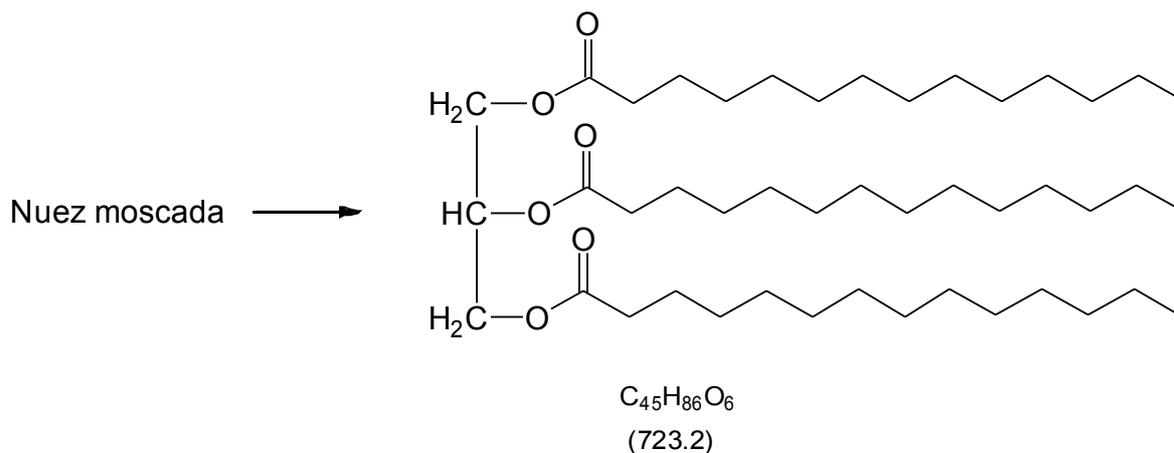


## 1021 Aislamiento de trimiristina a partir de nuez moscada



### Clasificación

#### Tipos de reacción y clases de productos

aislamiento de productos naturales  
ésteres, triglicéridos, productos naturales

#### Métodos o técnicas de trabajo

extracción con extractor Soxhlet, evaporación con rotavapor, recristalización, filtración, calefacción a reflujo, agitación con barra de agitación magnética, calefacción con baño de aceite

### Instrucciones (escala 25 g)

#### Equipo

matraz de fondo redondo de 250 mL, extractor Soxhlet de 100 mL con cartucho de extracción, refrigerante de reflujo, agitador magnético con calefacción barra de agitación magnética, rotavapor, matraz kitasato, embudo Büchner, desecador, baño de aceite

#### Productos

nuez moscada, molida fina	25 g
<i>tert</i> -butil metil eter (p eb 55 °C)	150 mL
etanol (bp 78 °C)	unos 150 mL

#### Reacción

El montaje de la reacción consta de un matraz de fondo redondo de 250 mL con una barra para agitación magnética y un extractor soxhlet de 100 mL con refrigerante de reflujo. Se introducen 25 g de nuez moscada finamente molida en un cartucho para extracción y se cubren con una pequeña capa de lana de vidrio. En el matraz de ponen 150 mL de *tert*-butil

metil eter y se caleinta a reflujo mientras se agita hasta que el disolvente que cae del cartucho de extracción sea incoloro (aproximadamente 5 horas).

### Elaboración

Se evapora el disolvente con una presión final de 20 hPa. Se enfría en un baño de hielo o en nevera el matraz conteniendo el residuo hasta que el contenido cristalice en una masa espesa.

Rendimiento de producto bruto 12 g

El producto bruto se rrecristaliza de la mínima cantidad de etanol. Antes de filtrar los cristales se tiene el matraz en la nevera durante 30 minutos como mínimo. Se filtra la masa cristalina y se seca el producto sobre gel de sílice en un desecador a vacío. Si después de la recrystalización los cristales no son incoloros, se recrystaliza una segunda vez.

Rendimiento 6.5 g (26% con respecto a la cantidad de nuez moscada utilizada); pf 54-55 °C.

### Manejo de residuos

#### Reciclado

El *tert*-butil metil eter evaporado y el etanol evaporado de las aguas madres se recogen y se redestilan.

#### Eliminación de residuos

Residuo	Eliminación
residuo de la extracción	residuos domésticos
residuo de las aguas madres	residuos domésticos

#### Tiempo

6 horas sin recrystalización

#### Pausa

Antes y después de la evaporación del disolvente

#### Grado de dificultad

Fácil

### Analíticas

#### TLC

Condiciones de TLC:

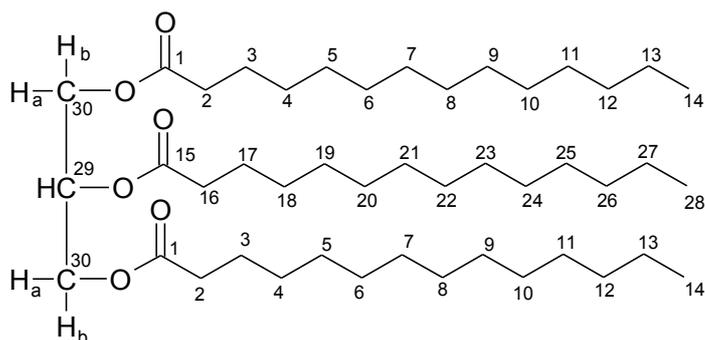
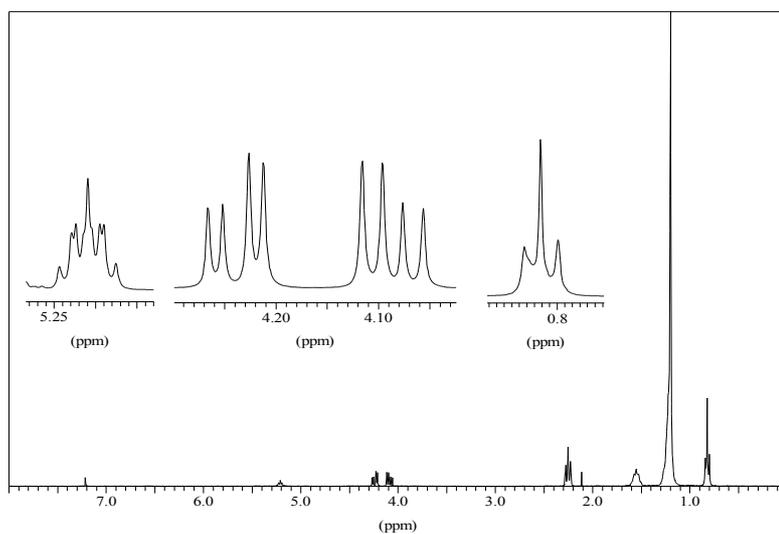
adsorbente: Placas Macherey and Nagel Polygram SilG/UV, 0,2 mm

disolvente de elución: ciclohexano/acetato de etilo 9,5: 0,5

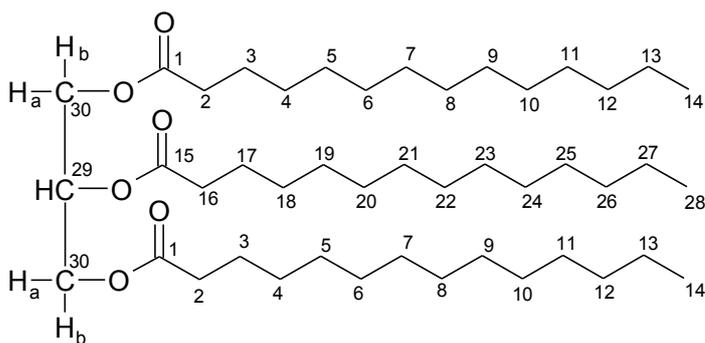
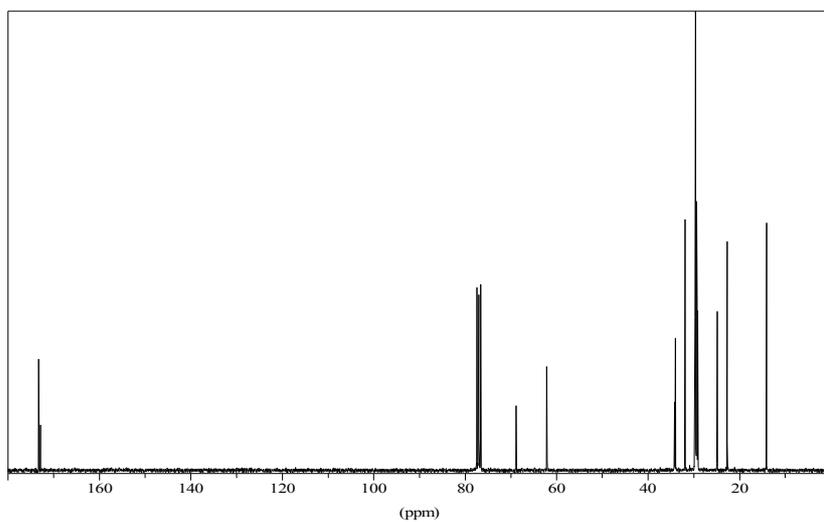
agente de revelado: Reactivo de Vaughn o vapores de yodo

(El reactivo de Vaughn está formado por 45 mL de agua, 5 mL de ácido sulfúrico copncentrado, 2,4 g de heptamolibdato amónico tetrahidratado((NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>·4H<sub>2</sub>O) y 0,1 g de Ce(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>.)

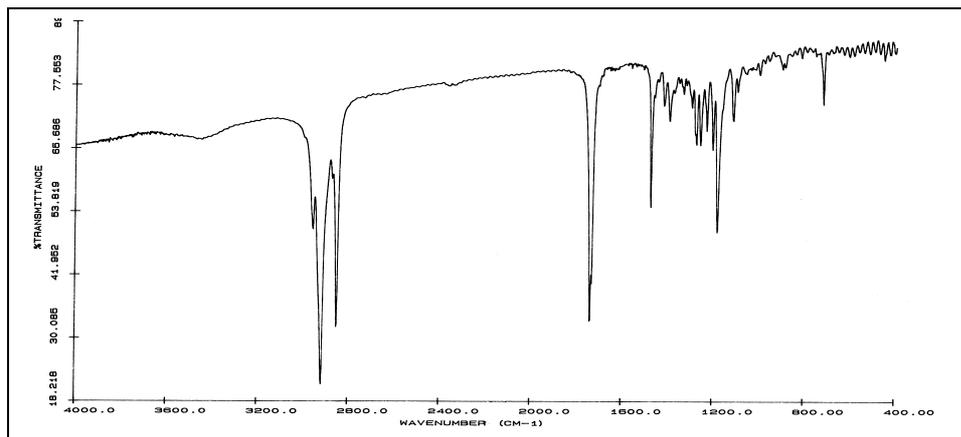
(vapores de yodo: La placa seca de TLC se introduce en un frasco que contiene unos pocos cristales de yodo. Se cierra el frasco y se calientan los cristales de yodo con con una pistola de calor hasta que se forman vapores de yodo y se hacen visibles las manchas del producto).

R<sub>f</sub> (trimiristina): 0,51**Espectro <sup>1</sup>H NMR del producto puro (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>)**

$\delta$ (ppm)	Multiplicidad	Número de H	Asignación
0,90	m	9	14-H, 28-H
1,2-1,4	m	60	4-H hasta 13-H, y 18-H hasta 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			disolvente
2,11			acetona (impureza)

**Espectro  $^{13}\text{C}$  NMR del producto puro (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )**

$\delta$ (ppm)	Assignment
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 hasta C-12 y C-18 hasta 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	disolvente

**Espectro IR del producto puro (KBr)**

(cm <sup>-1</sup> )	Asignación
2950 - 2850	tensión C - H, alcano
1730	tensión C = O, ester