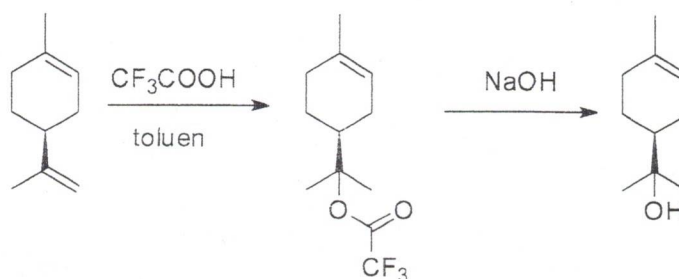


Synteza α -terpineolu



α -Terpineol jest alkoholem należącym do grupy monoterpenów o zapachu bzu występującym jako składnik olejku sosnowego i herbacianego. Często wykorzystywany jest jako składnik perfum, kosmetyków i zapachów. Celem ćwiczenia jest dwuetapowa synteza α -terpineolu z limonenu – związku o zapachu cytrynowym, występującego w skórkach cytryn i pomarańczy. Pierwszy etap syntezy polega na addycji kwasu trifluorooctowego do limonenu, drugi na hydrolizie zasadowej tworzącego się estru.

Odczynniki

(-)-Limonen - 2,2 g
Toluen - 10 ml
Kwas trifluorooctowy – 2,0 g
Metanol – 10 ml
Eter naftowy – 20 ml

Aparatura

Kolba okrągłodenna dwuszyjna o poj. 100 cm³
Mieszadło magnetyczne
Termometr
Rozdzielacz
Pipeta

Wykonanie

I etap – synteza trifluorooctanu α -terpineolu

W kolbie okrągłodennej dwuszyjnej, zaopatrzonej w mieszadło magnetyczne i termometr, umieszczono (-)-limonen (2,2 g) oraz tolueń (5 ml). Do mieszaniny wkroplono pipetą w ciągu 0,5 h roztwór kwasu trifluorooctowego (2,0 g) w toluenie (5 ml) utrzymując temperaturę 20-30 °C. Mieszano w temperaturze pokojowej przez kolejne 2 h, a następnie dodano wodę (10 ml). Warstwę organiczną oddzielono i przemyto 5% roztworem NaHCO₃ (10 ml) oraz 5% roztworem NaCl, a następnie suszono bezwodnym siarczanem (VI) magnezu. Po przesączeniu roztworu usunięto rozpuszczalnik na wyparce obrotowej pod zmniejszonym ciśnieniem, a pozostałość (~4 g) rozpuszczono w metanolu.

II etap – synteza α -terpineolu

Do metanolowego roztworu estru dodano powoli 20%-owy roztwór NaOH_{aq} (4,0 ml) i mieszano przez 1,5 h. do mieszaniny dodano rozcieńczony kwas solny (5 ml, kwas solny : woda 1:1) i eter naftowy (20 ml). Warstwę organiczną oddzielono, przemyto czterokrotnie wodą (4 x 10 ml) i suszono bezwodnym siarczanem (VI) magnezu. Po przesączeniu roztworu usunięto rozpuszczalnik na wyparce obrotowej pod zmniejszonym ciśnieniem otrzymując gęsty produkt.
Wydajność 1,3 g (52%).

Analizy:

- porównanie zapachu substratu i produktu
- analiza widm IR dla (-)-limonenu i α -terpineolu

Literatura:

K. Kacprzak, K. Gawrońska, *Chemia kosmetyczna – ćwiczenia laboratoryjne*, Wydawnictwo Naukowe UAM, Poznań, 2008.