



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Projekt współfinansowany przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego

ZADANIE 1A

TRIMIRYSTYNA

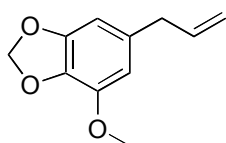


Celem ćwiczenia jest wyodrębnienie tłuszczu występującego w gałce muskatołowej. Przyprawę tę otrzymuje się z wysuszonych nasion (pestek) owoców tropikalnego drzewa zwanego muskatołowcem korzennym (*Myristica fragrans*). Światowa produkcja gałki muskatołowej przekracza 10 tys. ton rocznie, przy czym głównymi eksporterami tego produktu są Indonezja i Grenada. Gałka muskatołowa jest używana i ceniona jako przyprawa spożywcza o delikatnym smaku.



Muskatołowiec korzenny i jego rozpolowiony owoc.

Jednym ze składników występujących w gałce w znacznych ilościach jest tłuszcz – trimirystyna. Jest to trigliceryd nietypowy - mimo iż jest tłuszczem pochodzenia roślinnego, to w temperaturze pokojowej jest stałą, krystaliczną substancją. Ponadto, w odróżnieniu od zdecydowanej większości naturalnych triglicerydów, jest estrem glicerolu i tylko jednego kwasu tłuszczowego! Inne lipidy występują w gałce tylko w niewielkich ilościach, możliwa jest więc efektywna izolacja trimirystyny we względnie czystej postaci. Trimirystyna znalazła zastosowanie w kosmetyce i przemyśle spożywczym jako domieszka do masła kakaowego, a ponadto sporadycznie jako smar przemysłowy.



mirystycyna

Omawiając związki występujące w owocach muskatołowca należy wspomnieć jeszcze o jednym ze składników występującym w olejkach eterycznych gałki muskatołowej – mirystycynie. Związek jest odpowiedzialny za działanie insektycydowe preparatów na bazie gałki muskatołowej, lecz jednocześnie może być niebezpieczny dla istot wyższych – w przypadku spożycia powoduje zaburzenia świadomości, omdlenia lub długotrwałą senność i zmęczenie w wyniku silnego obniżenia ciśnienia krwi. Efekty te mogą trwać nawet kilka dni!

„Zwiększenie liczby wysoko wykwalifikowanych absolwentów kierunków ścisłych Uniwersytetu Jagiellońskiego”

UDA-POKL.04.01.02-00-097/09-00

www.zamawiane.uj.edu.pl



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Projekt współfinansowany przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego

Niepożądane działanie mirystycyny objawia się po spożyciu gałki w znacznie większej ilości niż zazwyczaj stosuje się w kuchni, jednak powinno się unikać podawania potraw zawierających tę przyprawę małym dzieciom oraz zwierzętom domowym, które mogą mieć znacznie niższy od człowieka próg tolerancji na mirystycynę.

Odczynniki:

gałka muskatołowa ^S	10 g	(rozdrobniona, można użyć przyniesionej przez siebie)
aceton cz. ^D	5,0 cm ³	
dichlorometan ^D	180 cm ³	

UWAGA: Chlorek metylenu jest podejrzewany o działanie rakotwórcze (w przypadku stałej ekspozycji na wysokie stężenia) - wszystkie operacje należy wykonywać pod sprawnie działającym wyciągiem!

^S - dostępne w szafie; ^D - dostępne pod dyktando

Możliwość przerwania: w dowolnym momencie

Odważoną porcję gałki muskatołowej (ok. 10 g) umieszcza się w gilzie aparatu Soxhleta (o poj. 100 cm³), zatykając górny otwór kłębkiem waty. Aparat Soxhleta wraz z chłodnicą mocuje się w szyjce kolby o poj. 250 cm³, zawierającej 180 cm³ dichlorometanu. Ekstrakcję prowadzi się przez ok. 1,5 godziny (min. 8 - 10 cykli ekstrakcyjnych). Po ostudzeniu roztwór zawarty w kolbie należy zagęścić na wyparce rotacyjnej.¹

UWAGA: Odbieralnik wyparki musi być czysty i suchy! Oddestylowany rozpuszczalnik należy umieścić w pojemniku podpisanym "Zlewki chlorku metylenu" lub "Zlewki dichlorometanu"! W przypadku braku pojemnika należy poinformować prowadzącego. Nie wylewać do odpadów!

Pozostały po odparowaniu żółtawy olej, w którym niewyczuwalny jest już zapach chlorku metylenu, rozpuszcza się na ciepło w kilku cm³ czystego acetonu i przenosi się przy pomocy pipetki Pasteura z kolbki okrągłodennej do szklanej fiolki zamykanej korkiem plastikowym. Fiolkę wraz z zawartością chłodzi się intensywnie w lodzie lub zostawia w zamrażalniku. Wydzielony praktycznie bezbarwny osad odsącza się na lejku Hirsha (ewentualnie Büchnera) i przemywa 1-2 cm³ zimnego acetonu,² a następnie pozostawia do wysuszenia na powietrzu (nie wolno pod lampą!) i mierzy jego temperaturę topnienia.



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Projekt współfinansowany przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego

Czysty tłuszcz topi się w temperaturze 55-56 °C, ale nie należy oczekiwać, aby jednorazowa krystalizacja produktu ekstrakcji z materiału roślinnego dała związek o czystości analitycznej. Wysuszoną na powietrzu pozostałość zmielonej gałki należy zważyć w celu wyliczenia bilansu masowego wykonanej ekstrakcji.

HYDROLIZA GLICERYDU

Odczynniki:

trimirystyna	0,30 g	(z poprzedniego doświadczenia)
wodorotlenek sodu	2,40 g	
manganian(VII) potasu ^S	kilka miligramów	
kwas chlorowodorowy stęż. ^D	24 cm ³	
etanol ^S	10 cm ³	

^S - dostępne w szafie; ^D - dostępne pod dyktando

W kolbce okrągłodennej o poj. 50 cm³ umieszcza się wodorotlenek sodu oraz 10 cm³ wody, 10 cm³ etanolu. Po rozpuszczeniu się NaOH należy dodać trimirystynę. Zawartość kolby ogrzewa się do łagodnego wrzenia przez 1 godzinę, a po ochłodzeniu wylewa do 10 cm³ wody. Jeżeli uzyskana mieszanina nie jest klarowna, to należy ją przesączyć przez sączonek karbowany. Następnie dodaje się porcjami kwas chlorowodorowy, chłodząc równocześnie kolbkę ze zobojętnianym roztworem w wodzie z lodem. W trakcie zobojętniania wydziela się kwas tłuszczowy, początkowo w formie zawiesiny, a po pewnym czasie bezbarwnych kryształków. Otrzymany związek odsącza się na małym lejku Hirsha, przemywa 5 cm³ zimnej wody i suszy na powietrzu.³

Na podstawie porównania temperatury topnienia otrzymanego związku z wartościami tablicowymi* dla kwasów tłuszczowych oraz na podstawie wyników reakcji próbki związku z roztworem manganianu(VII) potasu należy ustalić jednoznacznie strukturę triglicerydu występującego w gałce muszkatołowej.

Zadanie dodatkowe: Odrobinę kwasu umieścić w probówce z kilkoma cm³ wody. Następnie dodać kilka kropli 10 % r-ro NaOH i silnie wstrząsnąć probówką. Co można zaobserwować? Jakie są przyczyny tego zjawiska?⁴

*Można wykorzystać tablice na końcu książki R. Walczyna, J. Sokołowski, G. Kupryszewski Analiza związków organicznych



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Projekt współfinansowany przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego

Zadania:

1. Ile różnych struktur (uwzględniając enancjomery!) można zaproponować dla triglicerydu, który w wyniku hydrolizy daje, obok gliceryny, dwa różne kwasy tłuszczowe (np. stearynowy i palmitynowy)? Podaj ich wzory i nazwy.
2. Scharakteryzuj zwięźle jedną z grup lipidów, które nie zostały opisane we wprowadzeniu teoretycznym do ćwiczenia.
3. Podaj przykłady terpenów innych niż wymienione we wprowadzeniu teoretycznym, należących do grupy mono-, seskwi-, tri- i tetraterpenów oraz źródła naturalne ich występowania. Wyjaśnij terminologię terpenów zawartą w tym pytaniu.
4. Dokonaj pełnej interpretacji widm IR i NMR zarejestrowanych dla wyodrębnionych produktów. Co można powiedzieć na ich podstawie o czystości tych związków?
5. Aparat Soxhleta stosowany jest nie tylko w preparatyce, ale również w analizie chemicznej. Opisz krótko jedno z możliwych analitycznych zastosowań tego ekstraktora.

UWAGI I ZAGOSPODAROWANIE ODPADÓW

- ¹ **Dichlorometan po ekstrakcji należy zebrać do czystego odbieralnika wyparki i umieścić w pojemniku oznakowanym "Zlewki dichlorometanu" lub "Zlewki chlorku metylenu". Gałkę muszkatołową z gilzy należy wysuszyć i wyrzucić do kosza. Gilzę należy wysuszyć i zwrócić do przygotowalni**
- ² **Roztwór po odsączeniu/przemywaniu należy umieścić w pojemniku na odpady O**
- ³ **Roztwór po odsączeniu osadu umieścić w pojemniku na odpady W-K**
- ⁴ **Roztwór umieścić w pojemniku na odpady W-Z**