

Geranylacetat

(3,7-Dimethyl-2,6-octadienacetat, Essigsäuregeranylester, Acetylgeraniol)

Geranylacetat ist eine farblose Flüssigkeit mit angenehmen Geruch, die durch eine schonende Veresterung von Geraniol zugänglich ist. Durch eine Veresterung nach Fischer würde das Geraniol zerstört.

Geräte:

Zweihalsholben, Becherglas, Scheidetrichter, Magnetrührer, Stativ, Rotationsverdampfer (optional)

Chemikalien:

Geraniol (Xi)



n-Hexan (F, N, Xn)



Pyridin (F, Xn)



4-(Dimethylamino)-pyridin (T)



Essigsäureanhydrid (C)



Natriumhydrogencarbonat

Natriumsulfat (wasserfrei) (?)

Salzsäure 10% (Xi)



Geranylacetat (Xn)



Hinweis:

Essigsäureanhydrid reizt Augen und Schleimhäute, 4-(Dimethylamino)-pyridin ist akut toxisch, Stäube sind daher zu vermeiden.

Durchführung:

Es werden 7,3 mL Geraniol, 10 mL Pyridin, 10 mL Essigsäureanhydrid und 20 mg 4-(Dimethylamino)-pyridin in den, im Stativ eingespannten, Zweihalskolben gegeben. Anschließend wird die Lösung für 2h bei etwa 10 °C gerührt.

Im Anschluss wird die Reaktionsmischung in 200 mL Eiswasser gegeben und mit n-Hexan extrahiert. Die wässrige Phase wird im Scheidetrichter abgetrennt und die organische Phase mit 10 %-iger Salzsäure und anschließend mit 10 %-iger Natriumhydrogencarbonat-Lösung gewaschen. Die organische Phase wird über Natriumsulfat getrocknet, im Rotationsverdampfer eingeengt und im Vakuum getrocknet. Für ein reineres Produkt kann das Geranylacetat im Vakuum destilliert oder säulenchromatografisch gereinigt werden.

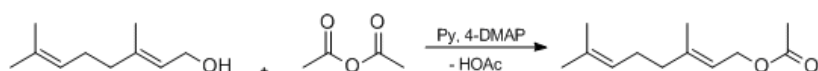
Aubeute: 8,0 mL (80 % d.Th.)

Entsorgung:

n-Hexan kann recycelt werden oder wird dem halogenfreien organischen Lösungsmittelabfall zugeführt. Die Waschlösungen werden neutralisieren und verworfen, das Produkt zu den organisch, halogenfreien Abfällen oder aufbewahrt.

Erklärung:

Es findet eine Schotten-Baumann-ähnliche Veresterung statt, wobei die Säure nicht als Säurechlorid sondern als Säureanhydrid vorliegt.



Die Ausbeute ist wahrscheinlich durch eine zu geringe Reaktionstemperatur und/oder eine zu kurze Reaktionszeit zu erklären, außerdem wurde häufiger gewaschen als das Patent vorschreibt. Darüber hinaus ist anzunehmen, dass das Produkt noch mit Geraniol verunreinigt ist, welches sich destillativ nicht relativ schwer abtrennen lässt.

Bilder:



Vorgelegte Stoffe



Kühlen der sich erwärmenden Reaktionslösung



Nach Eingießen ins Wasser setzt sich bereits die organische Phase ab



Produkt (es wurden 0,5 mL entnommen)

(Bilder by NI2)