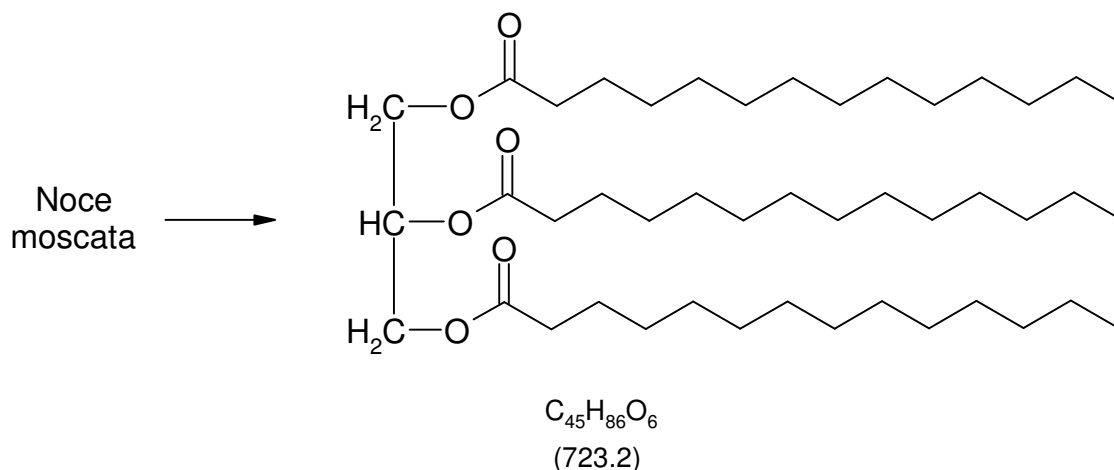


1021 Separazione della trimiristina dalla noce moscata



- **Classificazione**

Tipo di reazione e classi di sostanze

Separazione di composti da prodotti naturali;

Estere di acido carbossilico, trigliceride, prodotto naturale;

Tecniche usate

Estrazione con estrattore Soxhlet, concentrazione con evaporatore rotante, ricristallizzazione, filtrazione, riscaldamento sotto riflusso, agitazione con ancorotta magnetica, bagno riscaldante ad olio;

- **Istruzioni (scala dell'esperimento: 25 g)**

Attrezzatura

Pallone da 250 mL, estrattore Soxhlet da 100 mL con filtro per estrazioni, condensatore a riflusso, agitatore magnetico riscaldante con ancorotta magnetica, evaporatore rotante, beuta da vuoto, imbuto da vuoto Büchner, essiccatore con essiccante, lana di vetro, bagno di ghiaccio, bagno ad olio;

Sostanze

noce moscata (in polvere)	25 g
<i>tert</i> -butil metil etere (pe 55 °C)	150 mL
etanolo (pe 78 °C)	circa 150 mL

Reazione

Predisporre un pallone da 250 mL e dotarlo di ancorotta magnetica, estrattore Soxhlet (da 100 mL) e condensatore a riflusso. Riempire il filtro per estrazioni con 25 g di noce moscata finemente suddivisa e coprire il tutto con poca lana di vetro. Versare 150 mL di *tert*-butil metil etere nel recipiente di reazione e, mantenendo sotto costante agitazione, riscaldare a riflusso finché il solvente che esce dall'estrattore non risulta incolore: dovrebbero essere necessarie 5 ore circa.

Work up

Eliminare il solvente dalla miscela estratta tramite evaporatore rotante (ad una pressione di 20 hPa circa). Raffreddare quindi il pallone contenente il residuo in un bagno di ghiaccio (oppure in frigorifero), fino ad ottenere la cristallizzazione del prodotto (in realtà si ricava un impasto piuttosto denso).

Resa di prodotto grezzo: 12 g;

Ricristallizzare il prodotto grezzo utilizzando la minima quantità di etanolo necessaria; prima di procedere alla filtrazione dei cristalli, mettere il pallone in frigorifero per almeno 30 minuti. Filtrare successivamente il prodotto risultante e asciugarlo in un essiccatore contenente gel di silice a pressione ridotta. Nel caso il prodotto non fosse incolore dopo la prima ricristallizzazione, ripetere la purificazione.

Resa: 6,5 g (26% della quantità iniziale di noce moscata); punto di fusione: 54-55 °C;

Gestione dei rifiuti**Riciclo**

Il *tert*-butil metil etere e l'etanolo evaporato dalle acque madri vengono raccolti e distillati.

Suggerimenti per lo smaltimento dei rifiuti

Rifiuto/i	Smaltimento
Residuo proveniente dalle acque madri	Rifiuti domestici
Residuo proveniente dall'estrazione	Rifiuti domestici

Durata dell'esperimento

6 ore, ricristallizzazione esclusa.

Quando posso interrompere l'esperimento?

Prima e dopo l'evaporazione del solvente.

Grado di difficoltà

Facile

- Caratterizzazione**

Analisi TLC

Condizioni TLC:

Adsorbente: Lastrina Merck TLC Alu plates silica gel 60 F₂₅₄; dimensioni: 5 x 10 cm;

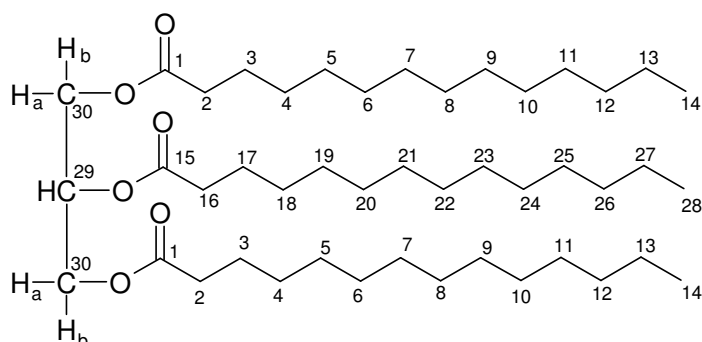
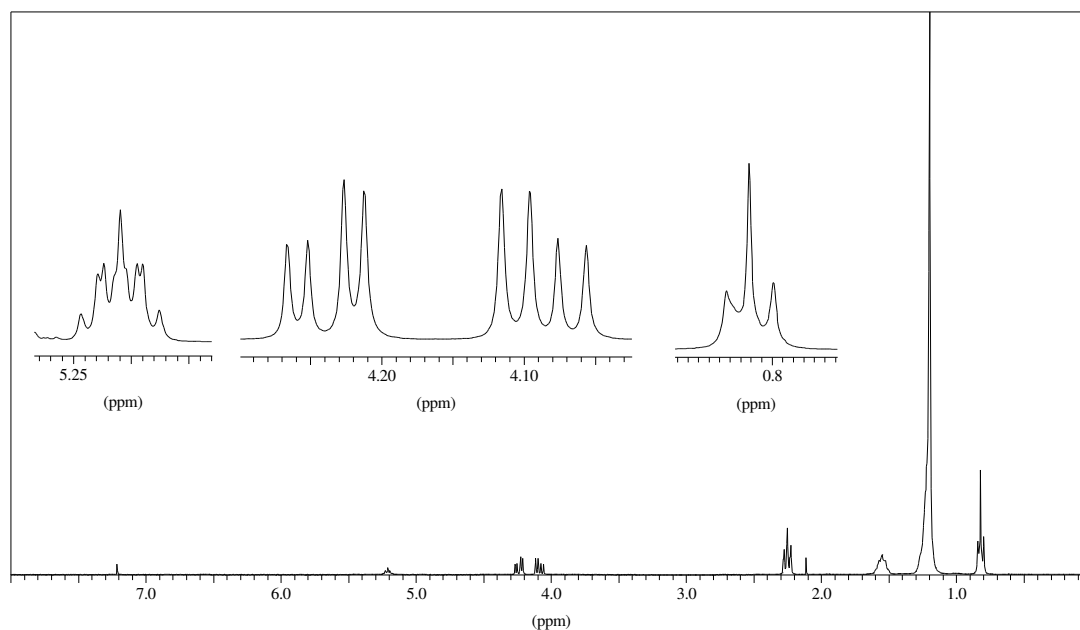
Eluente: cicloesano : acetato di etile = 95 : 5

Agente per la

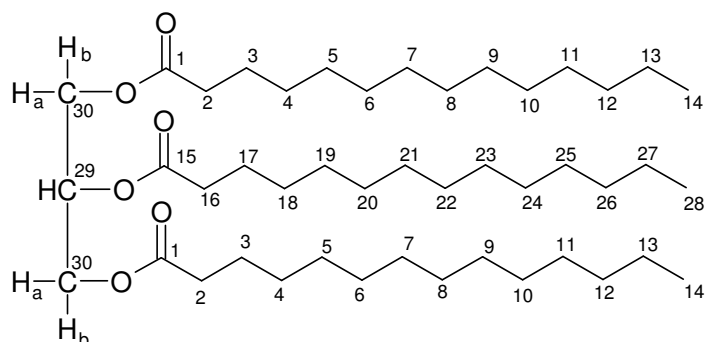
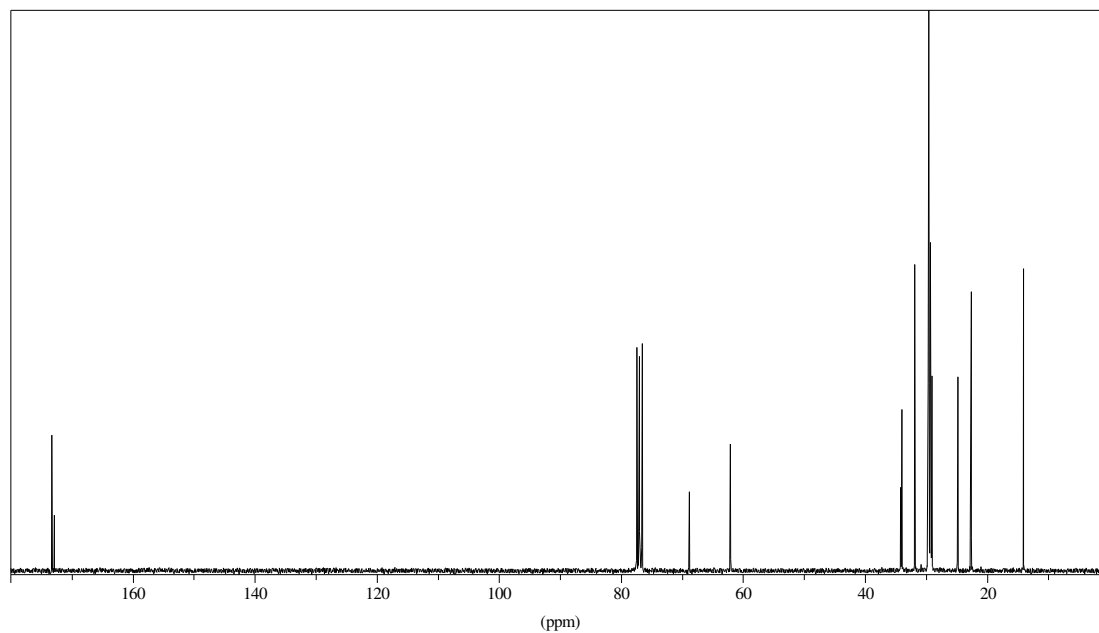
visualizzazione: Reagente di Vaughn o vapori di iodio
Il reagente di Vaughn si prepara da 45 mL d'acqua, 5 mL di acido solforico concentrato, 2,4 g di eptamolibdato di ammonio tetraidrato ((NH₄)₆Mo₇O₂₄ · 4H₂O) e 0,1 g di solfato di Cerio(IV) (Ce(SO₄)₂).

Vapori di iodio: posizionare la lastrina TLC asciutta in un recipiente contenente pochi cristalli di iodio. Chiudere il contenitore e scaldare i cristalli con una pistola termica fino alla formazione dei vapori di iodio e alla comparsa delle macchie relative alle sostanze.

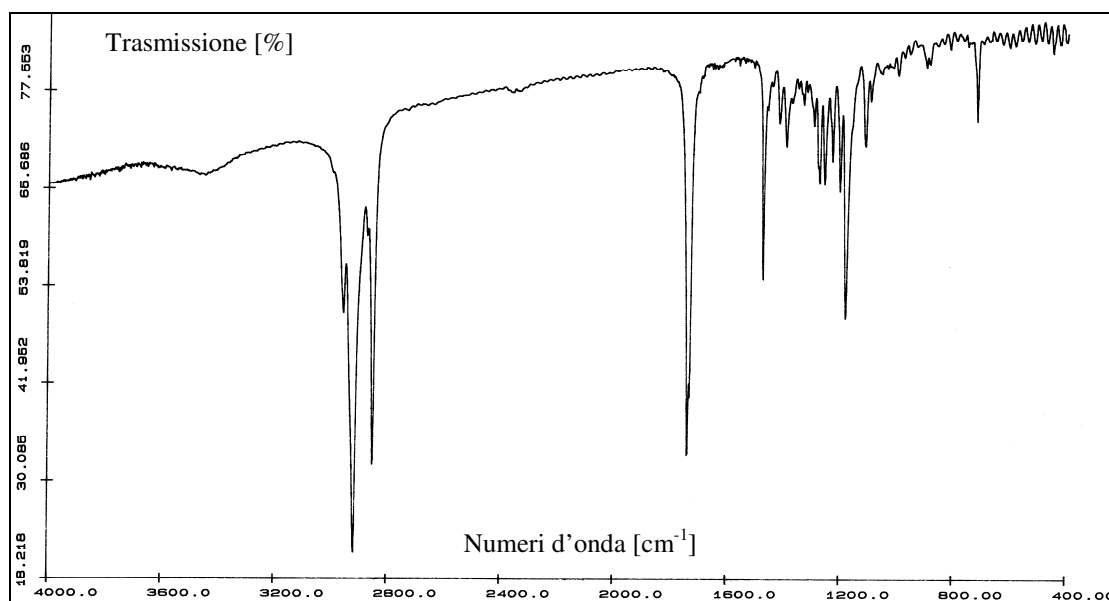
R_f (trimiristina): 0,51

Spettro ^1H NMR del prodotto puro (300 MHz, CDCl_3)

δ [ppm]	Molteplicità	Numero di H	Assegnazione
0.90	m	9	14-H, 28-H
1.2-1.4	m	60	da 4-H a 13-H e da 18-H a 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			solvente
2.11			acetone (impurezza)

Spettro ^{13}C NMR del prodotto puro (75,5 MHz, CDCl_3)

δ [ppm]	Assegnazione
14.08	C-14, C-28
22.66	C-13, C-27
24.85, 24.89	C-3, C-17
29.06-31.90	da C-4 a C-12 e da C-18 a 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	solvente

Spettro IR del prodotto puro (KBr)

[cm ⁻¹]	Assegnazione
2950 - 2850	C-H stretching, alcano
1730	C=O stretching, estere