

PL 3.4 – Identificação e síntese de substâncias com aromas e sabores especiais

Síntese do acetato de *n*-butilo ou etanoato de *n*-butilo

PARTE III - PROTOCOLO EXPERIMENTAL A MICROESCALA 5 mL

1. REAGENTES

Reagentes estequiométricos

- Butan-1-ol (CAS No. 71 - 36 - 3)
- Ácido acético ou etanóico (CAS 64-19-7)

Catalisador

- Dowex® 50×2 - 400 (CAS No. 69011 – 20 - 7)

Substâncias auxiliares

- Hidrogenocarbonato de sódio (CAS No. 144-55-8)
- Sulfato de sódio (CAS No. 7757-82-6)
- Água destilada

Produto

- Acetato de *n*-butilo ou etanoato de *n*-butilo – (CH₃COOCH₂CH₂C₂H₅) – (CAS No. 123-86-4)

Resíduos

- Acetato de sódio (ou etanoato de sódio) em solução aquosa
- Sulfato de sódio hidratado
- Butan-1-ol
- Dióxido de carbono
- Dowex
- Água

2. SEGURANÇA

Substâncias	Símbolo de risco	Pictogramas de perigo	Palavra-sinal	Código (H...)	Advertências de perigo	Código (P...)	Recomendações de prudência
Reagentes estequiométricos							
Ácido etanóico							
Butan-1-ol							
Substâncias auxiliares							
Dowex® 50x2-100							
Hidrogenocarbonato de sódio							
Sulfato de sódio							
Produto							
Etanoato de <i>n</i> -butilo							
Resíduos							
Etanoato de sódio em solução aquosa							
Sulfato de sódio hidratado							
Dióxido de carbono							
Dowex							
Água							

3. MATERIAL E EQUIPAMENTO

Material

1 Coluna de ar de 10 cm
1 tubo de conexão
1 Balão de fundo redondo de 5 mL (colo curto)
1 Balão de fundo redondo de 10 mL (colo alto)
1 Suporte universal
1 Noz
1 Garra
1 Pipeta automática de 5 mL
1 Proveta de 5 mL
1 Barra magnética
1 Microespátula
1 Vareta de vidro
1 Copo de 10 mL
1 Frasco de 5 mL
Pipetas Pasteur
Fitas de indicador universal
Bloco de alumínio

Equipamento

Balança analítica ou semi - analítica
Placa de aquecimento com agitação
Equipamento para leitura da energia

4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

1. Colocar num balão de 5 mL cerca de 0,2 g de Dowex (catalisador), 0,91 mL de butan-1-ol e 0,58 mL de ácido etanóico, juntar uma barra magnética e agitar.
2. Colocar o balão sobre a placa de alumínio que se encontra sobre uma placa de aquecimento com agitação.
3. Montar o sistema de refluxo de acordo com a figura 1.

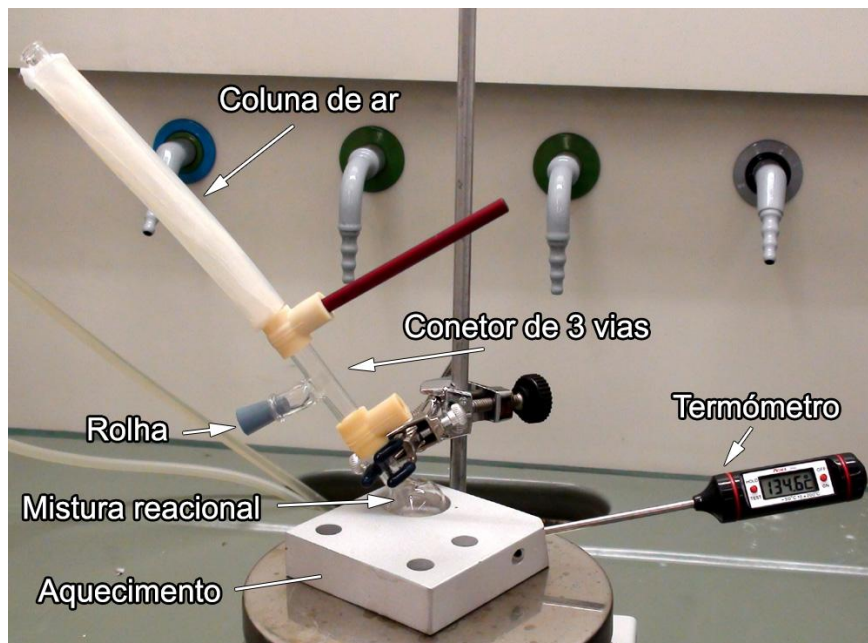
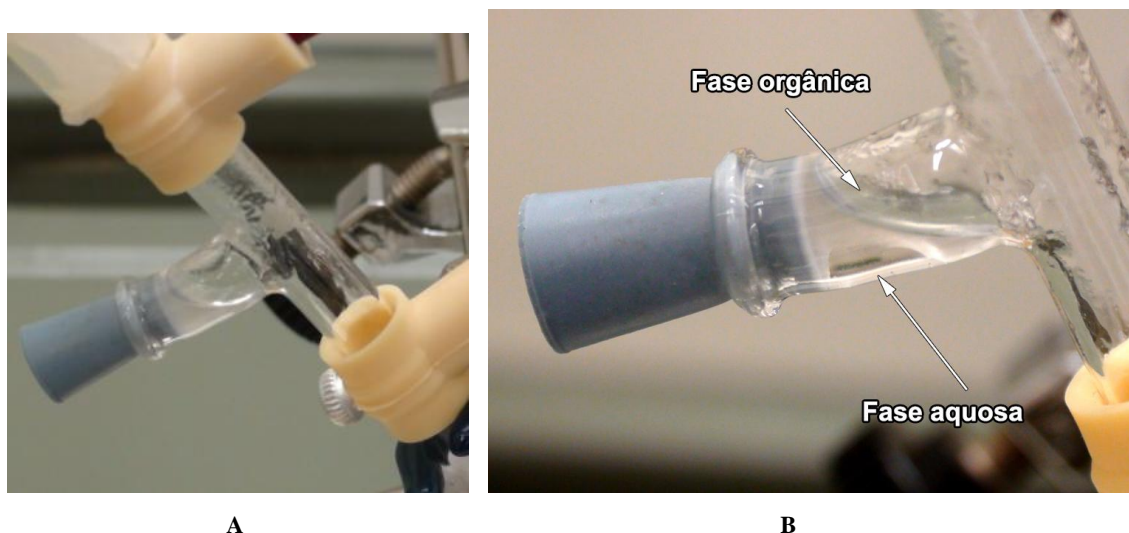


Figura 1. Representação esquemática (à esquerda) e fotografia (à direita) da montagem experimental.

4. Ligar a placa de aquecimento ao medidor de energia e iniciar o aquecimento. Registrar o tempo e a energia consumida de 5 em 5 minutos. (O regulador de temperatura da placa de aquecimento deve ser colocado na posição 150 °C e o da agitação em 500 rpm).
5. Após observar condensação na tubuladura lateral deixar refluxar durante 30 minutos. Inicialmente o condensado é uma mistura turva (Figura 2A), quando condensa é bem visível na tubuladura lateral a separação de duas fases (Figura 2B). Durante o refluxo inclinar o tubo de modo a devolver ao meio reacional a fase orgânica (Figura 3).



A

B

Figura 2. Pormenor da montagem com o condensado na tubuladura lateral onde é visível a separação das duas fases
Síntese do acetato de *n*-butilo



Figura 3. Introdução da fases orgânica na mistura reaccional

6. Deixar arrefecer o balão à temperatura ambiente após ter decorrido o tempo de refluxo.
7. Retirar com uma pipeta Pasteur o produto obtido e transferi-lo para um balão de 10 mL (colo alto).
8. Adicionar ao produto 2 mL de solução aquosa de hidrogenocarbonato de sódio (NaHCO_3) a 5% (m/m). Agitar a mistura (para promover o contacto da solução com a mistura orgânica de modo haver a remoção da máxima quantidade de ácido acético, visível através da libertação de CO_2).
9. Deixar repousar durante cerca de 10 minutos, até que as fases aquosa e orgânica estejam completamente separadas.
10. Remover a fase aquosa (inferior) com uma pipeta Pasteur e transferi-la para um copo de 10 mL.
11. Com uma fita de papel universal verificar o pH da fase aquosa.
12. Repetir os passos 8 a 11 até que o pH da fase aquosa seja superior a 7.
13. Adicionar 2 micro-espátulas de sulfato de sódio anidro (cerca de 0.3 g) para remover a água. Agitar a mistura, para promover a ligação da água ao agente secante (se o sulfato de sódio ficar aglomerado juntar mais um pouco do agente secante, de modo a que se remova toda a água).

14. Deixar repousar durante 15 minutos.



Figura 4. Mistura reacional em repouso.

15. Retirar o produto da mistura com a ajuda de uma pipeta Pasteur para um frasco previamente pesado.
16. Medir a massa do produto.

5. REGISTO DE DADOS EXPERIMENTAIS

Substâncias	Massa / g	Volume / mL
Reagentes estequiométricos		
Ácido etanóico		
Butan – 1 – ol		
Substâncias auxiliares		
Dowex® 50x2 – 100		
Hidrogenocarbonato de sódio (aq) 5% (<i>m/m</i>)		
Sulfato de sódio anidro		
Produto		
Etanoato de <i>n</i> -butilo		

Tempo	Energia / kWh
Início do aquecimento: <u>0min 00s</u>	0,00
Início do refluxo: _____	