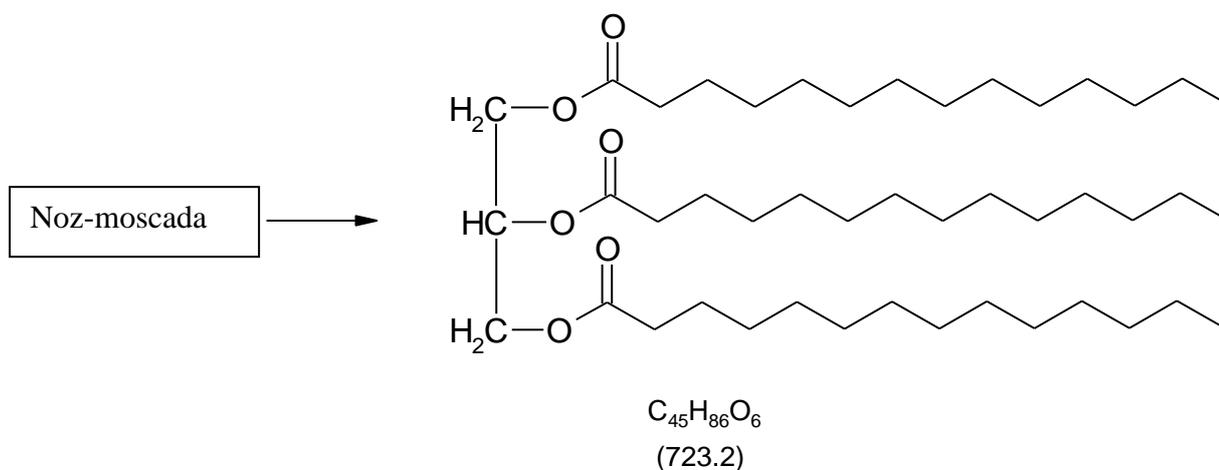


1021 Isolamento da trimiristina da noz-moscada



Classificação

Tipos de reação e classes de substâncias

isolamento de produtos naturais

ésteres de ácidos carboxílicos, triglicérides, produtos naturais

Técnicas de trabalho

extração com extrator Soxhlet, evaporação com evaporador rotativo, recristalização, filtração, aquecimento sob refluxo, agitação magnética, aquecimento com banho de óleo

Instruções (escala em batelada de 25 g)

Materiais

balão de fundo redondo de 250 mL, extrator Soxhlet de 100 mL, cartucho de extração, lâ de vidro, condensador de refluxo, agitador magnético com aquecimento, agitador magnético, evaporador rotatório, kitassato, filtro de Büchner, dessecador, banho de óleo

Substâncias de Partida

Noz-moscada, finamente moída	25 g
Éter metil <i>terc</i> -butílico (pe 55°C)	150 mL
Etanol (pe 78°C)	cerca de 150 mL

Reação

A aparelhagem consiste de um balão de fundo redondo de 250 ml, com agitador magnético e um aparelho de extração Soxhlet de 100 mL, acoplado a um condensador de refluxo. 25 g de noz-moscada finamente moída são colocados no cartucho de extração e cobertos com um pouco de lâ de vidro. 150 mL de éter metil *terc*-butílico são colocados dentro do balão sob agitação, o solvente é aquecido para refluxar até que o líquido extrativo que sair do cartucho de extração seja incolor (cerca de 5 horas).

Etapa final

O solvente é evaporado com uma pressão final de 20 hPa. O frasco contendo o resíduo é resfriado em um banho de gelo ou na geladeira, até que o conteúdo tenha cristalizado formando uma pasta grossa.

Rendimento bruto do produto: 12 g

O produto bruto é recristalizado a partir da quantidade mínima de álcool. Antes de filtrar os cristais, o balão é colocado na geladeira por pelo menos 30 minutos. A pasta cristalina é filtrada e o produto é seco sobre sílica gel em um dessecador a vácuo. No caso dos cristais apresentarem coloração após a primeira recristalização, deve-se efetuar uma segunda recristalização.

Rendimento de 6,5 g (26% em relação à massa de noz-moscada utilizada); pf 54-55°C.

Gerenciamento dos resíduos

Reciclagem

O éter metil *terc*-butílico e o etanol evaporados a partir da solução mãe são recolhidos e redistilados.

Disposição dos Resíduos

Resíduo	Disposição
Resíduo de extração	resíduo doméstico
Resíduo da solução-mãe	resíduo doméstico

Tempo

6 horas (sem considerar a recristalização)

Possível Intervalo

Antes e após a evaporação do solvente

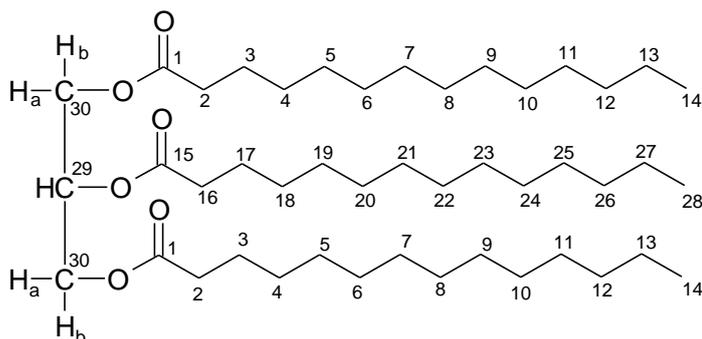
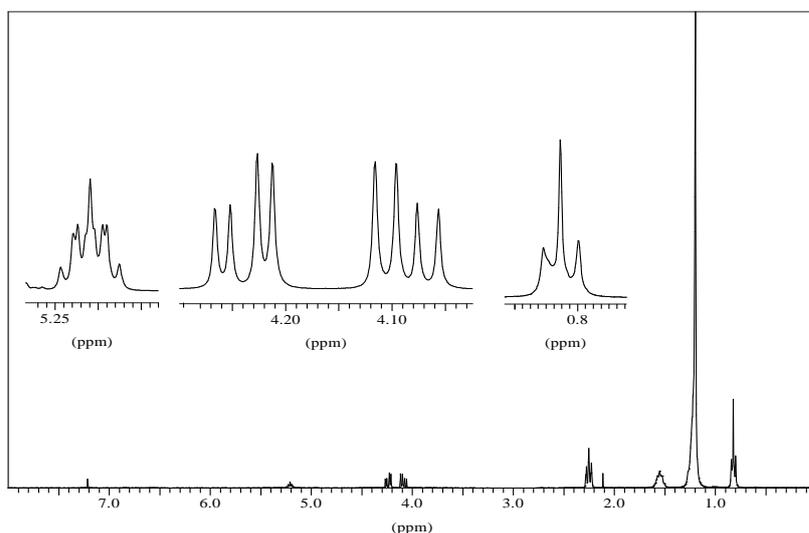
Grau de dificuldade

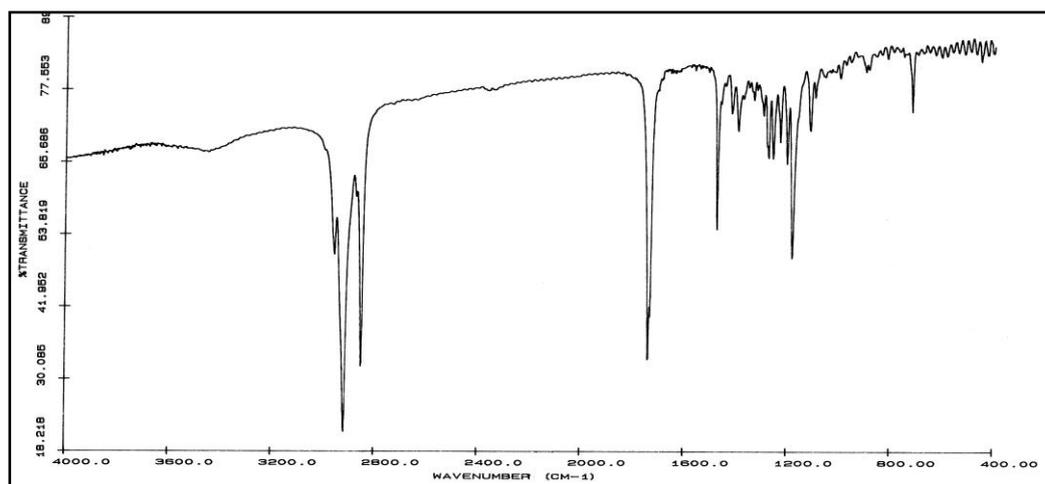
Fácil

Caracterização**Cromatografia de camada delgada - CCD**

Condições da análise:

Adsorvente:	Placas Macherey e Nagel Polygram SilG/UV, 0,2 mm
Eluente	ciclohexano/ acetato de etila 9.5: 0.5
Detecção	Reagente de Vaughn ou vapor de iodo (O reagente de Vaughn é composto de 45 mL de água, 5 ml de ácido sulfúrico concentrado, 2,4 g de heptamolibdato de amônio tetra hidratado ((NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ •4H ₂ O) e 0,1 g de Ce(SO ₄) ₂). (Vapor de Iodo: A placa cromatográfica seca é colocada em um recipiente contendo alguns cristais de iodo. O recipiente é fechado e os cristais de iodo são aquecidos com uma pistola de ar quente até haver a formação de vapor de iodo e conseqüentemente o surgimento de manchas visíveis da substância).
R _f (Trimiristina):	0,51

Espectro RMN ¹H do produto puro (300 MHz, CDCl₃)

Espectro de Infravermelho do produto puro (KBr)

(cm ⁻¹)	Atribuição
2950 – 2850	Estiramento C – H, alcano
1730	Estiramento C = O, éster