



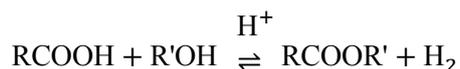
PL 3.4 – Identificação e síntese de substâncias com aromas e sabores especiais

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

PARTE I – INTRODUÇÃO

1. ÉSTERES: UTILIZAÇÃO E FABRICO

Os químicos Emil Fischer e Arthur Speier descobriram em 1895 que era possível obter ésteres a partir do aquecimento de um ácido carboxílico e de um álcool na presença de um catalisador ácido. Este tipo de reações ficou conhecido como esterificação de Fischer e, atualmente, é um dos principais métodos utilizados na produção de ésteres. No Esquema 1 está representada a equação química da esterificação de Fischer.



Esquema 1. Equação química da esterificação de Fischer

Os ésteres são substâncias comuns na natureza. São encontrados nos óleos e nas gorduras, nas essências de frutas, madeiras e flores, bem como nas ceras de abelhas e nos fosfatídeos existentes no ovo e no cérebro.

Os ésteres de baixa massa molecular têm aromas agradáveis sendo os principais componentes responsáveis pelo aroma e sabor de um grande número de frutos e flores. Embora os sabores naturais possam conter cerca de cem compostos diferentes, um único éster aproxima-se dos aromas naturais e é usado na indústria alimentar conferindo aos alimentos características degustativas e olfativas. Na Tabela 1 apresentam-se alguns exemplos de ésteres e suas respectivas fragrâncias. Os ésteres são também usados na produção de perfumes e cosméticos, na indústria farmacêutica, na produção de sabões, na produção de biocombustíveis, etc.

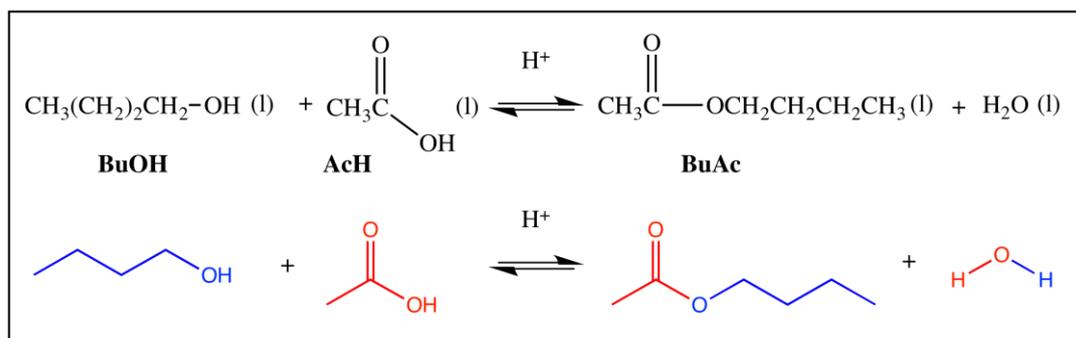
Tabela 1. Fragrâncias de ésteres

Éster	Fórmula	p.e. (°C)	Fragrância
Metanoato de isobutilo	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \quad \text{CH}_3 \\ \parallel \quad \quad \\ \text{HC} - \text{OCH}_2\text{CHCH}_3 \end{array}$	98,4	Framboesa
Acetato de <i>n</i> -propilo	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{CH}_3\text{C} - \text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3 \end{array}$	101,7	Pera
Butanoato de metilo	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \quad \text{CH}_3 \\ \parallel \quad \quad \\ \text{HC} - \text{OCH}_2\text{CHCH}_3 \end{array}$	102,3	Maçã
Butanoato de etilo	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C} - \text{OCH}_2\text{CH}_3 \end{array}$	121	Ananás
Propanoato de isobutilo	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \quad \text{CH}_3 \\ \parallel \quad \quad \\ \text{CH}_3\text{CH}_2\text{C} - \text{OCH}_2\text{CHCH}_3 \end{array}$	136,8	Rum
Acetato de isoamilo	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \quad \text{CH}_3 \\ \parallel \quad \quad \\ \text{CH}_3\text{C} - \text{OCH}_2\text{CHCH}_3 \end{array}$	142	Banana
Acetato de octilo	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{CH}_3\text{C} - \text{OCH}_2(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3 \end{array}$	210	Laranja

2. ETANOATO DE *N*-BUTILO

O etanoato de *n*-butilo é utilizado como base para lacas, tintas, adesivos e corantes, como solvente de tintas, na indústria de cosméticos e fragrâncias, etc. O etanoato de *n*-butilo devido ao seu baixo impacto ambiental é capaz de substituir o 2-etóxiacetato que é tóxico e frequentemente usado como solvente na indústria das tintas.

A equação química que traduz a síntese do etanoato de *n*-butilo representa-se no Esquema 2. Nesta reação forma-se o etanoato de *n*-butilo (produto) e água (co-produto). O ácido sulfúrico é usado habitualmente como catalisador. Os catalisadores ácidos são corrosivos e têm que ser neutralizados após a reação. Para ultrapassar este problema, usam-se catalisadores sólidos, tais como resinas ácidas que podem ser retiradas facilmente por filtração. Neste protocolo utiliza-se como catalisador uma resina ácida, o Dowex.



Esquema 2. Equação química da síntese do etanoato de *n*-butilo.

A reação tem uma constante de equilíbrio baixa, o que limita a conversão de reagentes em produtos - quando se atinge o estado de equilíbrio o rendimento da reação é baixo. Para aumentar o rendimento podem alterar-se variáveis do processo tais como:

- o uso de excesso de reagentes estequiométricos;
- a remoção seletiva dos produtos da reação; e
- a variação da temperatura.

No protocolo proposto, no sentido de aumentar a conversão de reagentes em produtos, ou seja, promover a formação de éster, remove-se a água formada (coproduto da reação).

A mistura reacional, constituída pelos reagentes estequiométricos e pelo catalisador, é aquecida para entrar em refluxo e a reação vai ocorrer à temperatura de refluxo durante o tempo necessário. Na Tabela 2 apresenta-se a densidade e massas molares dos reagentes estequiométricos e do produto.

Tabela 2. Densidade e massas molares dos substâncias dos reagentes estequiométricos e do produto

Substância	Densidade (a 20 °C) / g.cm ⁻³	MM / g.mol ⁻¹
Butan-1-ol	0,81	74,12
Ácido etanoico	1,05	60,05
Etanoato de <i>n</i> -butilo	0,88	116,16

O vapor que refluxa é uma mistura de três componentes: 8% de álcool, 63% de éster e 29% de água (Tabela 3), apresentando um ponto de ebulição de 90,7 °C. Esta mistura designa-se por mistura azeotrópica e comporta-se como se fosse uma substância, isto é, apresenta uma composição fixa e um ponto de ebulição constante.

Este tipo de mistura não pode ser separada por destilação simples ou fracionada. O vapor é homogéneo, mas quando condensa, separa-se em duas fases, uma orgânica (camada superior) rica em éster e outra aquosa (camada inferior) rica em água. Experimentalmente, se pensarmos num sistema que remova a fase aquosa do condensado e faça retornar a fase orgânica à mistura reacional, então o grau de conversão da reação aumenta. Nesta atividade vão ser utilizadas duas montagens que permitem remover a fase aquosa do condensado (camada inferior) e fazer retornar a fase orgânica (camada superior) à mistura reacional. Quando for removida a quantidade de água teoricamente prevista, a reação é dada por terminada e o produto no balão deve conter um éster bastante puro.

Tabela 3. Composição percentual da mistura azeotrópica

Substâncias	p.e. / °C	Vapor / %
Butan-1-ol	117,7	8
Etanoato de <i>n</i> -butilo	126,7	63
Água	100,0	29