit Vorbereitung 30 Minuten

Absaugen 30 Minuten

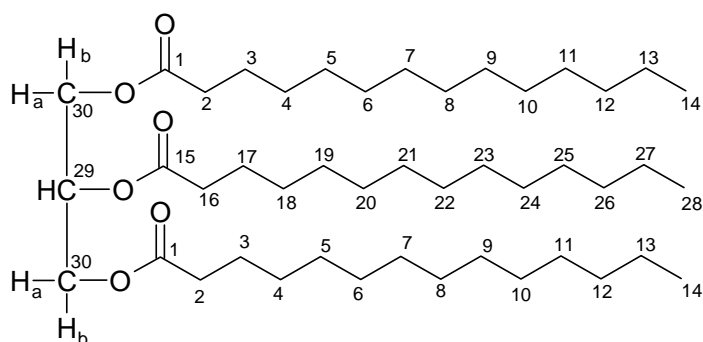
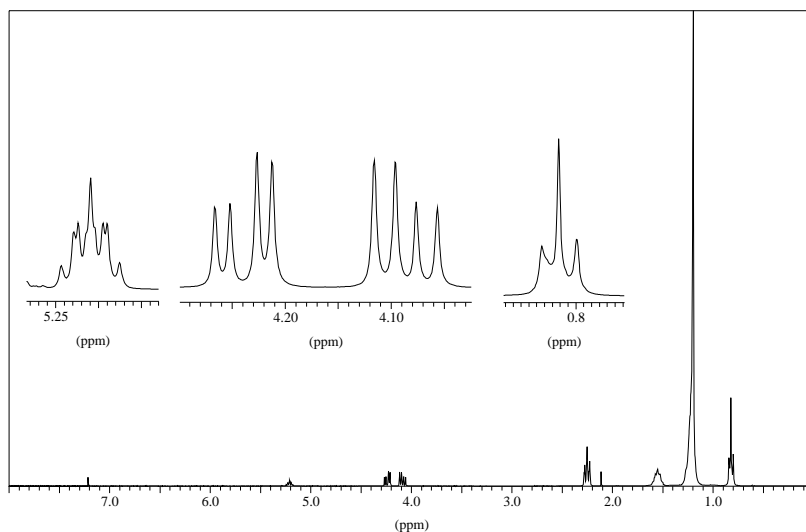
Umkristallisieren 30 Minuten

### **Unterbrechungsmöglichkeit**

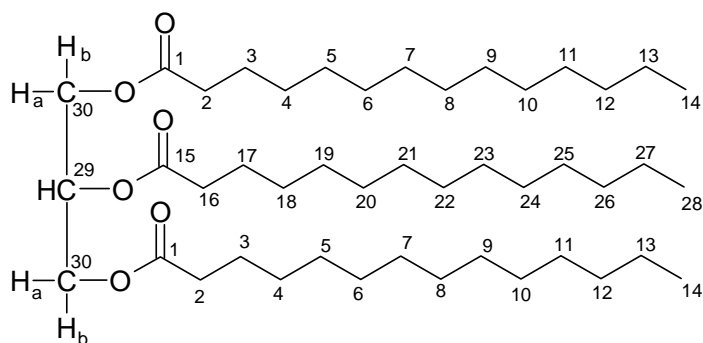
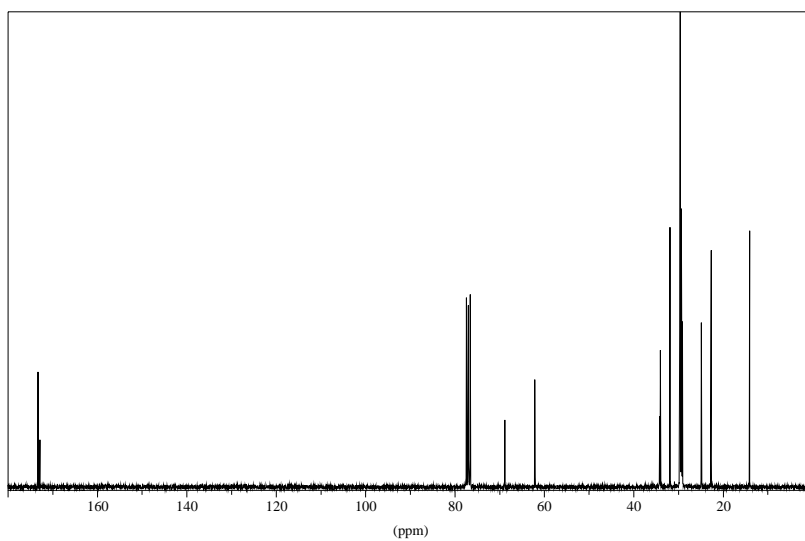
Unterbrechungen sind fast jederzeit möglich, nur das Lösungsmittel muss heiß aus den Reaktionsgefäßen entnommen werden.

### **Schwierigkeitsgrad**

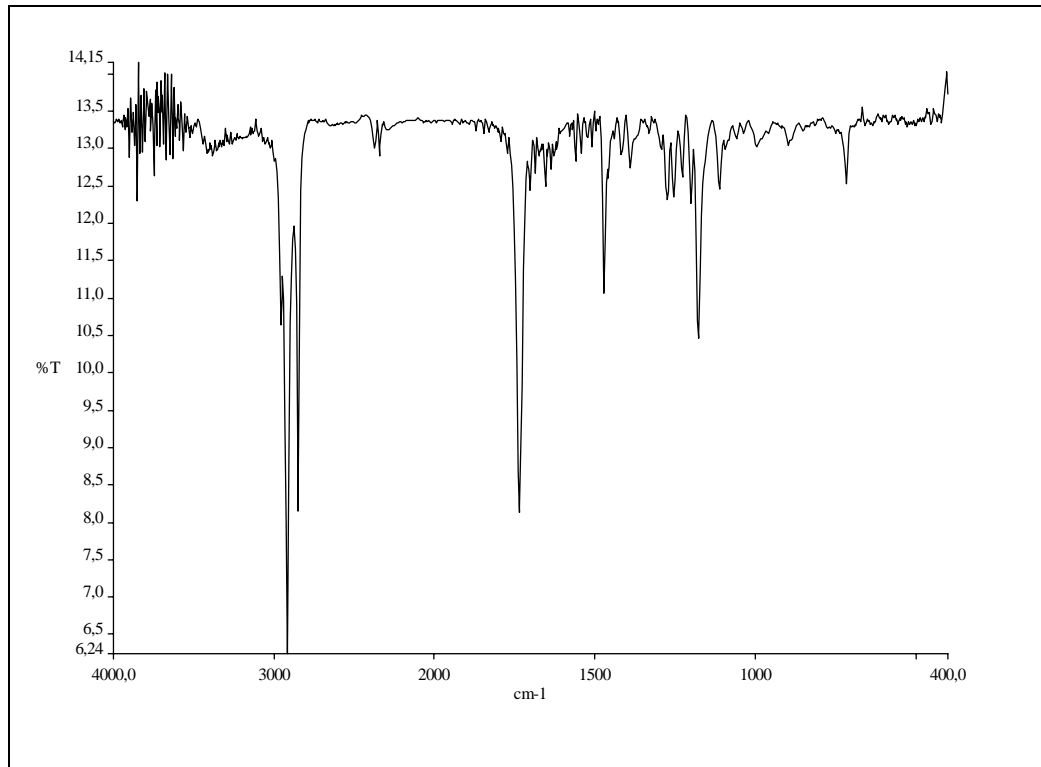
Mittel

**Analytik** **$^1\text{H}$  NMR-Spektrum vom Reinprodukt (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )**

$\delta$ (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 <sub>a</sub>
4.31	dd	2	30-H <sub>b</sub>
5.28	m	1	29-H
7.26			Lsgm.
2.11			Aceton (Verunreinigung)

**<sup>13</sup>C NMR-Spektrum vom Reinprodukt (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>)**

$\delta$ (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 <sup>-1</sup> )	Zuordnung
2950 - 2850	C - H - Valenz, Alkan
1730	C = O - Valenz, Ester