

Síntese da cumarina – 7-hidroxi-4-metilcumarina

Reagentes		Vidraria	
Nome / CAS	Quantidade	Bandeja (fornecida)	Armário (aluno)
Resorcinol (108-46-3)	1,10g	Balão JT 14/20, 125mL (02) Condensador de refluxo (01)	Funil de transferência (01) Proveta 25mL (01)
Acetoacetato de etila (141-97-9)	1,3mL	Tubo secante JT 14/20 (01)	Kitassato 125mL (01) Funil de buchner 40mm (01)
Amberlyst 15 (39389-20-3)	1g		Pipeta de Pasteur Tetina de silicone
Tolueno (108-88-3)	15mL		Espátula (01) Erlenmeyer 125mL (02)
Metanol (67-56-1)	20mL		Erlenmeyer 250mL (01) Bastão de vidro (01)

Outros materiais	Disponibilizar
Manta 125mL (01) Suporte universal (01) Suporte elevatório (01) Garras c/mufas (02) Argola (01) Bombinha d'água Chapa de aquecimento Rotaevaporador Ponto de fusão Balança (04)	Papel de filtro 40mm Papel de filtro 100mm Pedras de ebulição Gelo Frasco de Dewar Gelo seco Acetona Descarte orgânico

Procedimento Experimental

Em um balão de 50mL 1 JT 14/20, introduzir 1,10g de resorcinol, 1,3mL de aceto acetato de etila, 15mL de tolueno e 1g de Amberlyst 15 ativada. Adicionar algumas pedras de ebulição e aquecer a mistura em manta por 1h sob refluxo. Poderá haver formação de espuma. Se esta for constante e controlável, manter o aquecimento. Caso haja aumento da quantidade de espuma, com o decorrer do aquecimento, resfriar o sistema e reaquece-o lentamente.

Decorrido o tempo, resfriar a mistura reacional e solubilizar o sistema em metanol. Remover a resina por filtração e concentrar a solução, removendo os solventes do meio através de um rotaevaporador.

Recristalizar a cumarina, solubilizando os cristais em metanol a quente (utilizar quantidade suficiente para solubilizar toda a cumarina) e adicionar água destilada, gota a gota até início de precipitação. Determinar o rendimento seco e o ponto de fusão.

Observações:

Ativação da resina Amberlyst 15: Coloca-se a resina em mufla a 300°C por 12h. Resfria-se em dessecador.

Propriedades físico-químicas dos reagentes

Propriedades	Resorcinol	Acetoacetato de etila	Tolueno	Metanol
Fórmula molecular	C ₆ H ₄ (OH) ₂	C ₆ H ₁₀ O ₃	92,14 g/mol	CH ₃ OH
Massa molar	110,1 g/mol	130,14 g/mol	0,87 g/mL	32,04 g/mol
Densidade	1,28 g/L	1,021 g/mL	-93 °C	0,79 g/mL
Ponto de fusão	110,7 °C	-45 °C	110,6 °C	-98 °C
Ponto de ebulição	277 °C	180,8 °C	0,47 g/L (20-25 °C)	65 °C
Solubilidade em água	1400 g/L (20 °C)	28,6 g/L (20 °C)	°C)	miscível
Viscosidade	nd	nd	0,590 cP (20 °C)	0,59 mPa (20 °C)