

Scheidetrichter überführt und über Nacht stehen gelassen, damit sich die Glycerinphase von der org. Phase trennen konnte.
 Nach Abtrennung der Glycerinphase, wurde die verbleibende Phase mit etwa 200 ml Petrolether 60/80 aufgenommen und anschließend mit 60 ml Wasser gewaschen.
 Anschließend wurde die org. Phase über Natriumsulfat getrocknet und der Petrolether am Rotationsverdampfer entfernt.
 Das so erhaltene Produkt besitzt laut GC eine Reinheit von ca. 85%

Ausbeute:

Laut Literatur^[1]: 100 g mit einer Reinheit von 89 %.

Laut Exp.: 88.48 g mit einer Reinheit von 85 %

4. Spektrenauswertung:

NMR:

¹H-NMR (300 MHz, CDCl₃): *d* [ppm] = 0.85 (t, 3 H, 18-H), 1.2 (m, 16 H, -CH₂), 1.42 (m, 2 H, 13-H), 1.6 (m, 2 H, 3-H), 2.0 (m, 2 H, 8-H), 2.18 (dd, 2 H, 11-H), 2.27 (t, 2 H, 2-H), 3.58 (m, 1 H, 12-H), 3.67 (s, 3 H, -OCH₃), 5.32 (m, 1 H, 9-H), 5.5 (m, 1 H, 10-H)

Lit^[1]: ¹H-NMR (300 MHz, CDCl₃): *d* [ppm] = 0.84 (t, 3 H, 18-H), 1.24 (m, 16 H, -CH₂), 1.41 (m, 2 H, 13-H), 1.59 (m, 2 H, 3-H), 2.02 (m, 2 H, 8-H), 2.09 (s, 1 H, -OH), 2.19 (dd, 2 H, 11-H), 2.28 (t, 2 H, 2-H), 3.59 (m, 1 H, 12-H), 3.61 (s, 3 H, -OCH₃), 5.35 (m, 1 H, 9-H), 5.49 (m, 1 H, 10-H)

¹³C-NMR (75.5 MHz, CDCl₃): 14.0 (C18), 22.4 (C17), 33.8 (C2), 35.6 (C13), 36.8 (C11), 51.3 (-OCH₃), 71.7 (C12), 125 (C9), 133 (C10), 174.0 (C=O)

Lit^[1]: ¹³C-NMR (75.5 MHz, CDCl₃): *d* [ppm] = 13.8 (C18), 22.4 (C17), 33.8 (C2), 35.2 (C13), 36.7 (C11), 51.1 (-OCH₃), 71.2 (C12), 125.3 (C9), 132.6 (C10), 174.0 (C=O)

Gaschromatogramm:

	Retentionszeit	Flächen %
Palmitinsäuremethylester	17.49 (Lit. ^[1] 17.93)	1.21 (Lit. ^[1] 0.9)
Stearinsäuremethylester	19.16 (Lit. ^[1] 19.61)	4.83 (Lit. ^[1] 4.3)
Ölsäuremethylester	19.25 (Lit. ^[1] 19.69)	3.10 (Lit. ^[1] 2.7)
Linolsäuremethylester	19.29 (Lit. ^[1] 19.97)	0.58 (Lit. ^[1] 1.0)
Ricinolsäuremethylester	21.09 (Lit. ^[1] 21.69)	84.98 (Lit. ^[1] 89.4)

Daten des GC:

Kapillarphase: DB-1, 28 m, Innendurchmesser 0.32 mm

Filmdicke: 0.25 µm

Trägergas: Wasserstoff (40 cm/sec.)

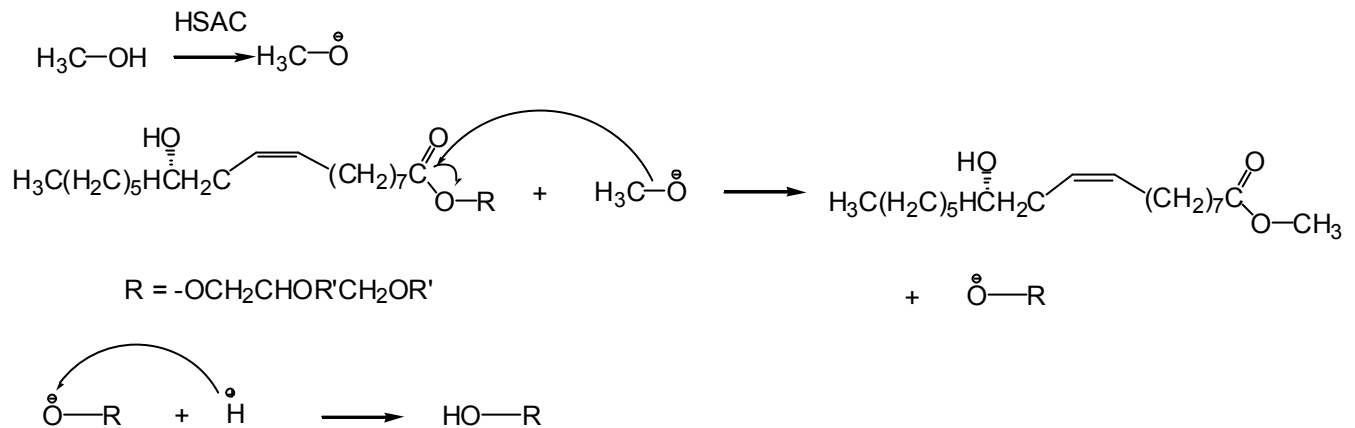
Aufgabe: On-Column-Injektion

Detektor: FID

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

5. Mechanismus:

Der basische Katalysator Syntal HSAC deprotoniert den Alkohol und es entsteht das Alkoholat – Ion. Dieses greift daraufhin nucleophil an das partial positiv geladene Kohlenstoffatom der Carbonylgruppe an. Die Bindung klappt wie unten gezeigt um und es entsteht der Ester und das Alkoholat Ion des Glycerins. Das zuvor vom Katalysator abstrahierte Proton reagiert nun mit diesem Alkoholat Ion und bildet das Glycerin.



6. Abfallentsorgung:

Abfiltriertes MgOH	Feststoffbehälter
Wässrige Phase vom Ausschütteln	wässriger Abfall
Abdestilliertes Methanol	halogenfreie Kw's
Abfiltrierter Katalysator HSAC	Feststoffbehälter
Abdestillierter Petrolether	halogenfreie Kw's
Reste der Dichlormethanolösungen	halogenhaltige Kw's
Platten aus der Dünnschichtchromatographie	Feststoffbehälter
Laufmittel aus der Dünnschichtchromatographie	halogenfreie Kw's
Abfiltriertes Natriumsulfat	Feststoffbehälter

Literatur:

- [1] Hausvorschrift M001 Umesterung von Ricinusöl zu Ricinolsäuremethylester