

Ćwiczenie 5

Izolacja tłuszczów z surowców naturalnych

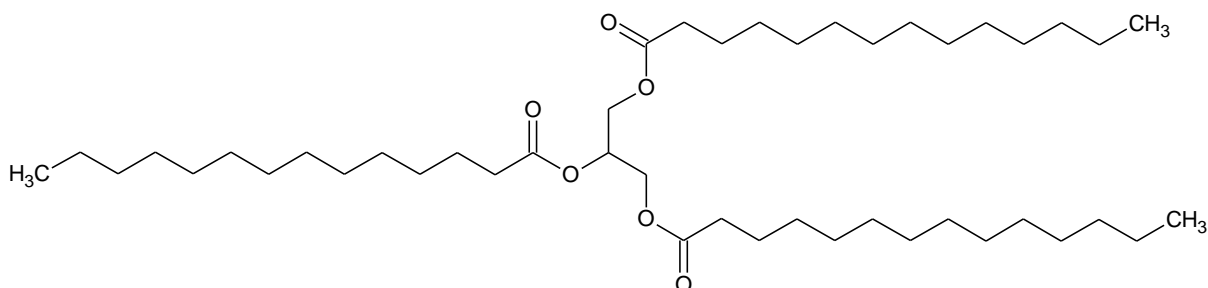
Zagadnienia teoretyczne

- Lipidy – podział, budowa, charakterystyka, zastosowanie w farmacji (przykłady)
- Ekstrakcja ciągła
- Kwasy tłuszczowe - podział, budowa, charakterystyka, zastosowanie w farmacji (przykłady)

1. TRIMIRYSTYNA

Trimirystyna jest nietypowym roślinnym tłuszczem prostym:

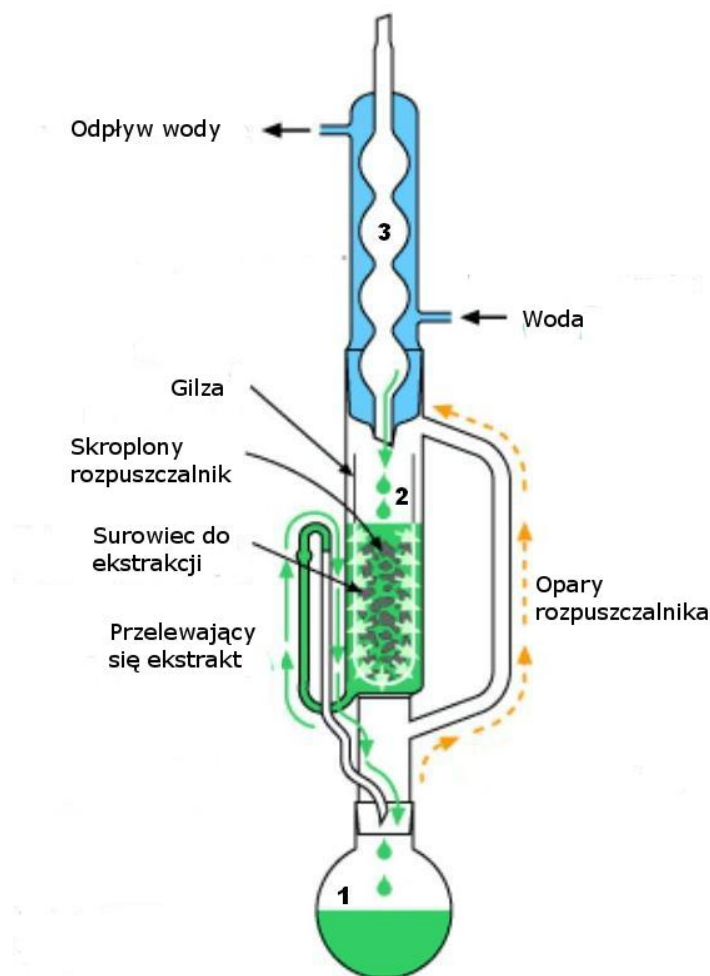
- w temperaturze pokojowej jest substancją stałą, krystaliczną o temperaturze topnienia 55-56°C
- jest estrem glicerolu i tylko jednego nasyconego kwasu tłuszczowego, którym jest kwas mirystynowy (tetradekanowy) – $C_{13}H_{27}COOH$.



Rysunek 1. Trimirystyna

Trimirystyna występuje w powszechnie stosowanej przyprawie otrzymywanej z wysuszonych nasion lub pestek owoców tropikalnego drzewa – muszkatołowca korzennego. Jest głównym składnikiem masła muszkatołowego, które intensywnie regeneruje i odżywia skórę.

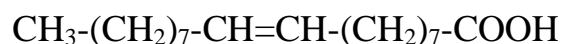
2. EKSTRAKCJA CIĄGŁA



Rysunek 1. Aparat Soxhleeta

3. KWASY TŁUSZCZOWE

Kwas oleinowy jest jednonienasyconym kwasem tłuszczowym typu omega-9.



Właściwości:

- ciemnieje na powietrzu w wyniku utlenienia
- odbarwia wodę bromową (reakcja addycji)
- odbarwia KMnO_4 (reakcja utlenienia)
- reaguje z wodorotlenkami.

Naturalnie występuje w tłuszczach roślinnych (jest głównym składnikiem oliwy). Poprzez katalityczne uwodornienie przechodzi w kwas stearynowy – jest to reakcja utwardzania tłuszczów. Kwas oleinowy znalazł zastosowanie w przemyśle tekstylnym – zapewnia on śliskość włókien). W organizmie zmniejsza wydzielanie kwasów żółciowych, zmniejsza prawdopodobieństwo niestrawności i zgagi. Wpływa również na pracę układu sercowo-naczyniowego regulując poziom złego cholesterolu.

Piśmiennictwo:

1. Materiał wykładowy kursu chemii organicznej II r Farmacji
2. John Mc Murry, Chemia Organiczna, PWN, 2005
3. Wrzeciono U., Zaprutko L. Chemia związków naturalnych, Poznań, 2001

WYKONANIE ĆWICZENIA

ĆWICZENIE 1. Izolacja trimirystyny z gałki muszkatołowej

Cel: wykonanie izolacji trimirystyny z gałki muszkatołowej oraz zapoznanie się z działaniem aparatu Soxhleta

Odczynniki:

- zmielona gałka muszkatołowa 10 g
- chlorek metylenu 180 ml
- aceton 15 ml

Do kolby okrągłodennej o pojemności 250 ml wlewa się 180 ml chlorku metylenu (Rysunek 1-1). Odważone 10 g gałki muszkatołowej umieszcza się w aparacie Soxhleta w gilzie sporządzonej z bibuły filtracyjnej (Rysunek 1-2). Aparat Soxhleta razem z chłodnicą zwrotną (Rysunek 1-3) łączy się z kolbą i umieszcza na czaszy elektrycznej ogrzewając do wrzenia przez 1 godzinę. W tym czasie aparat Soxhleta powinien napełnić się i opróżnić kilkanaście razy. Następnie oddestylowuje się chlorek metylenu na wyparce próżniowej. Pozostały w kolbie żółty olej rozpuszcza się na gorąco w 10 ml acetonu i przenosi pipetką Pasteura do małej zlewki, którą chłodzi się intensywnie w lodzie. Wydzielony bezbarwny osad odsącza się na lejku Büchnera i przemywa 5 ml zimnego acetonu. Po wysuszeniu na powietrzu mierzy się temperaturę topnienia.

a) Badanie rozpuszczalności trimirystyny

W oparciu o wiadomości z ćwiczenia 1 należy ustalić grupę rozpuszczalności wyizolowanej trimirystyny.

Wykonanie:

Przygotować cztery probówki. Do każdej probówki przenieść taką samą ilość trimirystyny jaka brana jest do ustalania grupy rozpuszczalności. Do każdej kolejnej probówki dodać odpowiednio 5 ml wody destylowanej, 5 ml wody z detergentem, 5 ml 96% etanolu, 5 ml dichlorometanu.

Każdą probówką wstrząsnąć.

Obserwacje i wnioski zapisać w zeszycie.

ĆWICZENIE 2. Izolacja kwasu oleinowego z oleju rzepakowego

Cel: wykonanie izolacji kwasu oleinowego z oleju rzepakowego

Odczynniki:

- olej rzepakowy 15 g
- gliceryna 30 ml
- KOH 3,5 g
- eter dietylowy 90 ml
- HCl stęż. 15 ml
- NaCl
- Na₂SO₄ bezw.

W kolbie okrągłodennej o poj. 250 ml umieścić olej roślinny (15 g), wodorotlenek potasu (3,5 g) i glicerynę (30 ml). Kolbę zanurzyć w łaźni olejowej i doprowadzić do temperatury 160°C. Zawartość kolby mieszać w tej temperaturze za pomocą mieszadła mechanicznego przez 5 minut. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej mieszanina zaczyna krzepnąć.

Zawartość kolby doprowadzić do pH=1 poprzez dodanie roztworu sporządzonego z 15 ml stężonego HCl i 75 ml wody. W wyniku zakwaszenia w kolbie powinien pojawić się biały osad nierozpuszczalny w wodzie, rozpuszczalny w eterze dietylowym.

Mieszaninę z kolby przenieść do rozdzielacza i przemyć dokładnie eterem dietylowym. Przeprowadzić trzykrotną ekstrakcję eterem dietylowym (3 x 30 ml).

Połączone ekstrakty eterowe przemyć nasyconym roztworem NaCl i suszyć bezw. Na₂SO₄. Po odsączeniu środka suszącego na sączku karbowanym, na lejku szklanym przemyć odsączony środek suszący niewielką ilością eteru. Następnie z przesączu oddestylować eter dietylowy stosując łaźnię wodną.

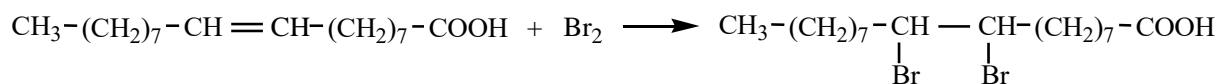
Pozostałość w kolbie stanowi w dużej przewadze kwas oleinowy zanieczyszczony kwasami wielonienasyconymi: linolowym i linolenowym.

a) Wykrywanie wiązania podwójnego

Odczynniki:

- wyizolowane kwasy wielonienasycone
- wodny roztwór wody bromowej

Przebieg reakcji:



Wykonanie:

Pipetką przenieść niewielką ilość wyizolowanych kwasów wielonienasyconych do probówki. Kroplami dodać wodny roztwór wody bromowej aż do utrzymania się brunatnoczerwonego zabarwienia przez okres 1 minuty. Obecność wiązania wielokrotnego w badanej próbce spowoduje odbarwienie się odczynnika.

Wynik reakcji jest pozytywny pod warunkiem, że ze środowiska reakcyjnego nie wydobywa się bromowodór w postaci białych oparów.

b) Badanie rozpuszczalności lipidów

W oparciu o wiadomości z ćwiczenia. 1 należy ustalić grupę rozpuszczalności wyizolowanych kwasów tłuszczowych z oleju roślinnego.

Przygotować cztery probówki. Do każdej probówki przenieść pipetką Pasteura 8 kropli wyizolowanych kwasów tłuszczowych i do każdej kolejnej dodać odpowiednio 5 ml wody destylowanej, 5 ml wody z detergentem, 5 ml 96% etanolu, 5 ml dichlorometanu.

Każdą probówką wstrząsnąć.

Obserwacje i wnioski zapisać w zeszycie.