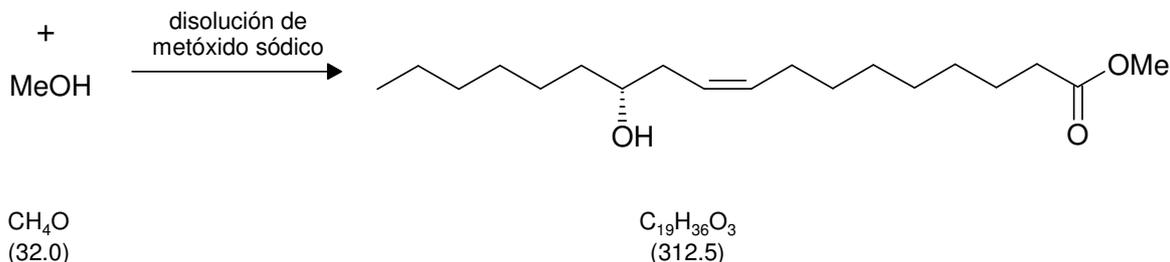


## 4001 Transesterificación de aceite de castor a ricinoleato de metilo

aceite de castor



### Classification

#### Tipos de reacción y clases de productos

reacción del grupo carbonilo en derivados de ácidos carboxílicos, transesterificación ester de ácido carboxílico, triglicérido, fuentes renovables,

#### Métodos o técnicas de trabajo

agitación con barra de agitación magnética, agitación, extracción, filtración, evaporación con rotavapor

### Instrucciones (escala 10 mmol)

#### Equipo

matraz de dos bocas de 100 mL, agitador magnético, barra de agitación magnética, matraz de fondo redondo, embudo de separación, rotavapor

#### Productos

aceite de castor	10 g (unos 10 mmol)
metanol	32 g (40 mL, 1,0 mol)
disolución de metóxido sódico (16 %) en metanol	0,3 mL
éter de petróleo (p eb 60–80°C)	40 mL
sulfato sódico para secar	aproximadamente 1 g

#### Reacción

En un matraz de dos bocas de 100 mL se agitan con barra de agitación magnética 10,0 g (unos 10 mmol) de aceite de castor con 32 g (40 mL, 1,0 mol) de metanol. Después de adicionar 0,3 mL de disolución de metilato sódico se agita la mezcla durante otros 45 minutos hasta completar la transesterificación. El transcurso de la reacción se sigue por cromatografía en capa fina (ver analíticas).

**Elaboración**

El exceso de metanol se evapora en el rotavapor. El producto bruto resultante se pasa a un embudo de separación junto a 40 mL de eter de petróleo (60-80°C) y se agita con 20 mL de agua. Se separa la fase orgánica y se lava varias veces con 20 mL de agua hasta que el valor del pH sea neutro. A continuación se seca la fase orgánica sobre sulfato sódico, se filtra el desecante y se evapora el disolvente en el rotavapor.

Rendimiento 9,0 g (28 mmol, 93%); pureza según GC 89%.

**Manejo de residuos****Reciclado**

El eter de petróleo y el metanol se recogen y se redestilan.

**Eliminación de residuos**

Resíduo	Eliminación
sulfato sódico	resíduos sólidos, libres de mercurio
fase acuosa de las agitaciones	mezclas de disoluciones acuosas, libres de halógenos

**Tiempo**

3 horas

**Pausa**

Una vez finalizada la transesterificación del aceite de castor

**Grado de dificultad**

Fácil

**Instrucciones (escala 100 mmol)****Equipo**

matraz de dos bocas de 1 L, agitador magnético, barra de agitación magnética, matraz de fondo redondo, embudo de separación, rotavapor

**Productos**

aceite de castor	100 g (unos 100 mmol)
metanol	320 g (400 mL, 10 mol)
disolución de metóxido sódico (16 %) en metanol	3 mL
éter de petróleo (p eb 60–80°C)	300 mL
sulfato sódico para secar	aproximadamente 5 g

**Reacción**

En un matraz de dos bocas de 1 L se agitan con una barra de agitación magnética 100 g (unos 100 mmol) de aceite de castor con 300 mL de metanol. Después de adicionar 3 mL de disolución de metilato sódico se agita la mezcla durante otros 45 minutos hasta completar la

transesterificación. El transcurso de la reacción se sigue por cromatografía en capa fina (ver analíticas).

### Elaboración

El exceso de metanol se evapora en el rotavapor. El producto bruto resultante se pasa a un embudo de separación junto a 300 mL de eter de petróleo (60-80°C) Después de eliminar la glicerina separada, la fase orgánica se lava varias veces con 100 mL de agua cada vez hasta que el valor del pH sea neutro. A continuación se seca la fase orgánica sobre sulfato sódico, se filtra el desecante y se evapora el disolvente en el rotavapor.

Rendimiento 100 g (0,300 mol, 100%); pureza según GC 88%.

### Manejo de residuos

#### Reciclado

El eter de petróleo y el metanol se recogen y se redestilan.

#### Eliminación de residuos

Resíduo	Eliminación
sulfato sódico	resíduos sólidos, libres de mercurio
ase acuosa de las agitaciones	mezclas de disoluciones acuosas, libres de halógenos
glicerina del embudo de separación	disolventes orgánicos, libres de halógenos

#### Tiempo

3 horas

#### Pausa

Una vez finalizada la transesterificación del aceite de castor

#### Grado de dificultad

Fácil

### Analíticas:

#### Monitorización de la reacción con TLC

Preparación de muestras:

Se coge con una pipeta una gota de la fase superior de la mezcla de reacción y se diluye con 1 mL de diclorometano.

Condiciones de TLC:

adsorbente: placas de aluminio para TLC (silica gel 60)  
 eluyente: eter de petróleo (60-80 °C)/acetato de etilo 7 : 3  
 visualización: La placa de aluminio para TLC se sumerge en H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2N y luego se seca con pistola de aire caliente.

R<sub>f</sub> (producto inicial) 0,47

R<sub>f</sub> (producto final) 0,64

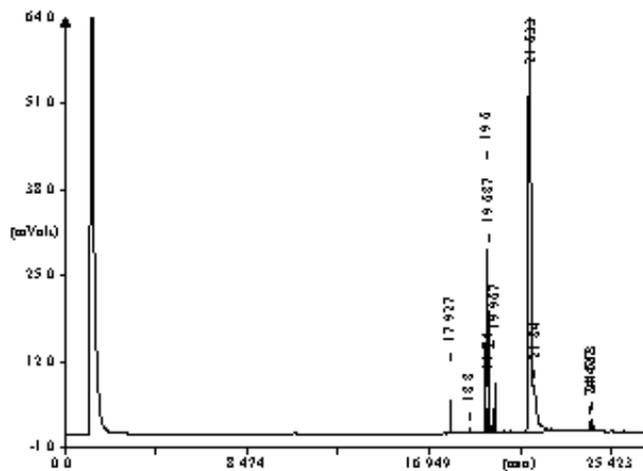
**GC:**

Preparación de la muestra:

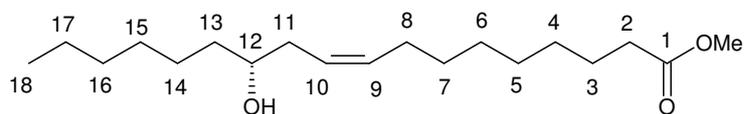
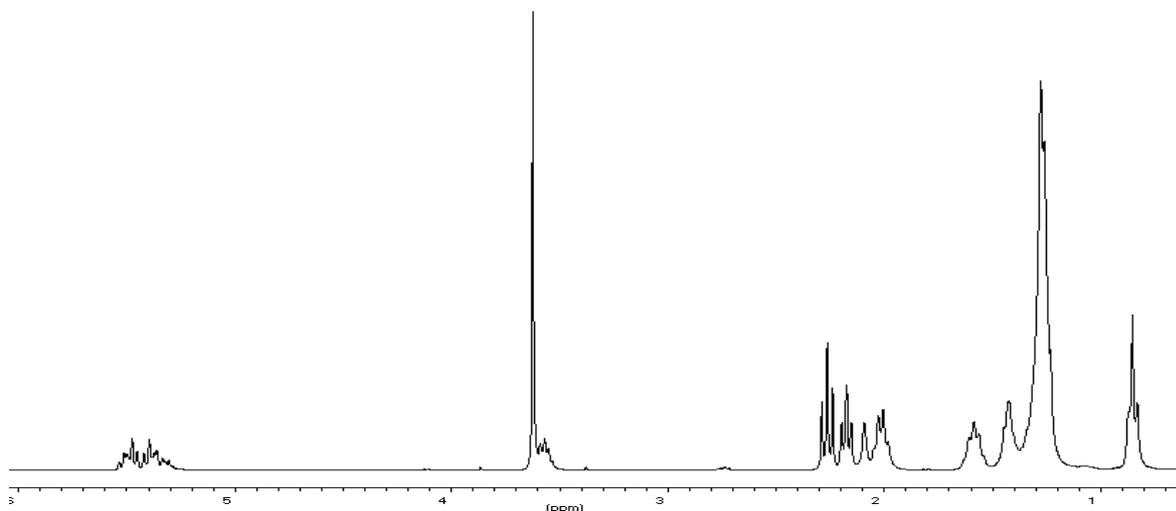
Se diluye una gota del producto con 10 mL de diclorometano. Se inyectan 0.2 µl de esta disolución.

Condiciones de GC:

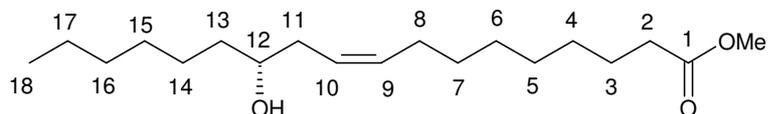
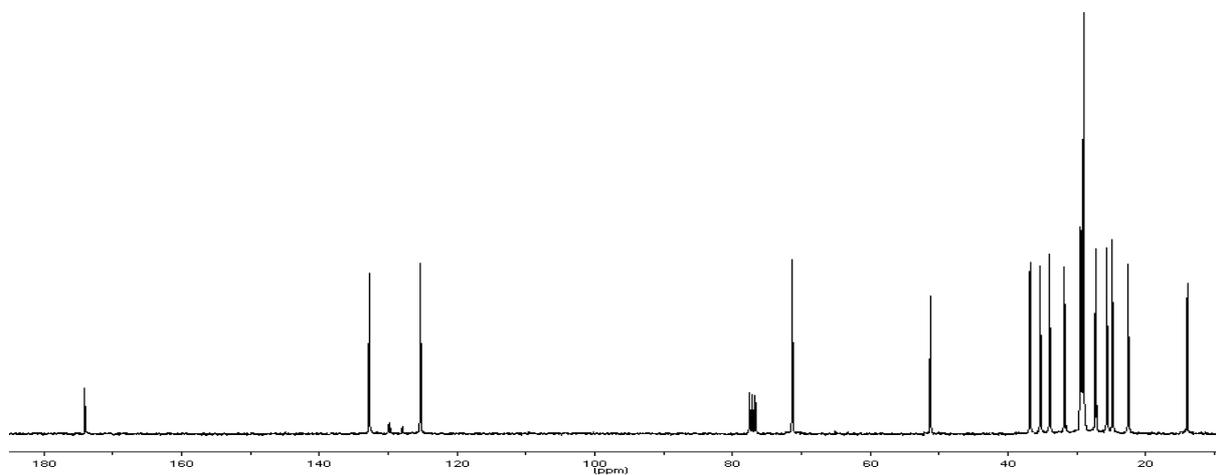
columna: DB-1, 28 m, diámetro interno 0,32 mm, capa 0,25 µm  
 inyección: injection en la columna  
 gas portador: hidrógeno (40 cm/s)  
 horno: 90 °C (5 min), 10 °C/min hasta 240 °C (20 min)  
 detector: FID, 270 °C

**GC del producto**

Tiempo de retención (min)	Producto	Area del pico %
17,93	palmitato de metilo	0,9
19,61	estearato de metilo	4,3
19,69	oleato de metilo	2,7
19,97	linoleato de metilo	1,0
21,69	ricinoleato de metilo	89,4

**Espectro  $^1\text{H}$  NMR del producto (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )**

$\delta$ (ppm)	Multiplicidad	Número de H	Asignación
0,84	T	3	18-H
1,24	M	16	$\text{CH}_2$ restantes
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	$-\text{OCH}_3$
5,35	M	1	9-H
5,49	M	1	10-H

**Espectro  $^{13}\text{C}$  NMR del producto (75.5 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )**

$\delta$ (ppm)	Asignación
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	disolvente