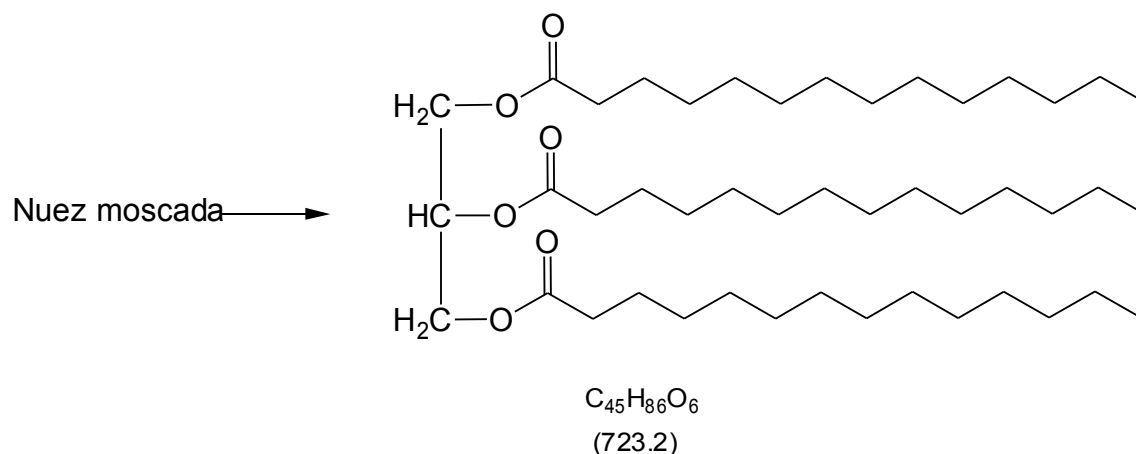


5019 Aislamiento de trimiristina a partir de nuez moscada



Clasificación

Tipos de reacción y clases de productos

aislamiento de productos naturales

éster de ácido carboxílico, triglicérido, producto natural

Métodos o técnicas de trabajo

extracción con ayuda de microondas, recristalización, filtración, evaporación con rotavapor

Instrucciones (escala 25 g)

Equipo

Sistema calefactor de microondas ETHOS 1600 y aparato de filtración y extracción en caliente HEF 270, rotavapor, matraz Kitasato, embudo Büchner

Productos

etanol (p eb 78 °C)	240 mL
nuez moscada en polvo	9-15 g

Reacción

Para el montaje del aparato de extracción en el microondas ver:

“Instrucciones Técnicas. Aparato de filtración y extracción en caliente para sistemas de microondas”.

En cada uno de los viales internos de vidrio del aparato se introducen 3-5 g de nuez moscada en polvo, una barra de agitación magnética y 40 mL de etanol. Se introducen otros 40 mL de etanol entre los viales internos y la pared exterior.

Parámetros de ajuste:

Se abre el programa Easywave® en el PC y se introducen los siguientes parámetros:

t_1 (tiempo para alcanzar la temperatura prefijada): 5 min;

t_2 (tiempo a la temperatura prefijada): 10 min;

T_0 (temperatura ambiente);

T_1 (temperatura prefijada): 120 °C;

P_1 (potencia en el paso 1): 700 W;

P_2 (potencia en el paso 2): 500 W.

Se activa el agitador magnético y se comienza el programa.

Elaboración

El extracto etanólico recogido se guarda en nevera hasta el día siguiente. La trimiristina precipitada se filtra con ayuda de un embudo a una placa filtrante pequeña y luego se seca. Si los cristales no son incoloros, el producto bruto se recrystaliza de etanol.

Rendimiento de trimiristina pura a partir de 10 g de nuez moscada molida: 0,6-0,9 g (4-6% en comparación con la cantidad de nuez moscada usada); cristales muy finos, incoloros; pf 54-55 °C (lit. 54-55 °C)

El filtrado se concentra en el rotavapor, obteniéndose un aceite marrón claro. En este aceite se pueden identificar los siguientes ácidos grasos, después de una transesterificación con hidróxido potásico metanólico: Acido caproico, ácido tridecanoico, ácido mirístico, ácido pentadecanoico, ácido palmítico, ácido *cis*-10-heptadecenoico y ácido oleico.

Comentarios

Si se obtiene el polvo de nuez moscada machacando las nueces enteras inmediatamente antes de comenzar la extracción, puede aumentarse el rendimiento de trimiristina hasta un 20 %. La cantidad total de extracto aumenta entonces hasta cerca del 50 %.

Manejo de residuos

Reciclado

El etanol evaporado se recoge y se redestila.

Eliminación de residuos

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

Tiempo

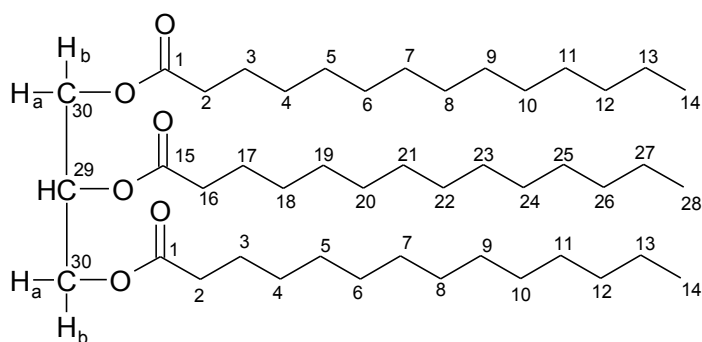
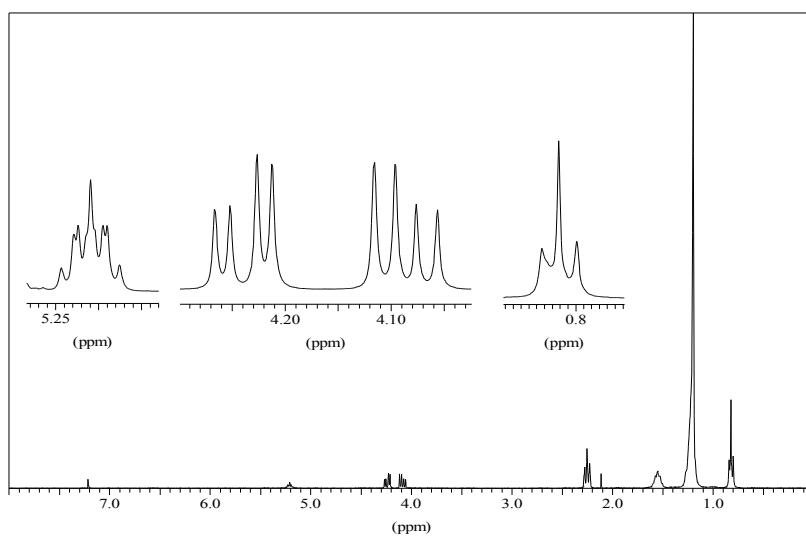
Sin recrystalización 1 hora

Pausa

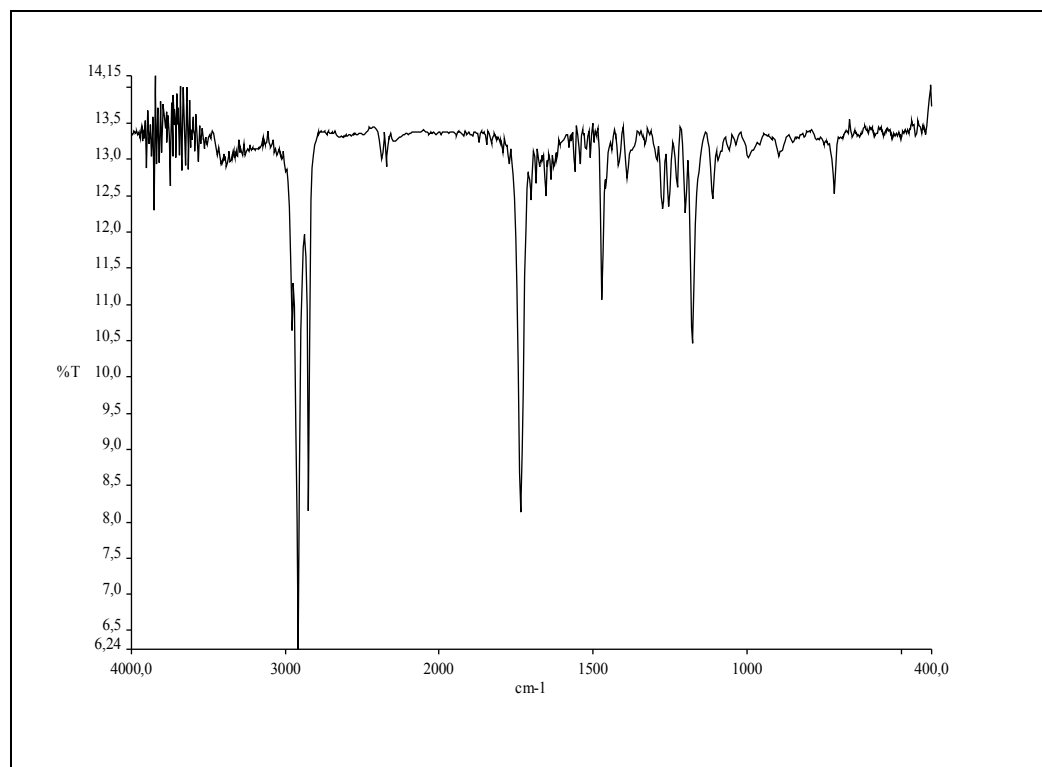
Prácticamente en cualquier momento, siempre y cuando se saque el disolvente de los viales de reacción mientras todavía está caliente.

Grado de dificultad

Medio

Analíticas**Espectro ^1H NMR del producto puro (300 MHz, CDCl_3)**

δ (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 _a
4,31	dd	2	30-H _b
5,28	m	1	29-H
7,26			disolvente
2,11			acetona (impureza)

Espectro IR del producto puro (KBr)

(cm ⁻¹)	Asignación
2950 - 2850	tensión C - H, alcano
1730	tensión C = O, ester