

Protocolo Experimental

“Síntese do éster acetato de n-butilo em macro – escala (50mL)”

Preparação do catalisador

Material:

- Gobelé de 50 mL;
- Vareta de vidro;
- Funil de Buchner;
- Kitasato;
- Bomba de vácuo;
- Caixa de Petri.
- Dowex 50WX2-100 (fig. 1)



Figura 1

Procedimento:

1. Adicionar água para lavar o Dowex (catalisador);
2. Decantação do preparado com vareta de vidro;
3. Repetição do passo 1 e 2, até que o líquido apresentado seja incolor (fig.2);
4. Filtração a vácuo do preparado (fig.3);
5. Transferência do catalisador para uma caixa de petri (fig.4).



Figura 2



Figura 3



Figura 4

Preparação do acetato n-butilo

Material

- Balança analítica $\pm 0,00001\text{g}$
- Espátula;
- Balão de 50 mL;
- Esferas de vidro;
- Pipeta graduada de 10 mL;
- Pompete;
- Macrocontrolador de pipeta;
- Manta eléctrica para balão 50 mL;
- Garras;
- Nozes;
- Suporte Universal;
- Aparelho de medição de energia;
- Termómetro;
- Cabeça de Hickman;
- Condensador de tubo recto (20 cm);
- Pipeta de Pasteur;
- Tetina;
- Proveta de 5mL;
- Balão volumétrico 1000 mL.

Reagentes:

- Butanol (fig. 5);
- Ácido Acético Glacial (fig.5);

Catalisador:

- Catalisador (Dowex) (fig. 6).



Figura 5

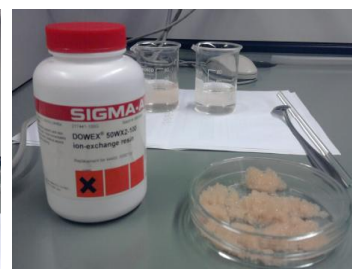


Figura 6

Procedimento:

1. Com uma balança pesar 2,0 g do catalisador;
2. Com uma espátula transportar os 2g para um balão volumétrico de 50 mL (introduzir esferas para evitar a ebulição tumultuosa);
3. Na hotte, pipetar 9,10 mL de butanol com uma pipeta graduada de 10 mL e adicionar ao balão volumétrico (fig.7);
4. Pipetar, também, 5,80 mL de ácido acético glacial com uma pipeta graduada de 10 mL e adicionar à mistura;
5. Agitar para misturar reagentes;
6. Medir a temperatura ambiente da hotte;
7. Ligar a manta de aquecimento a um aparelho medidor de energia, para avaliar o gasto energético durante este processo (fig.8);
8. Aquecer o preparado (fig. 9);



Figura 7



Figura 8



Figura 9

9. Durante o aquecimento ir retirando da cabeça de Hickman a água para uma proveta de 5 mL;
10. No final do refluxo, retirar da manta de aquecimento e deixar repousar (fig.10).



Figura 10

Lavagem e purificação do éster

Material:

- Ampola de decantação 150 mL;
- Suporte Universal;
- Funil de vidro;
- Pipeta de Pasteur;
- Tetina;
- Proveta de 25 mL;
- Balão de Erlenmeyer 50 mL (4);
- Espátula.

Reagentes:

- Solução preparada anteriormente;
- Hidrogenocarbonato de sódio em solução aquosa a 5% (m/m);
- Sulfato de sódio anidro.

Procedimento:

1. Decantar a solução para uma ampola de decantação de maneira a que o Dowex não vá junto (fig. 11);
2. Adicionar 25 mL de hidrogenocarbonato de sódio à ampola;
3. Agitar para que a solução se misture bem com o hidrogenocarbonato de sódio (fig.12) e deixar repousar durante cerca de 10 minutos até se diferenciar a fase orgânica (éster e algum butanol) da fase aquosa (ácido acético e algum butanol) (fig. 13);



Figura 11



Figura 12



Figura 13

- Decantar a fase aquosa para um balão de Erlenmeyer (fig.14);



Figura 14

- Medir o pH da solução;
- Repetir os passos 2, 3, 4 e 5 até que o pH da solução seja superior a 7 (fig.15);
- Decantar a fase orgânica da ampola para um balão de Erlenmeyer;
- Adicionar 2 espátulas de sulfato de sódio à solução;
- Agitar até o sulfato de sódio ficar hidratado;
- Pesar o frasco, devidamente etiquetado (fig.16);
- Transportar o éster para o frasco e pesar novamente;
- Calcular o rendimento da reacção.



Figura 15



Figura 16