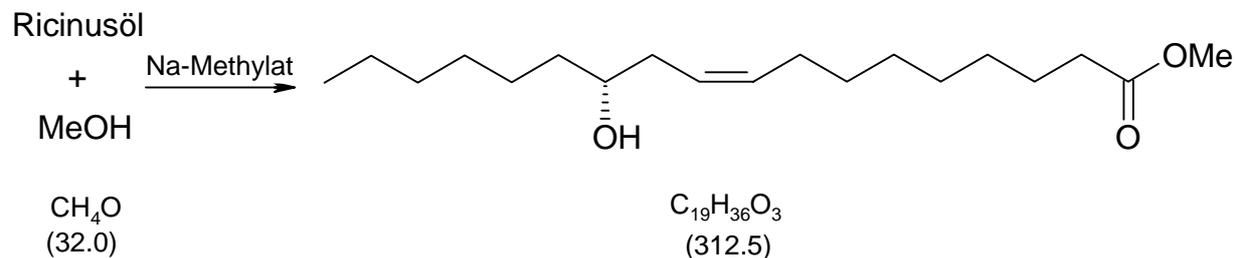


4001 Umesterung von Ricinusöl zu Ricinolsäuremethylester



Klassifizierung

Reaktionstypen und Stoffklassen

Reaktion der Carbonylgruppe in Carbonsäurederivaten, Umesterung
Carbonsäureester, Triglycerid, Nachwachsender Rohstoff

Arbeitsmethoden

Rühren mit Magnetrührer, Abrotieren

Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 10 mmol)

Geräte

100 mL Zweihalskolben, Magnetrührer, Magnetrührstab, Rundkolben, Scheidetrichter, Rotationsverdampfer

Chemikalien

Ricinusöl	10 g (etwa 10 mmol)
Methanol	32 g (40 mL, 1.0 mol)
Natriummethylat-Lösung (16 %) in Methanol	0.3 mL
Petrolether (Siedebereich 60–80°C)	40 mL
Natriumsulfat zum Trocknen	etwa 1 g

Durchführung der Reaktion

10.0 g (etwa 10 mmol) Ricinusöl werden mit 32 g (40 mL, 1.0 mol) Methanol in einem 100 mL Zweihalskolben mit Magnetrührstab gerührt. Nach Zugabe von 0.3 mL Natriummethylat-Lösung wird ca. 45 Minuten weitergerührt bis die Umesterung vollständig ist. Der Reaktionsverlauf wird dünnschichtchromatographisch verfolgt (siehe Analytik).

Aufarbeitung

Das überschüssige Methanol wird abrotiert und das zurückbleibende Rohprodukt mit 40 mL Petrolether (60-80°C) in einen Scheidetrichter überführt und mit 20 mL Wasser ausgeschüttelt. Die organische Phase wird abgetrennt und wiederholt mit 20 mL Wasser ausge-

schüttelt bis der pH-Wert neutral ist. Anschließend wird die organische Phase über Natriumsulfat getrocknet, abfiltriert und das Lösungsmittel abrotiert.

Ausbeute: 9.0 g (28 mmol, 93%); GC-Reinheit 89%.

Abfallbehandlung

Recycling

Petrolether und Methanol werden gesammelt und rektifiziert.

Entsorgung

Abfall	Entsorgung
Natriumsulfat	Feststoffabfall, quecksilberfrei
wässrige Phase vom Ausschütteln	Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenfrei

Zeitbedarf

3 Stunden

Unterbrechungsmöglichkeit

Nach vollständiger Umesterung des Ricinusöls

Schwierigkeitsgrad

Leicht

Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 100 mmol)

Geräte:

1 L Zweihalskolben, Magnetrührer, Magnetührstab, Rundkolben, Scheidetrichter, Rotationsverdampfer

Chemikalien

Ricinusöl	100 g (etwa 100 mmol)
Methanol	320 g (400 mL, 10 mol)
Natriummethylat-Lösung (16 %) in Methanol	3 mL
Petrolether (Siedebereich 60-80°C)	300 mL
Natriumsulfat zum Trocknen	etwa 5 g

Durchführung der Reaktion

100 g (etwa 100 mmol) Ricinusöl werden mit 300 mL Methanol in einem 1 L Zweihalskolben mit Magnetührstab gerührt. Nach Zugabe von 3 mL Natriummethylat-Lösung wird ca. 45 Minuten weitergerührt bis die Umesterung vollständig ist. Der Reaktionsverlauf wird dünnschichtchromatographisch verfolgt (siehe Analytik).

Aufarbeitung

Das überschüssige Methanol wird abrotiert und das zurückbleibende Rohprodukt mit 300 mL Petrolether (60-80°C) in einen Scheidetrichter überführt. Nach Ablassen des abgesetzten

Glycerins wird die organische Phase wiederholt mit je 100 mL Wasser gewaschen bis der pH-Wert neutral ist. Anschließend wird die organische Phase über Natriumsulfat getrocknet, abfiltriert und das Lösungsmittel abrotiert.

Ausbeute: 100 g (0.300 mol, 100 %); GC-Reinheit 88%.

Abfallbehandlung

Recycling

Petrolether und Methanol werden gesammelt und rektifiziert.

Entsorgung

Abfall	Entsorgung
Natriumsulfat	Feststoffabfall, quecksilberfrei
Wässrige Phase vom Ausschütteln	Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenfrei
Glycerin aus dem Scheidetrichter	Lösungsmittel, halogenfrei

Zeitbedarf

4 Stunden

Unterbrechungsmöglichkeiten

Nach vollständiger Umesterung des Ricinusöls

Schwierigkeitsgrad

Leicht

Analytik:

Reaktionskontrolle mit DC

Probenvorbereitung:

Dem Reaktionsgemisch wird mit Hilfe einer Pasteurpipette ein Tropfen aus der oberen Phase entnommen und mit 1 mL Dichlormethan verdünnt.

DC-Bedingungen:

Trägermaterial: DC-Aluminiumfolie (Kieselgel 60)
 Laufmittel: Petrolether (60-80 °C)/Essigester 7 : 3
 Sichtbarmachung: Die DC-Aluminiumfolie wird in 2N H₂SO₄ eingetaucht und anschließend mit einem Heißluftföhn getrocknet.

R_f (Edukt) 0.47

R_f (Produkt) 0.64

GC

Probenvorbereitung:

Ein Tropfen des Produkts wird mit 10 mL Dichlormethan verdünnt. Von dieser Lösung werden 0.2 µl injiziert.

GC-Bedingungen:

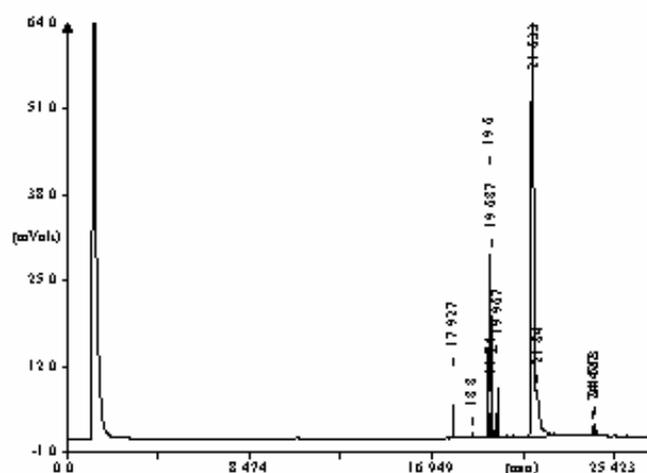
Säule: DB-1, 28 m, Innendurchmesser 0.32 mm, Filmdicke 0.25 µm

Aufgabesystem: On-Column-Injektion

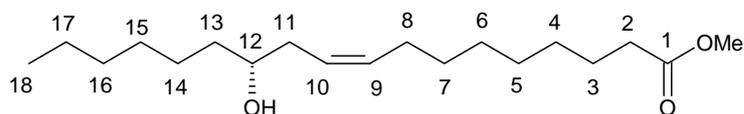
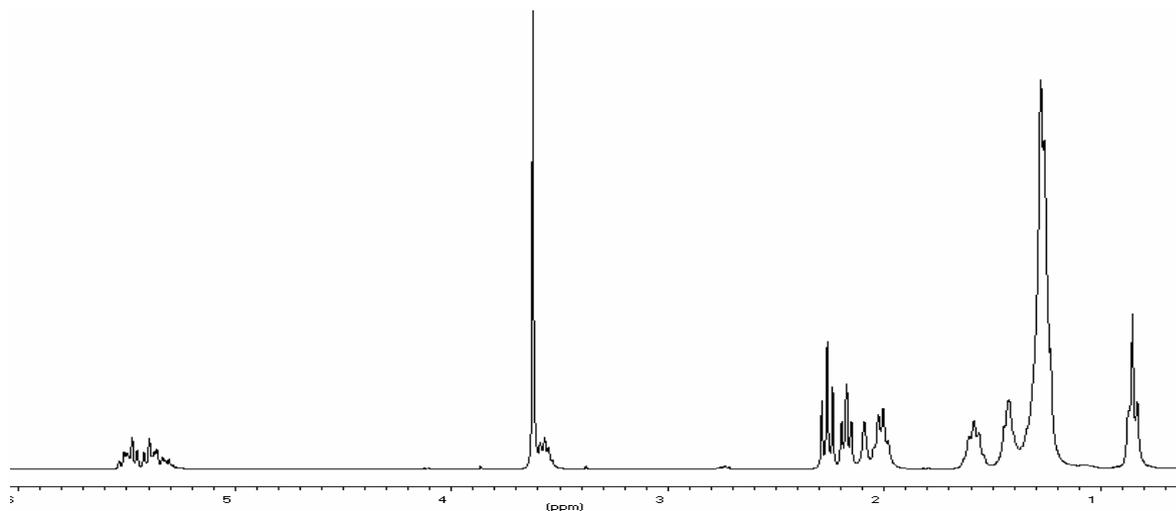
Trägergas: Wasserstoff (40 cm/s)

Ofentemperatur: 90 °C (5 min), 10 °C/min auf 240 °C (20 min)

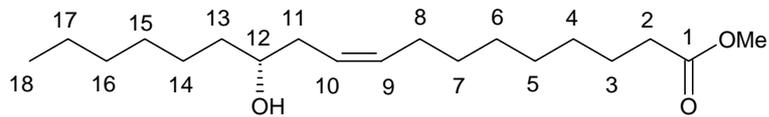
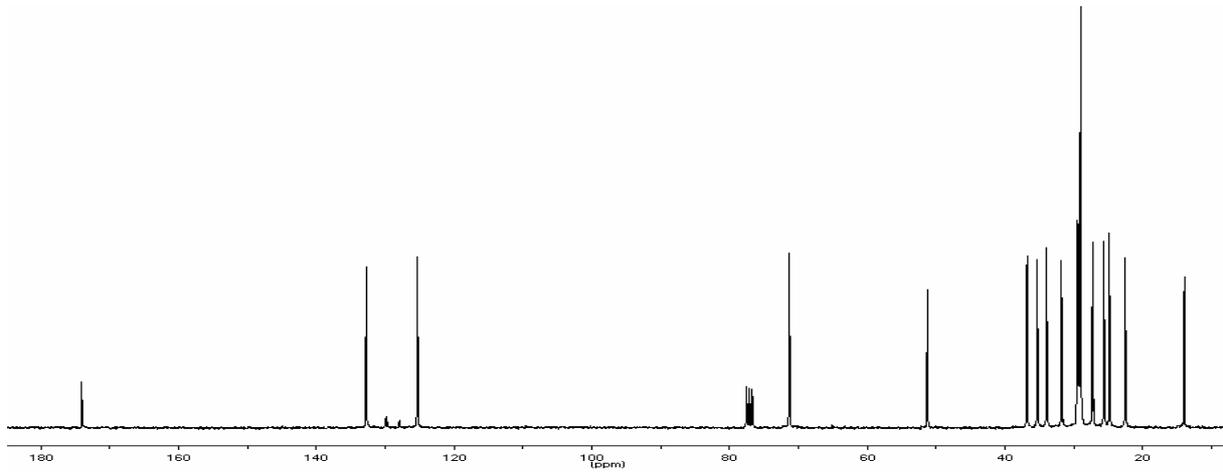
Detektor: FID, 270 °C

GC vom Produkt

Retentionszeit (min)	Verbindung	Flächen-Prozent
17.93	Palmitinsäuremethylester	0.9
19.61	Stearinsäuremethylester	4.3
19.69	Ölsäuremethylester	2.7
19.97	Linolsäuremethylester	1.0
21.69	Ricinolsäuremethylester	89.4

$^1\text{H-NMR}$ -Spektrum vom Produkt (300 MHz, CDCl_3)

δ (ppm)	Multiplizität	Anzahl H	Zuordnung
0,84	t	3	18-H
1,24	m	16	restliche CH_2
1,41	m	2	13-H
1,59	m	2	3-H
2,02	m	2	8-H
2,09	s	1	-OH
2,19	m	2	11-H
2,28	t	2	2-H
3,59	m	1	12-H
3,61	s	3	- OCH_3
5,35	m	1	9-H
5,49	m	1	10-H

^{13}C -NMR-Spektrum vom Produkt (75.5 MHz, CDCl_3)

δ (ppm)	Zuordnung
174.0	C=O
132.6	C-10
125.3	C-9
71.2	C-12
51.1	O-CH3
36.7	C-11
35.2	C-13
33.8	C-2
22.4	C-17
13.8	C-18
76.5-77.5	Lsgm.