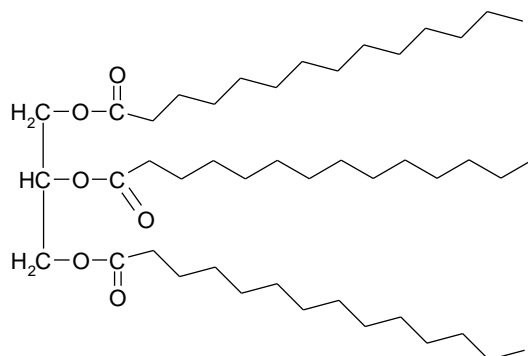


Ćwiczenie 57

Otrzymywanie wybranego estru lub kwasu tłuszczowego z surowców roślinnych



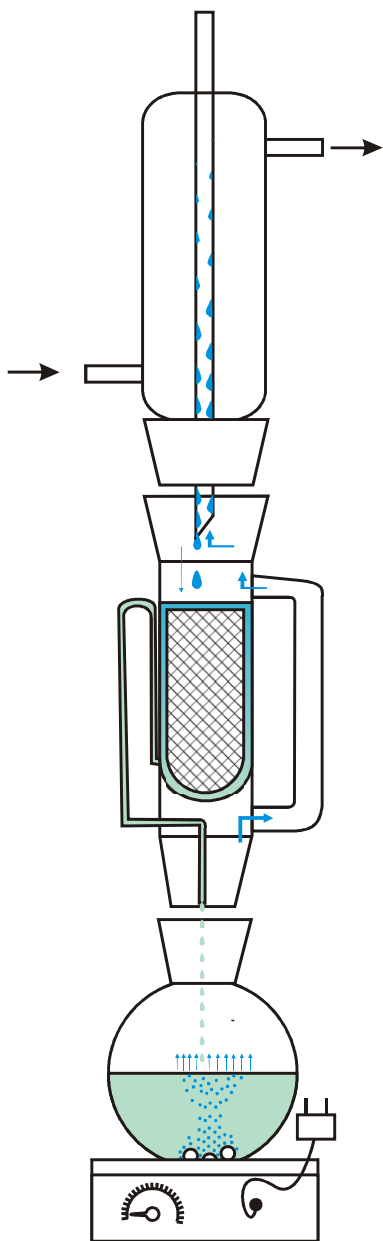
Trigliceryd kwasu mirystynowego (tetradekanowego) zawarty w maśle muszkatołowym

Surowce, materiały i odczynniki:

Gałka muszkatołowa	1-2 szt. (lub mielona 10-20 g)
lub inny surowiec oleisty	10-50 g
Dichlorometan (lub heksan)	ok. 100 mL
Alkohol etylowy („eterówka”)	10 mL
Wodorotlenek sodu, r-r 20%	10 mL
Kwas solny 10%	ok. 10 mL
Aceton cz.d.a	ok. 20 mL
Papierki uniwersalne, pH	
Gilzy do ekstraktora lub bibuła filtracyjna w arkuszach	
Wata bawełniana	

Sprzęt laboratoryjny:

Czasza grzejna	1 szt.
Aparat Soxhletha (szlif 29 na chłodnicę)	1 szt.
Chłodnica zwrotna (szlif 29)	1 szt.
Kolba okrągłodenna 250 mL, szlif 29	1 szt.
Cylinder miarowy 25 mL	1 szt.
Cylinder miarowy 100 mL	1 szt.
Zlewka 100 mL	1 szt.
Lejek	1 szt.
Moździerz	1 szt.
Pipetka Pasteura	1 szt.
Lejek Büchnera	1 szt.
Pęseta metalowa	1 szt.
bagietka	1 szt.
Fiolka szklana	1 szt.
Pipetka do kwasu	1 szt.
Szalka Petrie'go na preparat	1 szt.
Szkiełko zegarkowe	1 szt.
Kolba ssawkowa	1 szt.
Kryształizator	1 szt.
Probówka	1 szt.
Łyzeczka	1 szt.



Ćwiczenie prowadzi się w 2 wariantach^{*}. Etapem wspólnym jest ekstrakcja estrów kwasów tłuszczowych z surowca roślinnego. Następnie, w zależności od dostępnego surowca roślinnego, prowadzi się albo izolację – oczyszczanie triglicerydu (**I**) lub jego hydrolizę do wolnych kwasów tłuszczowych (**II**).

Wariant **I** prowadzi się głównie dla surowca, którym jest gałka muszkatowa. Dla większości innych surowców roślinnych (ziarno słonecznikowe, rzepakowe itp.) oraz spożywczych (frytki, chipsy) zalecany jest wariant **II**. Otrzymuje się wtedy najpierw mieszaninę triglicerydów różnych kwasów tłuszczowych, których nie oczyszcza się, tylko przeprowadza hydrolizę do mieszaniny kwasów tłuszczowych.

Ekstrakcja z surowca roślinnego

Sposób wykonania

1. Zmontować zestaw do ekstrakcji (bez chłodnicy.)
2. Do kolby wlać rozpuszczalnik (około 120-150 mL). Zanotować objętość używanego w ekstrakcji rozpuszczalnika.
3. Odważyć ok. 10 g lub 20 g (w zależności od pojemności gilzy) rozdrobnionego surowca w gilzie ekstrakcyjnej (**Uwaga 1**). Wylot gilzy zabezpieczyć watą bawełnianą. Gilzę ponownie zważyć i umieścić w aparacie ekstrakcyjnym.
4. Zamocować chłodnicę. Rozpocząć grzanie, a następnie prowadzić ekstrakcję tak, aby 1 cykl ekstrakcji następował nie częściej niż 2-5 minut.
5. Ekstrakcję prowadzić przez 1,5-2 godz. aż spływający z ekstraktora rozpuszczalnik będzie bezbarwny (zanotować liczbę cykli ekstrakcji).
6. Po zakończeniu procesu (tj. po opróżnieniu komory ekstrakcyjnej po ostatnim cyklu ekstrakcji) oczyścić aparat Soxhleta dokonując analogicznej, jak podczas ekstrakcji, destylacji rozpuszczalnika przez niewypełniony aparat.
7. Przenieść ilościowo materiał z gilzy na szalkę Petri'ego wysuszyć na powietrzu i zważyć.
8. Po zakończeniu ogrzewania ochłodzić rozpuszczalnik do temperatury otoczenia i rozmontować zestaw ekstrakcyjny.
9. Odparować rozpuszczalnik z kolby okrągłodennej prawie „do sucha” na wyparce rotacyjnej. Na ściankach kolby pozostaje, żółtawy, gęsty produkt.

^{*} Zapytać Prowadzącego o wariant ćwiczenia.

I. Izolacja triglicerydu

11. Uzyskany olej rozpuścić na ciepło (można wykorzystać tu wyparkę) w acetonie (kilka mL). Ilościowo przenieść ekstrakt (pipetką Pasteura) do fiolki chłodzonej lodem. Przeemyć 1-3 krotnie kolbę minimalną ilością acetonu i przenieść do tej samej fiolki. Połączone ekstrakty chłodzić w zamrażarce. Wypada bezbarwny osad glicerydu (**Uwaga 2**).
12. Odsączyć osad na lejku Büchnera, przemyć go niewielką porcją zimnego acetonu.
13. Wysuszyć osad na powietrzu, zważyć i zmierzyć temperaturę topnienia.
14. Obliczyć zawartość glicerydu w surowcu roślinnym.

II. Hydroliza triglicerydu i wydzielenie kwasu

11. Do kolby z uzyskanym olejem dodać 20% NaOH (10 mL) i etanolu (20 mL).
12. Prowadzić proces hydrolizy pod chłodnicą zwrotną w delikatnym wrzeniu przez około 30 min..
13. Wylać mieszaninę reakcyjną do zlewki z wodą (ok. 20 mL) i chłodzić w lodzie mieszając bagietką.
14. Podczas chłodzenia dodawać 10% kwasu solnego aż do odczynu obojętnego lub lekko kwaśnego, pH = 5-7 (wg papierka uniwersalnego).
15. Powstały osad odsączyć na lejku Büchnera, przenieść na szalkę Petrie'go, wysuszyć na powietrzu, zważyć i obliczyć zawartość kwasów tłuszczowych w substracie.
16. Zmierzyć temperaturę topnienia i spróbować zidentyfikować tłuszczowy kwas karboksylowy na podstawie danych literaturowych.

Uwagi:

1. Maksymalne wypełnienie gilzy to 2/3 jej pojemności.
2. W przypadku wykorzystywania innego surowca niż gałka muszkatołowa, szczególnie roślinnego, krystaliczny osad może się nie wytrącić w temperaturach dostępnych w typowej zamrażarce.

Temperatura topnienia trójglicerydu kwasu mirystynowego wynosi 55-56 °C.