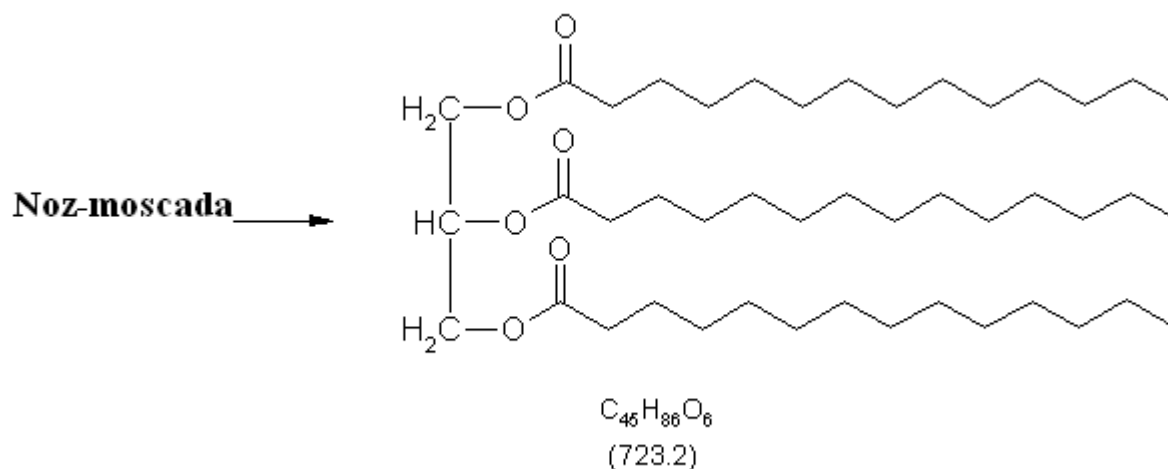


**5019 - Isolamento da trimiristina à partir da noz-moscada****Classificação****Tipos de reação e grupos de substâncias**

Isolamento do produto natural.

Ácido carboxílico, triglicerídeo, produto natural.

**Técnicas de trabalho**

Extração por microondas, recristalização, filtração e evaporação em rotaevaporador.

**Instruções (escala em batelada de 9-25 g)****Materiais**

Sistema de microondas ETHOS 1600 e aparelho de filtração para extração à quente HEF 270 (MLS GmbH, Leutkirch), rotaevaporador, kitasato, funil tipo Büchner.

**Substâncias de Partida**

Etanol (pe 78 °C)                      240 mL (três vezes 80 mL)

Noz-moscada em pó                      9-15 g (três vezes 3-5 g)

**Reação**

Para a montagem da aparelhagem de extração no equipamento de microondas ver:

“Instruções técnicas para a montagem de um aparelho de extração e filtração à quente HEF 270 no sistema de microondas ETHOS 1600”

Em cada frasco de vidro no interior do aparelho adicionar 3-5 g de noz-moscada em pó, uma barra de agitação magnética e 40 mL de etanol. Preencher o espaço entre os tubos internos e o frasco de suporte com 40 mL de etanol.

Estabelecimento dos parâmetros:

O programa Easywave<sup>®</sup> é aberto no computador e os seguintes parâmetros são definidos:

$t_1$  (tempo para alcançar a temperatura programada): 5 min;

$t_2$  (tempo na temperatura definida): 10 min;

$T_0$  (temperatura ambiente);

$T_1$  (temperatura definida): 120 °C;

$P_1$  (potência no passo 1): 700 W;

$P_2$  (potência no passo 2): 500 W.

A agitação magnética é ativada e o programa é iniciado.

### Etapa final

O extrato etanólico obtido é armazenado durante a noite no refrigerador. O precipitado da trimistirina é filtrado através de um funil ou filtro sinterizado e então seco. Se os cristais não forem incolores, o produto bruto é recristalizado em etanol.

O rendimento de a trimiristina pura a partir de 10 g de noz-moscada é de 0,6-0,9 g (4-6% da quantidade de noz-moscada utilizada); cristais muito finos e incolores; pf 54-55 °C (lit. 54-55 °C).

O filtrado é concentrado no rotaevaporador, permanecendo como resíduo um óleo marrom claro. Os seguintes ácidos graxos podem ser detectados neste óleo, depois de uma transesterificação com hidróxido de potássio metanólico: ácido capróico, ácido tridecanóico, ácido mirístico, ácido pentadecanóico, ácido palmítico, ácido *cis*-10-heptadecenóico e ácido oléico.

### Comentários

Se a noz-moscada for pulverizada a partir da semente inteira por trituração total da noz-moscada imediatamente antes do início da extração, o rendimento da trimiristina pode ser aumentado em 20%. O rendimento do extrato total é equivalente a 50%.

### Gerenciamento dos resíduos

#### Reciclagem

O etanol evaporado é coletado e redestilado.

#### Disposição dos resíduos

Resíduos	Disposição
Resíduo da extração	resíduo doméstico
Resíduo da água-mãe	resíduo doméstico

### Tempo

Extração com a preparação do processo 30 minutos.

Filtração 30 minutos

Recristalização 30 minutos

### Possível Intervalo

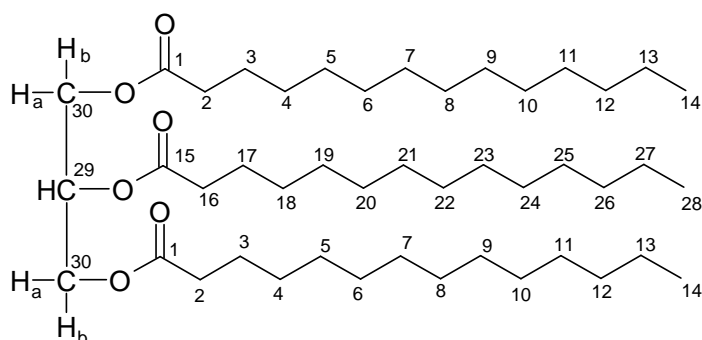
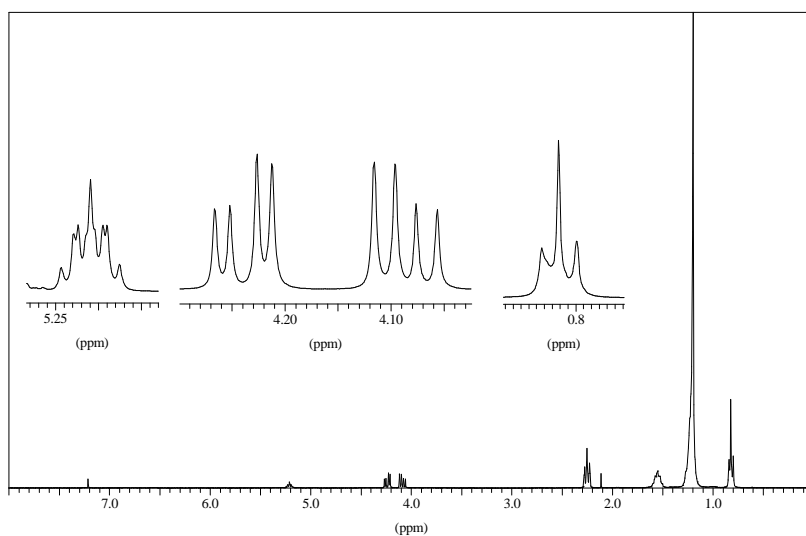
O processo pode ser interrompido praticamente em qualquer estágio, no entanto o solvente deve ser retirado do balão reacional ainda quente.

### Grau de dificuldade

Médio

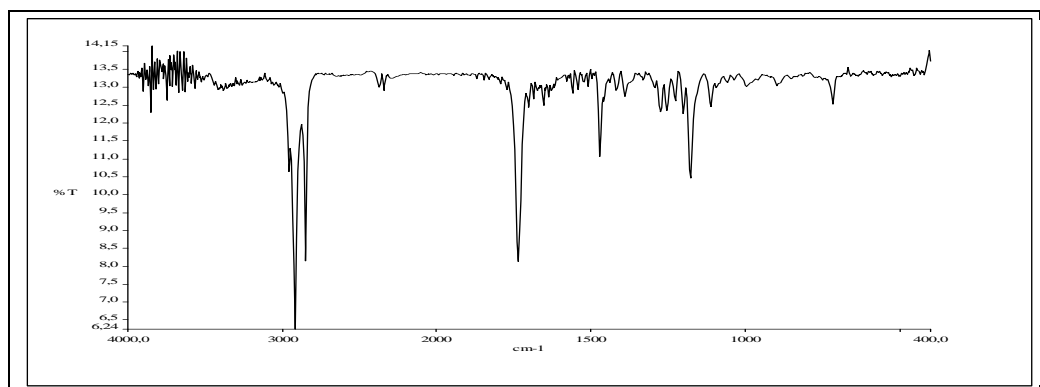
## Caracterização

### Espectro de RMN $^1\text{H}$ do produto puro (300 MHz, $\text{CDCl}_3$ )



$\delta$ (ppm)	Multiplicidade	Número de H	Atribuição
0,90	m	9	14-H, 28-H
1,2-1,4	m	60	4-H até 13-H, e 18-H até 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- $\text{H}_a$
4,31	dd	2	30- $\text{H}_b$
5,28	m	1	29-H
7,26			solvente
2,11			acetona (impureza)



**Espectro de Infravermelho do produto puro (KBr)**

( $\text{cm}^{-1}$ )	Atribuição
2950 - 2850	Estiramento C – H, alceno
1730	Estiramento C = O, éster