

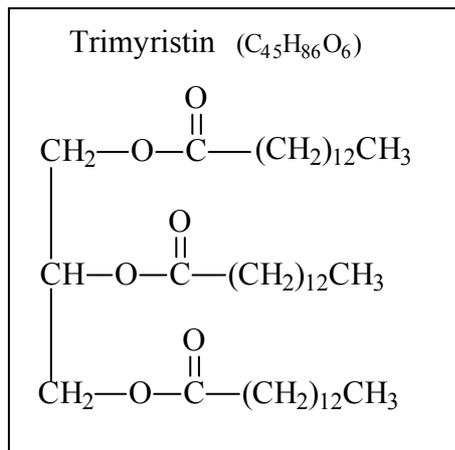
## Präparat 3: Isolierung und Verseifung von Trimyristin aus Muskatnuss - Naturstoff -

### Teil I: Isolierung von Trimyristin aus Muskatnuss

#### 1. Prinzip

Gepulverte Muskatnüsse werden mit Dichlormethan extrahiert. Aus dem eingeeengten Extrakt kristallisiert das rohe Trimyristin aus, das mehrmals aus Ethanol umkristallisiert wird.

#### 2. Ansatz



Es sollen 5 g Produkt hergestellt werden.

25 g gepulverte Muskatnuss- Samen werden eingesetzt, um eine Ausbeute von 5 g Produkt zu erhalten.

#### 3. Durchführung:

25 g gepulverte Muskatnuss- Samen wurden in einem 500 cm<sup>3</sup> – Rundkolben mit 300 cm<sup>3</sup> Dichlormethan 2 Stunden unter Rückfluss zum Sieden erhitzt, nach dem Abkühlen abgesaugt und mit 50 cm<sup>3</sup> Dichlormethan nachgewaschen. Der Rückstand wurde verworfen und das gereinigte gelbliche charakteristisch riechende Filtrat wurde in einem 500 cm<sup>3</sup>- Rundkolben am Rotationsverdampfer unter Vakuum weitgehend eingeeengt. Anschließend blieb der Reaktionskolben über Nacht stehen. Nach Zugabe von 50 cm<sup>3</sup> Ethanol wurde bis zur Lösung des ausgefallenen Produktes Trimyristin erhitzt und der Reaktionskolben anschließend auf 4°C (Kühlschranktemperatur) abgekühlt. Der entstandene Kristallbrei wurde abgesaugt und auf gleiche Weise umkristallisiert, bis das Produkt geruchlos war. Während der 5 Umkristallisationen veränderte sich die Färbung und Konsistenz der anfangs gelblichen Probe und der charakteristische Geruch war zum Schluss nicht mehr auszumachen.

#### 3. Ausbeute:

6,5 g Trimyristin; Literatúrausbeute [1]: 5 g

#### 4. Charakterisierung:

##### a) Schmelztemperatur

Literaturwert [1]: 56-57 °C

Gemessener Wert: 56 °C

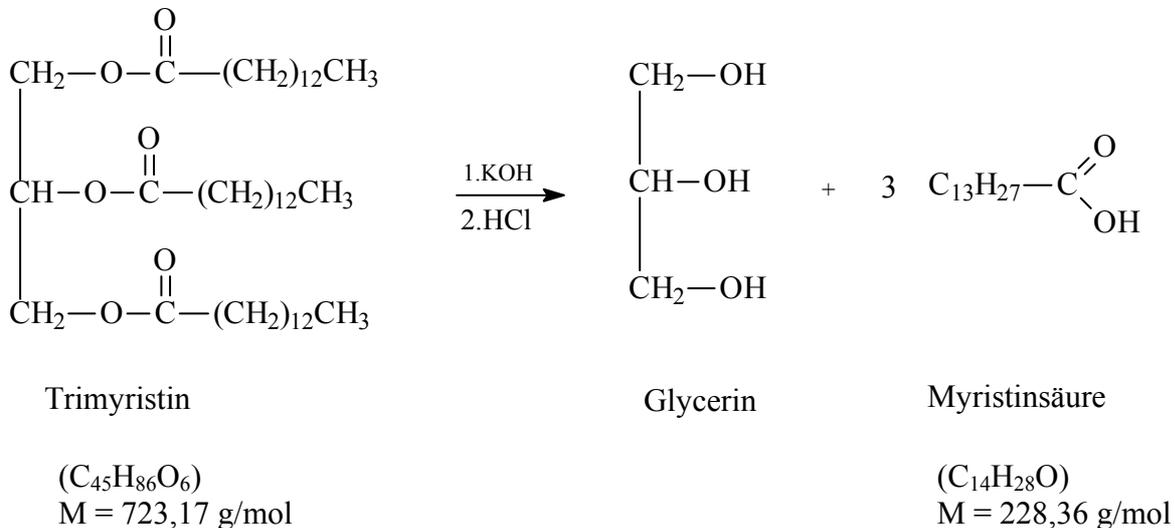
##### b) IR- Spektrum

Feststoff-IR in KBr

Wellenzahl [cm <sup>-1</sup> ]	Schwingungstyp	Verbindungen
2900, 2850	-CH <sub>3</sub> -, -CH <sub>2</sub> -Valenz	gesättigte Kohlenwasserstoffe
1720	-C=O-Valenz	gesättigte Carbonsäurealkylester
1470	-CH <sub>3</sub> -, -CH <sub>2</sub> -Deformation	gesättigte Kohlenwasserstoffe
1390	-CH <sub>3</sub> -Deformation	gesättigte Kohlenwasserstoffe
1250, 1180	-C-O-C-Valenz	Gesättigte Ester

### Teil II: Verseifung von Trimyristin zu Myristinsäure

#### 1. Ansatz:



Bei einem Einsatz von 2,5 g Trimyristin sollen 2 g Myristinsäure erhalten werden.

#### 2. Durchführung:

2,5 g Trimyristin wurden in einem 100 ml-Rundkolben mit 25 ml 1N-ethanolischer Kaliumhydroxidlösung eine Stunde unter Rückfluss erhitzt. Danach wurden 50 ml Wasser hinzugefügt und mit konzentrierter Salzsäure auf pH=1 angesäuert. Der Ansatz blieb über Nacht im Kühlschrank bei 4 °C stehen und der gebildete Niederschlag wurde am nächsten Tag abgesaugt und aus Ethanol unter Zugabe von Wasser umkristallisiert.

### 3. Ausbeute:

2,0 g Myristinsäure; Literatursausbeute [1]: 2,0 g

### 4. Charakterisierung:

#### a) Schmelztemperatur

Literaturwert [1]: 51-52 °C  
Gemessener Wert: 52 °C

#### b) IR- Spektrum

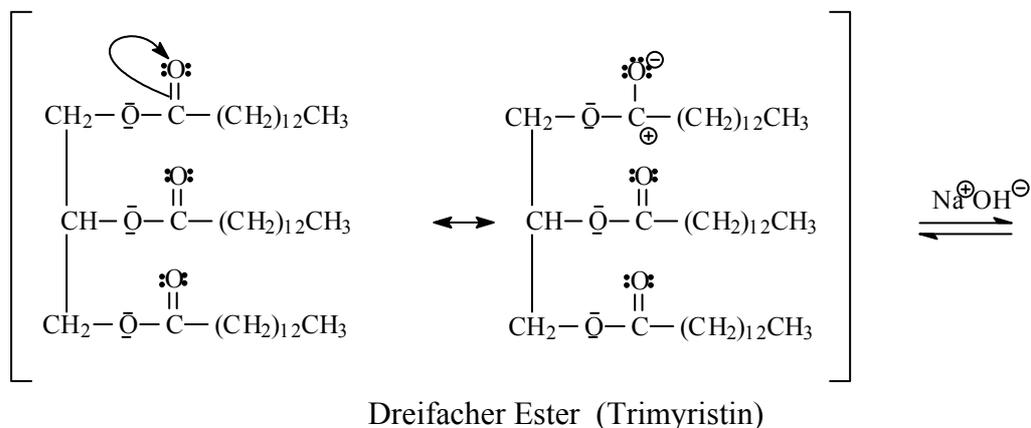
Feststoff-IR in KBr

Wellenzahl [cm <sup>-1</sup> ]	Schwingungstyp	Verbindungen
3050	-O-H-Valenz	Carbonsäuren
2900, 2840	-CH <sub>3</sub> -, -CH <sub>2</sub> -Valenz	gesättigte Kohlenwasserstoffe
1675	-C=O-Valenz	gesättigte Carbonsäuren
1460, 1430	-CH <sub>3</sub> -, -CH <sub>2</sub> -Deformation	gesättigte Kohlenwasserstoffe
930	O-H...O-Deformation	Carbonsäuren

### 5. Mechanismus:

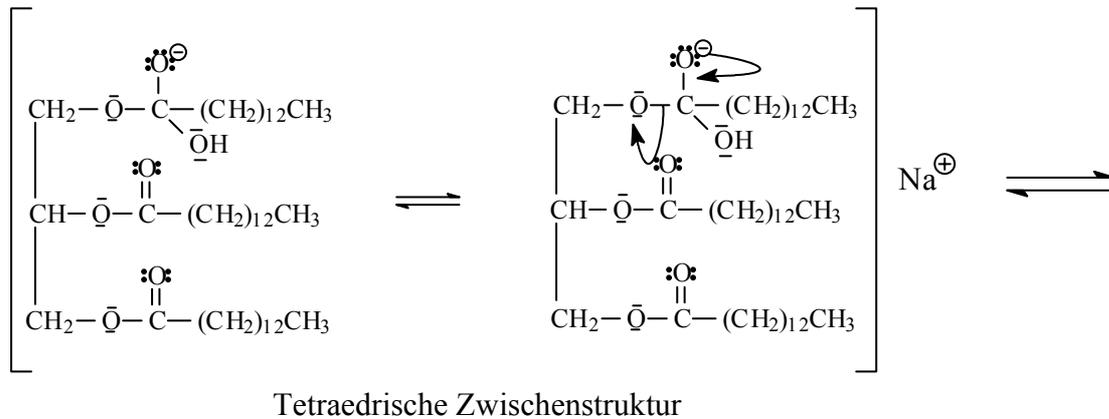
Alkalische Verseifung bedeutet die hydrolytische Spaltung von Estern mit Hilfe von Laugen, wobei unter Wasseraufnahme Alkohole u. Säuren entstehen. Mithilfe von NaOH erhält man bei der Verseifung des pflanzlichen Glycerinesters Trimyristin Glycerin und nach saurer Hydrolyse die entsprechende Fettsäure.

Die Esterhydrolyse erfolgt dabei nach einem Additions-Eliminierungs-Mechanismus:

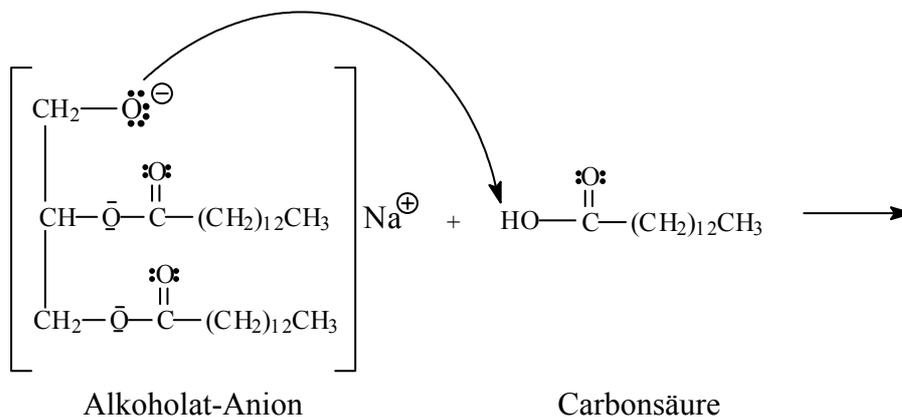


Im ersten Schritt greift das negativ geladene Hydroxid-Ion nukleophil am positiv polarisierten C-Atom der Estergruppe an.

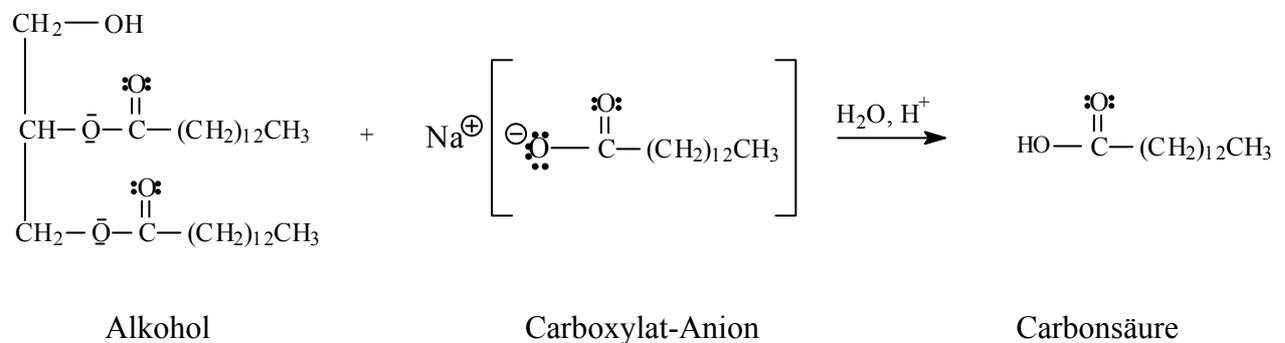
Es bildet sich eine tetraedrische Zwischenstruktur, die



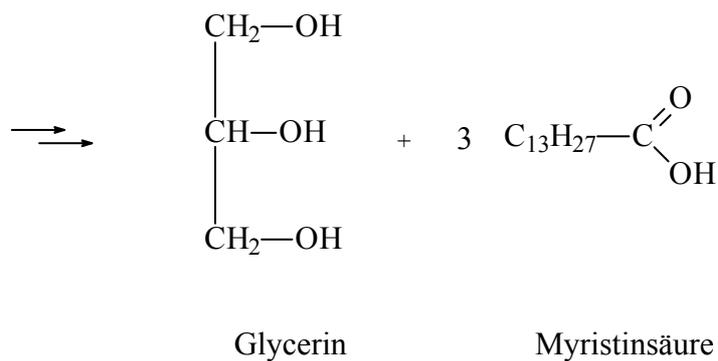
im Folgeschritt zu einem Alkoholat-Anion und einer Carbonsäure gespalten wird.



Aufgrund der größeren Basizität des Alkoholat-Anions erfolgt eine Umlagerung des  $H^+$ -Ions der Carboxylgruppe der Carbonsäure an das Alkoholat-Anion. Dieser Schritt, bei dem die Carbonsäure in das Carboxylat-Anion überführt wird ist irreversibel.



Es entsteht ein Alkohol sowie ein Carboxylat-Anion, welches im nächsten Schritt durch Hydrolyse zur Carbonsäure aufgearbeitet wird:



In dem besonderen Fall der Verseifung des pflanzlichen Glycerinesters Trimyristin in Glycerin und Myristinsäure werden alle drei Estergruppen des Trimyristins verseift, sodass aus einem Molekül Trimyristin 1 Molekül Glycerin und 3 Moleküle Myristinsäure entstehen. Anm.: Der Mechanismus wurde explizit an einer Estergruppe aufgezeigt. Er verläuft an den anderen Estergruppen analog und bleibt der Übersicht halber nur im Text erwähnt.

## **6. Literatur:**

- [1] Stahl, E./Schild, W.: Isolierung und Charakterisierung von Naturstoffen. Stuttgart; New York: Fischer 1986, S.165-166
- [2] Falbe, J./ Regitz, M.: CD Römpp Chemie Lexikon auf CD-Rom, Version 1.0. 9. Korrigierte und verbesserte Aufl.. Stuttgart; New York: Georg Thieme Verlag, 1995
- [3] Vollhardt, K. P. C./ Schore, N. E.: Organische Chemie. 2. Aufl.. Weinheim; New York; Basel; Cambridge; Tokyo: VCH; 1995

## **7. Anhang**

- 1) IR-Spektren der Synthesubstanzen
- 2) Vergleichs-IR-Spektren

**Chemikalien:** Muskatnuss- Samen, Dichlormethan, Ethanol

**Methylenchlorid (Dichlormethan)**

MG. 84,94. Farblose, nicht brennbare Flüssigkeit, Chloroform-artiger Geruch, D. 1,325, Schmp.  $-96^{\circ}$ , **Sdp.  $40^{\circ}$** . M. ist in Wasser schwer, in Alkohol, Ether u. Ölen leicht löslich, Die Dämpfe reizen die Augen. Fortgesetztes Einatmen der Dämpfe führt zu Rausch u. Bewußtlosigkeit. Bei starker Erhitzung kann Zers. unter Bldg. giftiger Phosgen- u. Chlorwasserstoff-Gase eintreten. Vergiftungssymptome: Kopfschmerzen, Schwindel, Rausch, Erbrechen, Narkose. M. gilt als Stoff mit begründetem Verdacht auf krebserzeugendes Potential, die tödliche Dosis liegt bei ca. 18 ml.