

## 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 II - PROTOCOLO EXPERIMENTAL A MICROESCALA 10 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 – (CH<sub>3</sub>COOCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>) – (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
<b>Reagentes estequiométricos</b>							
Ácido etanoico							
Butan-1-ol							
<b>Substâncias auxiliares</b>							
Dowex® 50x2-100							
Hidrogenocarbonato de sódio							
Sulfato de sódio							
<b>Produto</b>							
Etanoato de <i>n</i> -butilo							
<b>Resíduos</b>							
Etanoato de sódio em solução aquosa							
Sulfato de sódio hidratado							
Dióxido de carbono							
Dowex							
Água							

### **3. MATERIAL E EQUIPAMENTO**

#### **Material**

1 Condensador de Liebig de 10 cm  
1 Coluna de ar de 20 cm  
1 Cabeça de Hickman 2 mL  
1 Balão de fundo redondo de 10 mL (colo baixo)  
1 Balão de fundo redondo de 10 mL (colo alto)  
1 Suporte universal  
3 Nozes  
3 Garras  
1 Pipeta automática de 5 mL  
1 Provetta 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 10 mL cerca de 0,4 g de Dowex (catalisador), 1,82 mL de **butan-1-ol** e 1,16 mL de **ácido etanoico** e juntar uma **barra magnética**.
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. Pode usar-se uma coluna de ar de cerca de 20 cm em vez do condensador de Liebig, poupando-se assim água (Figura 2).

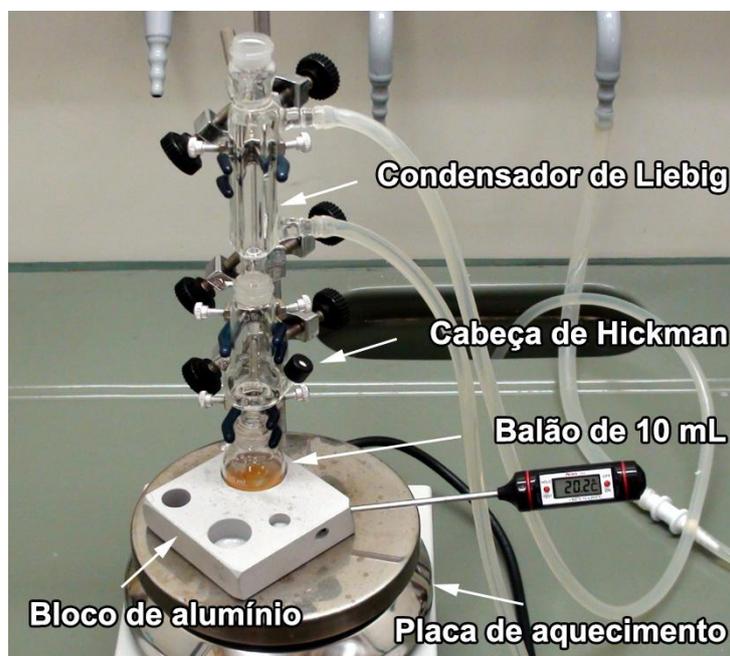


Figura 1. Montagem.



Figura 2. Montagem utilizando uma coluna de ar

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 cabeça de Hickman deixar refluxar durante 30 minutos. Durante o refluxo retirar pela tubuladura lateral da cabeça de Hickman o líquido que vai condensando, utilizando uma pipeta Pasteur. É bem visível na pipeta Pasteur a separação de duas fases, a água (camada inferior) e uma fase orgânica (camada superior). Devolver ao sistema reacional a fase orgânica.



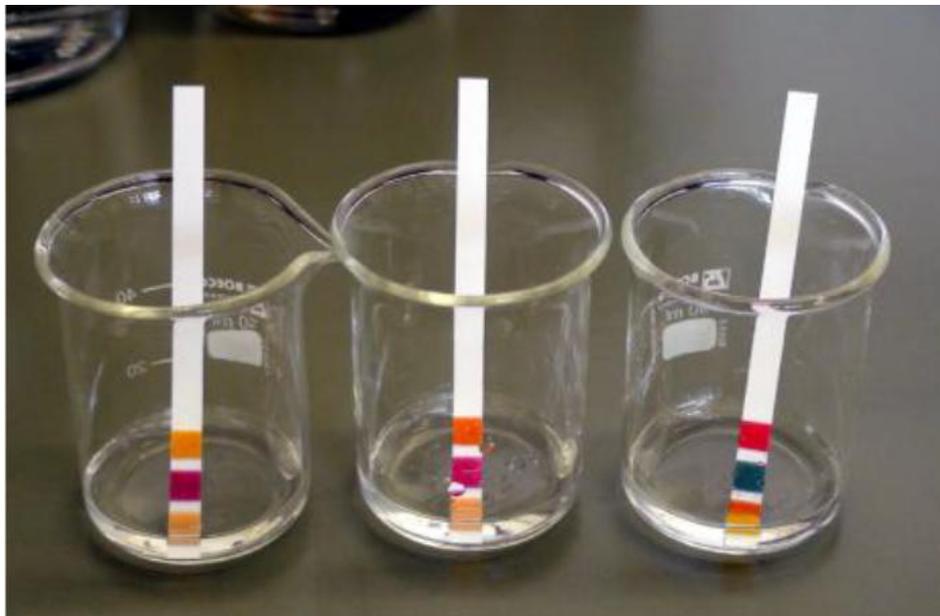
**Figura 3.** Pormenor da separação de fases.

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 novo balão de 10 mL (colo alto).
8. Adicionar ao produto 5 mL de solução aquosa de hidrogenocarbonato de sódio ( $\text{NaHCO}_3$ ) 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  $\text{CO}_2$ ).



**Figura 4.** Libertação de  $\text{CO}_2$ .

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.



**Figura 5.** Verificação do pH da fase aquosa.

13. Adicionar 4 micro-espátulas de sulfato de sódio anidro (cerca de 0.6 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).



**Figura 6.** Produto com o sulfato de sódio.

14. Deixar repousar durante 15 minutos.
15. Retirar o produto da mistura com a ajuda de uma pipeta Pasteur para um frasco previamente pesado.



**Figura 7.** Transferência do produto.

16. Medir a massa do produto.

## 5. REGISTO DE DADOS EXPERIMENTAIS

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

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

<b>ÁGUA DE REFRIGERAÇÃO</b>	
Tempo	Volume / mL