



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 IV – Análise de resultados e avaliação da verdura química

1. A segurança é muito importante numa atividade laboratorial. Antes da sua realização, deve sempre fazer-se um levantamento de todas as substâncias envolvidas e avaliar os seus perigos para a saúde humana, para o ambiente e de potencial acidente químico. Mas onde podemos encontrar essas informações? Os fabricantes dos produtos químicos elaboram documentos com todas as informações necessárias ao manuseamento das substâncias que são denominadas *Fichas de Segurança*, SDS (em inglês, Safety Data Sheet). As SDS são a fonte mais completa de informação sobre as substâncias.

1.1. Consulte as SDS das substâncias envolvidas nesta síntese e complete a tabela de segurança da página 2 do protocolo experimental.

2. A “**Estrela Verde**” (EV) é uma métrica criada para avaliar a verdura de uma reação ou processo químico. É constituída por uma estrela de tantas pontas quantos os Princípios da QV que se aplicam à situação em análise. Cada ponta é tanto mais verde quanto melhor for o cumprimento do respetivo princípio. Em face da sua forma, a métrica foi designada pelo nome de “Estrela Verde”.

2.1. Consultando a tabela de segurança do protocolo e tendo por base os critérios definidos na tabela I anexas preencha a Tabela 1.

Síntese do etanoato de <i>n</i> -butilo	Códigos das advertências de perigo	Pontuação de perigos		
		Saúde	Ambiente	Físicos
Reagentes				
Ácido etanoico				
Butan-1-ol				
Substâncias auxiliares				
Dowex				
Solução aquosa de hidrogenocarbonato de sódio 5% (m/m)				
Sulfato de sódio anidro				
Produto				
Etanoato de <i>n</i> -butilo				
Resíduos				
Etanoato de sódio em solução aquosa				
Sulfato de sódio hidratado				
Dióxido de carbono				
Dowex				
Água				

Tabela 1. Perigos para a saúde, ambiente e de acidente de todas as substâncias envolvidas

2.2. Tendo por base a tabela II anexa preencha a Tabela 2.

Tabela 2. Pontuações para construir a EV

Princípio da QV	Pontuação	Explicação
P1 – Prevenção		
P2- Economia atômica		
P3 – Sínteses menos perigosas		
P5 – Solventes e outras substâncias auxiliares mais seguras		
P6 – Planificação para conseguir eficácia energética		
P7 – Uso de matérias primas renováveis		
P8 – Redução de derivatizações		
P9 – Catalizadores		
P10 – Planificação para a degradação		
P12 – Química inerentemente mais segura quanto à prevenção de acidentes		

2.3. Construa a EV na Figura 1, marcando em cada eixo a pontuação do respetivo princípio e pintando a verde e a vermelho as áreas que indicam o cumprimento ou não cumprimento dos princípios, respetivamente. Em seguida use a folha de Excel fornecida para desenhar a EV e calcular o Índice de Preenchimento da Estrela (IPE).

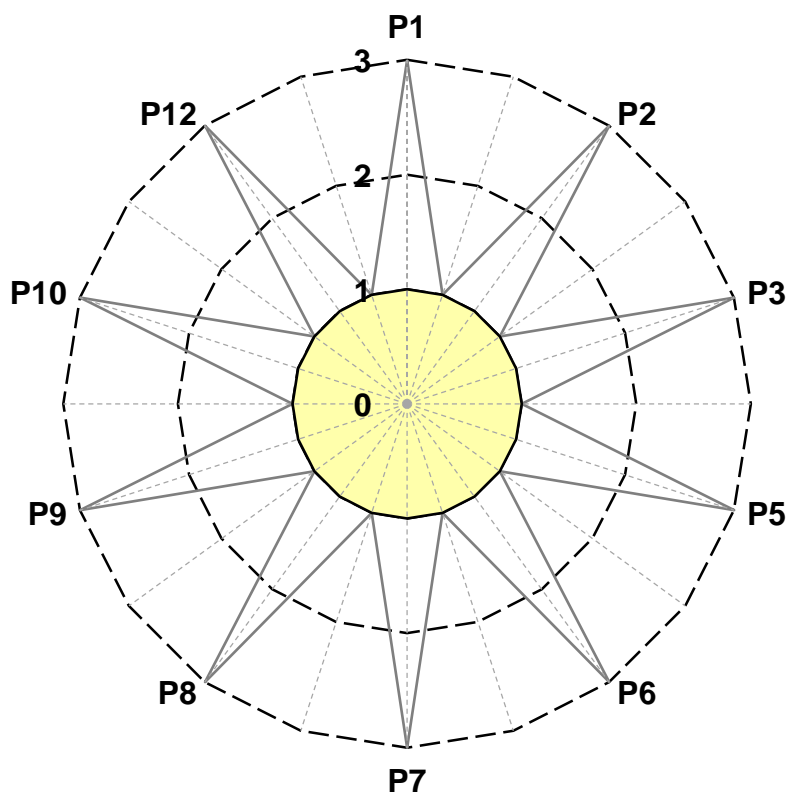


Figura 1 - EV para preencher

2.4. A partir da EV o que pode concluir quanto à veracidade química da síntese?

3. Rendimento

3.1. Calcule o rendimento obtido para as duas sínteses que realizadas (5 mL e 10 mL). Apresente os cálculos.

Rendimento (síntese em balão de 5 mL) = _____

Rendimento (síntese em balão de 10 mL) = _____

Cálculos

3.2. Valores obtidos pelos outros grupos

Média do rendimento:

Desvio padrão :

2. Métricas da química verde

2.1. Fator E

$$\text{Fator E} = \frac{m_{\text{total de resíduos}}}{\text{massa de produto}}$$

O *valor ideal* do Fator E é *zero*, o que ocorreria se não houvesse produção de quaisquer resíduos.

Nas situações reais, o Fator E tem muitas vezes um valor bastante elevado: produzem-se muitos mais resíduos do que produto!

Para as duas sínteses realizadas calcular:

(a) massa total de resíduos, considerando ($m_{\text{total de resíduos}} = \text{massa total de reagentes} - \text{massa de produto}$)

massa total de resíduos calculada (síntese em balão de 5 mL) = _____

massa total de resíduos calculada (síntese em balão de 10 mL) = _____

(b) Fator E

Valor do fator E (síntese em balão de 5 mL) _____

Valor do fator E (síntese em balão de 10 mL) _____

O que pode concluir quanto à verduza química da síntese a partir do valor do fator E?

2.2. Eficiência de massa da reacção (RME)

$$\text{RME} = \frac{\text{massa de produto}}{\text{massa total de reagentes estequiométricos}} \times 100$$

O *valor ideal* do RME é 100% o que acontece quando não há excesso de reagentes estequiométricos, ou seja os reagentes estequiométricos estão presentes em proporções estequiométricas, não há formação de coprodutos e o rendimento é de 100% (todos os reagentes estequiométricos se transformam em produto).

Para as duas sínteses realizadas calcular:

Valor de RME (síntese em balão de 5 mL) _____

Valor de RME (síntese em balão de 10 mL) _____

2.3. Intensidade de energia

$$EI = \frac{\text{energia}}{\text{massa do produto}} (\text{W}\cdot\text{h}\cdot\text{g}^{-1})$$

Valor de EI (para o refluxo, na síntese em balão de 5 mL) _____

Valor de EI (total, na síntese em balão de 5 mL) _____

Valor de EI (para o refluxo, na síntese em balão de 10 mL) _____

Valor de EI (total, para o refluxo, na síntese em balão de 10 mL) _____

2.4. Intensidade de tempo

$$TI = \frac{\text{tempo}}{\text{massa do produto}} (\text{h}\cdot\text{g}^{-1})$$

Valor de TI (síntese em balão de 5 mL) _____

Valor de TI (síntese em balão de 10 mL) _____

ANEXOS: DOCUMENTOS DE APOIO À CONSTRUÇÃO DA EV

Documento 1 – Princípios da Química Verde

P1 – PREVENÇÃO

É melhor prevenir a formação de resíduos do que ter de tratá-los, depois de se terem criado, para eliminar as suas propriedades tóxicas

As experiências serão analisadas atendendo aos resíduos formados.

P2 – ECONOMIA ATÓMICA

Os métodos sintéticos devem ser planificados de modo a maximizar a incorporação no produto final de todas as substâncias usadas ao longo do processo

Este princípio só será aplicado no caso das atividades que envolvem reações de síntese.

P3 – SÍNTESES MENOS PERIGOSAS

Sempre que possível, os métodos sintéticos devem ser planificados de modo a usar e produzir substâncias não tóxicas (ou pouco tóxicas) para a saúde humana e a ecossfera

Este princípio só será aplicado no caso das atividades que envolvem reações de síntese.

As experiências serão analisadas atendendo a todas as substâncias envolvidas.

P4 – PLANIFICAÇÃO A NÍVEL MOLECULAR DE PRODUTOS MAIS SEGUROS

Os produtos químicos devem ser planificados a nível molecular de modo a cumprir as funções desejadas e a minimizar a sua toxicidade

Este princípio não se aplica nesta aferição, pois no ensino não se efetua a planificação de novos produtos.

P5 – SOLVENTES E OUTRAS SUBSTÂNCIAS AUXILIARES MAIS SEGURAS

O uso de substâncias auxiliares (solventes, agentes para promover separações, etc) deve ser evitado sempre que possível; quando usados, esses agentes devem ser inócuos

As experiências serão analisadas atendendo aos solventes e substâncias auxiliares utilizadas.

P6 – PLANIFICAÇÃO PARA CONSEGUIR EFICÁCIA ENERGÉTICA

Deve-se reconhecer os impactos económicos e ambientais dos requisitos energéticos dos processos químicos e minimizá-los; quando possível, os métodos sintéticos devem ser realizados à temperatura e pressão ambientais ou próximas destas

P7 – USO DE MATÉRIAS PRIMAS RENOVÁVEIS

Sempre que for técnica e economicamente praticável, devem-se usar matérias primas e recursos renováveis de preferência a não renováveis

A análise será efectuada atendendo às matérias-primas utilizadas.

P8 – REDUÇÃO DE DERIVATIZAÇÕES

Devem-se minimizar ou, se possível, evitar derivatizações (uso de grupos bloqueadores, de passos de proteção/desproteção, e de modificações temporárias na molécula para permitir processos físicos/químicos) porque tais etapas requerem reagentes adicionais e podem produzir resíduos

Este princípio só será aplicado no caso das atividades que envolvem reações de síntese.

P9 – CATALISADORES

Devem-se preferir reagentes catalíticos (tão seletivos quanto possível) a reagentes estequiométricos

Este princípio só será aplicado no caso das atividades que envolvem reações de síntese.

P10 – PLANIFICAÇÃO PARA A DEGRADAÇÃO

Os produtos químicos devem ser planificados a nível molecular de modo que no fim do seu uso não persistam no ambiente e se decomponham em produtos de degradação inócuos

As experiências serão analisadas atendendo a todas as substâncias envolvidas.

P11 – ANÁLISE PARA A PREVENÇÃO DA POLUIÇÃO EM TEMPO REAL

Deve-se procurar usar métodos analíticos que permitam monitorização direta dos processos de fabrico em tempo real e controlo precoce da formação de substâncias perigosas

Este princípio não se aplica nesta aferição, pois no ensino não se efetua a planificação de novos produtos.

P12 – QUÍMICA INERENTEMENTE MAIS SEGURA QUANTO À PREVENÇÃO DE ACIDENTES

As substâncias usadas e as formas da sua utilização nos processos químicos de fabrico devem minimizar o potencial de ocorrência de acidentes químicos, tais como fugas, explosões e incêndios

As experiências serão analisadas atendendo a todas as substâncias envolvidas.

Tabela I. Critérios para a classificação das substâncias para construção das EV

Perigos		Pontuação Estrela verde	Perigos		Pontuação Estrela verde
H200	Físico	3	H330	Saúde	3
H201	Físico	3	H331	Saúde	3
H202	Físico	3	H332	Saúde	2
H203	Físico	3	H333	Saúde	2
H204:	Físico	2	H334	Saúde	3
H205	Físico	3	H335	Saúde	2
H220	Físico	3	H336	Saúde	2
H221	Físico	2	H340	Saúde	3
H222	Físico	3	H341	Saúde	3
H223	Físico	2	H350	Saúde	3
H224	Físico	3	H351	Saúde	3
H225	Físico	3	H360	Saúde	3
H226	Físico	2	H361	Saúde	3
H227	Físico	2	H362	Saúde	2
H228 (category 1)	Físico	3	H370	Saúde	3
H228 (category 2)	Físico	2	H371	Saúde	3
H229	Físico	2	H372	Saúde	3
H230	Físico	3	H373	Saúde	3
H231	Físico	2	H400	Ambiente	3
H240	Físico	3	H401	Ambiente	3
H241	Físico	3	H402	Ambiente	2
H242 (Type C & D)	Físico	3	H410	Ambiente	3
H242 (Type E & F)	Físico	2	H411	Ambiente	3
H250	Físico	3	H412	Ambiente	2
H251	Físico	3	H413	Ambiente	2
H252	Físico	2	H420	Ambiente	3
H260	Físico	3	EUH001	Físico	3
H261(category2)	Físico	3	EUH006	Físico	3
H261(category3)	Físico	2	EUH014	Físico	3
H270	Físico	3	EUH018	Físico	3
H271	Físico	3	EUH019	Físico	3
H272(category2)	Físico	3	EUH029	Saúde	3
H272(category3)	Físico	2	EUH031	Saúde	3
H280	Físico	2	EUH032	Saúde	3
H281	Físico	2	EUH044	Físico	3
H290	Físico	2	EUH059	Ambiente	3
H300	Saúde	3	EUH066	Saúde	2
H301	Saúde	3	EUH070	Saúde	3
H302	Saúde	2	EUH071	Saúde	3
H303	Saúde	2	EUH201	Saúde	3
H304	Saúde	3	EUH201A	Saúde	2
H305	Saúde	2	EUH202	Saúde	3
H310	Saúde	3	EUH203	Saúde	2
H311	Saúde	3	EUH204	Saúde	2
H312	Saúde	2	EUH205	Saúde	2
H313	Saúde	2	EUH206	Saúde	3
H314	Saúde	3	EUH207	Saúde	3
H315	Saúde	2	EUH208	Saúde	2
H316	Saúde	2	EUH209	Físico	3
H317	Saúde	2	EUH209A	Físico	2
H318	Saúde	3			
H319	Saúde	2			
H320	Saúde	2			

Tabela II. Critérios para classificar as substancias relativamente à degradabilidade e renovabilidade

Características	Critérios	Pontuação (p) Estrela verde
Degradabilidade	Não degradáveis e que não possam ser tratados para se obter a sua degradação em produtos de degradação inócuos	3
	Não degradáveis mas que possam ser tratadas para se obter a sua degradação em produtos de degradação inócuos	2
	Degradáveis com produtos de degradação inócuos	1
Renovabilidade	Não renováveis	3
	Renováveis	1

Tabela III. Componentes e pontuações para construção das EV (p = pontuação)

Princípio da QV	Critérios	p
P1 – Prevenção	Todos os resíduos são inócuos ($p=1$, tabela 1)	3
	Resíduos que envolvam perigo moderado para a saúde e ambiente ($p=2$, tabela 1, pelo menos para uma substância, sem substâncias com $p=3$)	2
	Formação de pelo menos um resíduo que envolva perigo elevado para a saúde e ambiente ($p=3$, tabela 1)	1
P2- Economia atômica	Reacções sem reagentes em excesso ($\leq 10\%$) e sem formação de coprodutos	3
	Reacções sem reagentes em excesso ($\leq 10\%$) e com formação de coprodutos	2
	Reacções com reagentes em excesso ($> 10\%$) e sem formação de coprodutos	2
	Reacções com reagentes em excesso ($> 10\%$) e com formação de coprodutos	1
P3 – Sínteses menos perigosas	Todas as substâncias envolvidas são inócuas ($p=1$, tabela 1)	3
	As substâncias envolvidas apresentam perigo moderado para a saúde e ambiente ($p=2$, tabela 1, pelo menos para uma substância, sem substâncias com $p=3$)	2
	Pelo menos uma das substâncias envolvidas apresenta perigo elevado para a saúde e ambiente ($p=3$, tabela 1)	1
P5 – Solventes e outras substâncias auxiliares mais seguras	Os solventes e as substâncias auxiliares não existem ou são inócuas ($p=1$, tabela 1)	3
	Os solventes e as substâncias auxiliares usadas envolvem perigo moderado para a saúde e ambiente ($p=2$, tabela 1, pelo menos para uma substância, sem substâncias com $p=3$)	2
	Pelo menos um dos solventes ou uma das substâncias auxiliares usadas envolve perigo elevado para a saúde e ambiente ($p=3$, tabela 1)	1
P6 – Planificação para conseguir eficácia energética	Temperatura e pressão ambientais	3
	Pressão ambiental e temperatura entre 0°C e 100°C que implique arrefecimento ou aquecimento	2
	Pressão diferente da ambiental e/ou temperatura muito afastada da ambiental	1
P7 – Uso de matérias primas renováveis	Todos os reagentes/matérias-primas envolvidos são renováveis ($p=1$, tabela 2)	3
	Pelo menos um dos reagentes/matérias-primas envolvidos é renovável, não se considera a água ($p=1$, tabela 2)	2
	Nenhum dos reagentes/matérias-primas envolvidos é renovável, não se considera a água ($p=3$, tabela 2)	1
P8 – Redução de derivatizações	Sem derivatizações ou com uma etapa	3
	Usa-se apenas uma derivatização ou duas etapas	2
	Usam-se várias derivatizações ou mais do que duas etapas	1
P9 – Catalizadores	Não se usam catalisadores ou os catalisadores são inócuos ($p=1$, tabela 1)	3
	Utilizam-se catalisadores que envolvem perigo moderado para a saúde e ambiente ($p=2$, tabela 1)	2
	Utilizam catalisadores que envolvem perigo elevado para a saúde e ambiente ($p=3$, tabela 1)	1
P10 – Planificação para a degradação	Todas as substâncias envolvidas são degradáveis com os produtos de degradação inócuos ($p=1$, tabela 2)	3
	Todas as substâncias envolvidas que não são degradáveis podem ser tratados para obter a sua degradação com os produtos de degradação inócuos ($p=2$, tabela 2)	2
	Pelo menos uma das substâncias envolvidas não é degradável nem pode ser tratado para obter a sua degradação com produtos de degradação inócuos ($p=3$, tabela 2)	1
P12 – Química inerentemente mais segura quanto à prevenção de acidentes	As substâncias envolvidas apresentam perigo baixo de acidente químico ($p=1$, tabela 1, considerando os perigos para a saúde e perigos físicos)	3
	As substâncias envolvidas apresentam perigo moderado de acidente químico ($p=2$, tabela 1, pelo menos para uma substância, considerando os perigos para a saúde e perigos físicos, e sem substâncias com $p=3$)	2
	As substâncias envolvidas apresentam perigo elevado de acidente químico ($p=3$, tabela 1, considerando os perigos para a saúde e perigos físicos)	1

3. Questões pós-laboratoriais

3.1. Nas reações de esterificação de Fisher é necessário o uso de um catalisador ácido. O mais comum é o uso de ácido sulfúrico concentrado. Consulte a SDS do ácido sulfúrico concentrado. Do ponto de vista da Química Verde quais são as vantagens da utilização do Dowex?

3.2. Qual é a função do catalisador na reação?

3.4. Qual o objetivo de remover a água formada enquanto se realiza a síntese?

3.5. Nesta atividade experimental utilizam-se várias substâncias auxiliares. Explique por que motivo se adiciona a solução de hidrogenocarbonato de sódio à mistura.

3.6. Escreva todas as equações químicas das reações envolvidas desde que se adiciona hidrogenocarbonato de sódio até que se liberta dióxido de carbono.

3.7. Após a adição de hidrogenocarbonato de sódio e extração da fase aquosa, verifica-se o pH da fase extraída. Qual a razão para se verificar o valor de pH?
