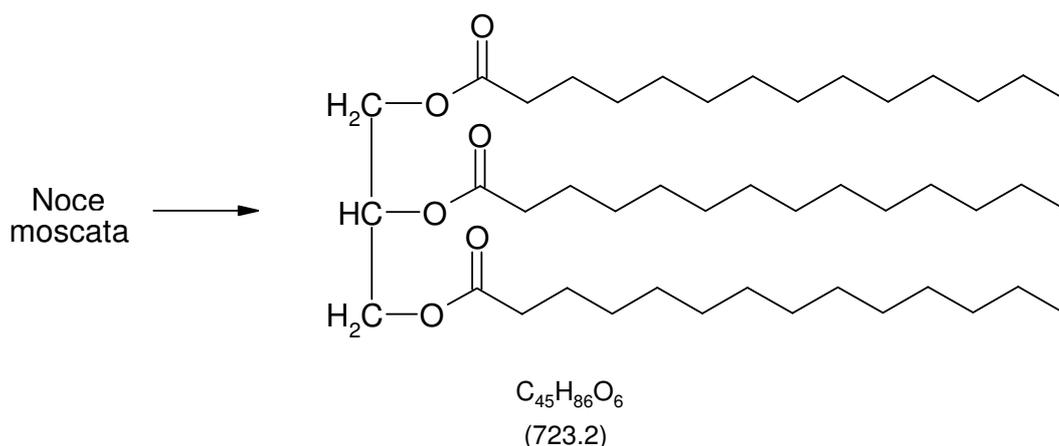


5019 Separazione della trimiristina dalla noce moscata



- **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 uso di micro-onde, ricristallizzazione, filtrazione, concentrazione con evaporatore rotante;

- **Istruzioni (scala dell'esperimento: 10 g circa)**

Attrezzatura

Forno a micro-onde ETHOS 1600 e apparato per estrazioni a caldo HEF 270, evaporatore rotante, beuta da vuoto, imbuto da vuoto Büchner;

Sostanze

etanolo (pe 78 °C)	240 mL
noce moscata (in polvere)	9-15 g

Reazione

Per il montaggio dell'apparato di estrazione si rimanda all'articolo: "Istruzioni tecniche - estrazione-filtrazione a caldo nei forni a micro-onde", presente nella sezione "Tecniche" di questo stesso sito.

Posizionare in ciascuno dei recipienti di vetro interni 3-5 g di noce moscata in polvere, un'ancoretta magnetica e 40 mL di etanolo. Versare un volume aggiuntivo di etanolo (40 mL) nello spazio compreso tra le boccette interne e la parete esterna.

Per l'esecuzione dell'esperimento devono essere settati i seguenti parametri, ricorrendo al programma per PC "Easywave[®]"):

t_1 (tempo necessario per raggiungere la temperatura programmata):	5 minuti
t_2 (tempo di permanenza alla temperatura programmata):	10 minuti
T_0 (temperatura iniziale):	temperatura ambiente

T_1 (temperatura programmata):	120 °C
P_1 (potenza durante la prima fase):	700 W
P_2 (potenza durante la seconda fase):	500 W

Attivare l'agitazione magnetica e far partire il programma.

Work up

Lasciar riposare la miscela estratta per una notte in frigorifero. Filtrare la trimiristina precipitata su un imbuto da vuoto Büchner (oppure ricorrendo ad un piccolo setto) e asciugarla. Se i cristalli non si dovessero presentare incolori, procedere con una ricristallizzazione da etanolo.

Resa di trimiristina pura da 10 g di noce moscata: 0,6-0,9 g (6-9% della quantità iniziale di noce moscata); punto di fusione: 54-55 °C (letteratura: 54-55 °C); aspetto: piccoli cristalli incolori;

Concentrare la soluzione filtrata all'evaporatore rotante: in questo modo si ottiene un olio di colore marrone chiaro. In questo liquido sono contenuti diversi acidi grassi, che possono essere identificati eseguendo una trans-esterificazione con una soluzione di idrossido di potassio in metanolo; in particolare, è possibile riscontrare: acido capronico, acido tridecanoico, acido miristico, acido pentadecanoico, acido palmitico, acido *cis*-10-eptadecenoico e acido oleico.

Commenti

Se la noce moscata venisse macinata immediatamente prima dell'esperimento, la resa della separazione potrebbe essere aumentata anche del 20% in termini di trimiristina. La quantità totale di materiale che si riesce ad estrarre, invece, cresce addirittura del 50%.

Gestione dei rifiuti

Riciclo

L'etanolo evaporato viene raccolto e distillato.

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

1 ora, ricristallizzazione esclusa.

Quando posso interrompere l'esperimento?

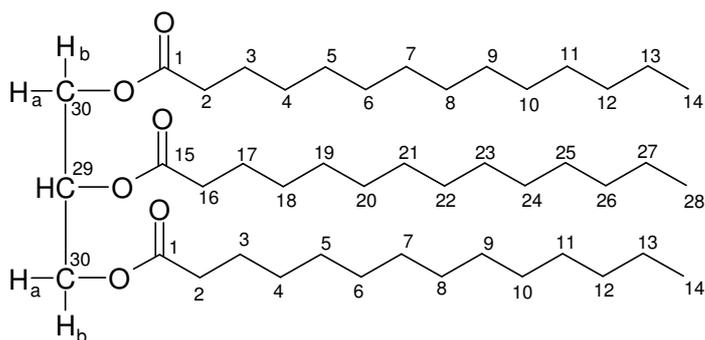
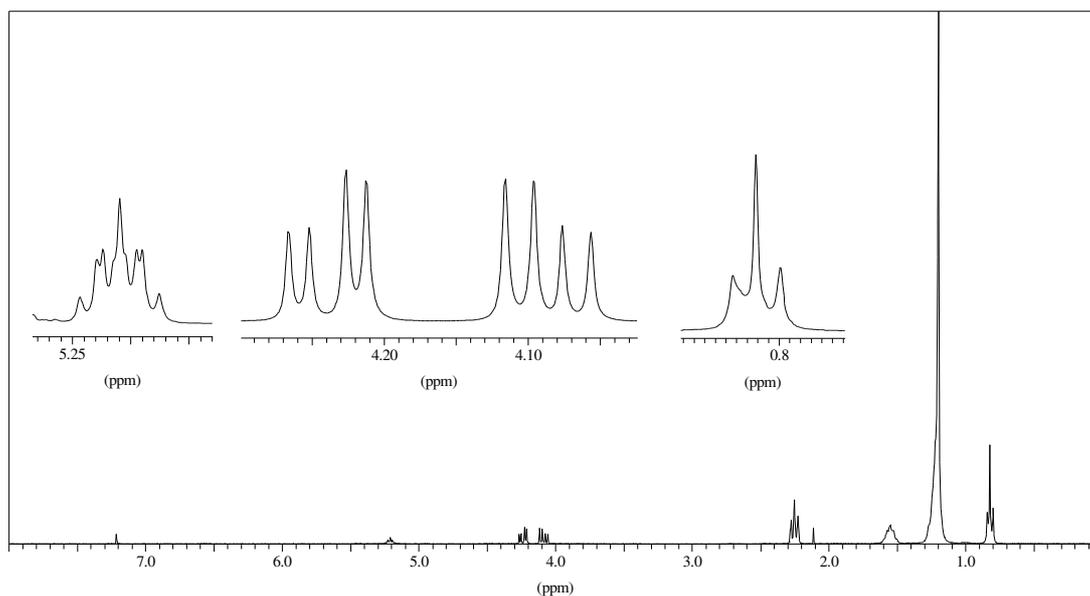
Praticamente in ogni momento, a patto che il solvente venga prelevato dalle boccette di reazione ancora caldo.

Grado di difficoltà

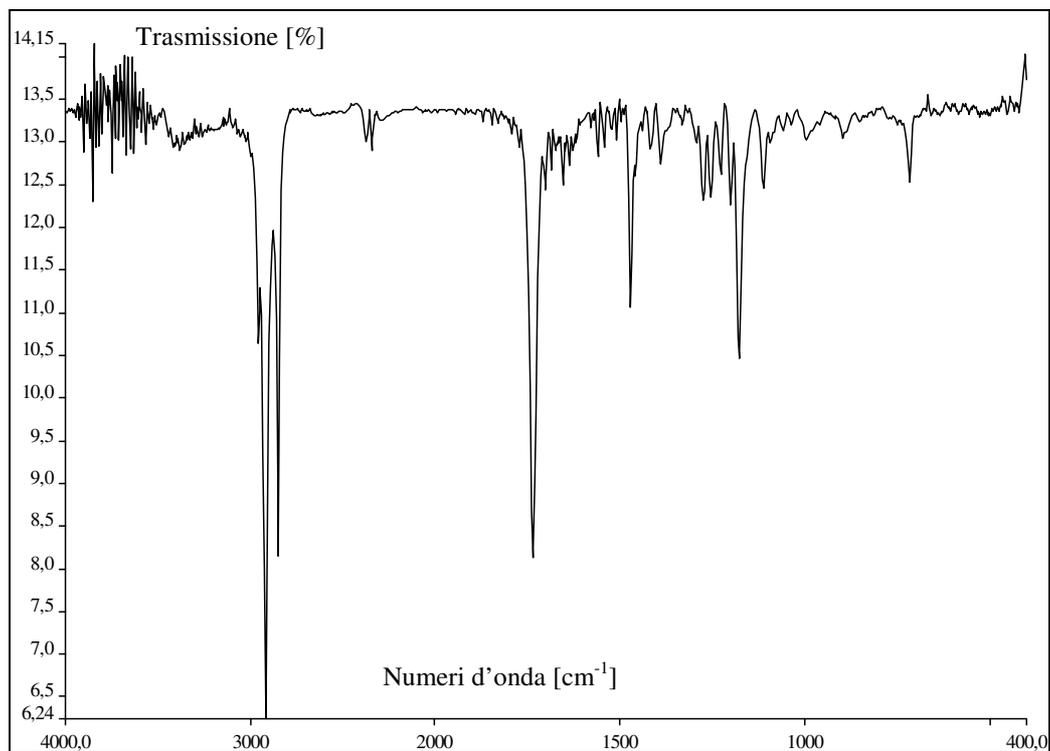
Medio

- **Caratterizzazione**

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 IR del prodotto puro (KBr)

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