

## Protocolo Experimental

“Síntese do éster acetato de n-butilo em microescala (10 mL)”

### **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).

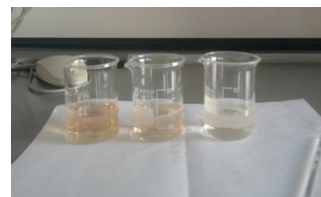


Figura 2



Figura 3



Figura 4

## Preparação do acetato n-butílico

### Material

- Balança analítica  $\pm 0,00001\text{g}$
- Espátula;
- Balão de 10 mL;
- Barra magnética;
- Pipetas automáticas 5 mL;
- Disco eléctrico;
- Placa de alumínio;
- Garras;
- Nozes;
- Suporte Universal;
- Aparelho de medição de energia;
- Termómetro;
- Cabeça de Hickman;
- Coluna de ar (20 cm);
- Pipeta de Pasteur;
- Tetina;
- Proveta de 5mL;

### Reagentes:

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

### Catalisador:

- Catalisador (Dowex) (fig. 6).



Figura 5



Figura 6

**Procedimento:**

1. Com uma balança pesar 0,4 g do catalisador;
2. Com uma espátula transportar os 0,4 g para um balão volumétrico de 10 mL (introduzir barras magnéticas para evitar a ebulição tumultuosa);
3. Na hotte, pipetar 1,820 mL de butanol com uma pipeta automática de 5 mL e adicionar ao balão volumétrico;
4. Pipetar, também, 1,160 mL de ácido acético glacial com uma pipeta automática de 5 mL e adicionar à mistura;
5. Agitar para misturar reagentes;
6. Medir a temperatura ambiente da hotte;
7. Ligar o disco eléctrico a um aparelho medidor de energia, para avaliar o gasto energético durante este processo;
8. Aquecer o preparado;
9. Durante o aquecimento ir retirando da cabeça de Hickman a água para uma proveta de 5 mL;
10. No final do refluxo, retirar o balão do disco eléctrico e deixar repousar.

**Lavagem e purificação do éster****Material:**

- Ampola de decantação 50 mL;
- Suporte Universal;
- Funil de vidro;
- Pipeta de Pasteur;
- Tetina;
- Proveta de 5 mL;
- Gobelé 50 mL;
- Espátula;
- Balão de fundo redondo 10 mL.

**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;
2. Adicionar 5 mL de hidrogenocarbonato de sódio à ampola;
3. Agitar para que a solução se misture bem com o hidrogenocarbonato de sódio 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);
4. Decantar a fase aquosa para um Gobelé de 50 mL;
5. Medir o pH da solução;
6. Repetir os passos 2, 3, 4 e 5 até que o pH da solução seja superior a 7;
7. Decantar a fase orgânica da ampola para um balão de fundo redondo;
8. Adicionar 10 espátulas de sulfato de sódio à solução;
9. Agitar até o sulfato de sódio ficar hidratado;
10. Pesar o frasco, devidamente etiquetado (fig.7);
11. Transportar o éster para o frasco e pesar novamente;
12. Calcular o rendimento da reacção.



Figura 7