

Síntese de benzil n-butil éter

Reagentes		Vidraria	
Nome / CAS	Quantidade	Bandeja (fornecida)	Armário (aluno)
n-Butanol (71-36-3)	9,2mL	Balão, 100mL 3JT 14/20 (01) Condensador de refluxo (01)	Béquer 100mL (01) Proveta 25mL (01)
Cloreto de benzila (100-44-7)	14mL	Rolha esmerilhada 14/20 (02) Coluna de vigreux	Erlenmeyer 125mL (01) Funil médio de colo curto (01)
Hidróxido de sódio (50%) (1310-73-2)	0,4g	Cabeça de destilação (01) Balão 50mL 1JT 14/20 (01)	Funil de separação 125mL (01) Bastão de vidro (01)
Hidrogenosulfato de tetrabutil amônio (32503-27-8)	1,7g	Coletor de frações (01) Balão 25mL 1JT 14/20 (03)	Espátula (01)
Éter etílico (60-29-7)	60mL	Termômetro (-10 a 110°C) (01) Adaptador de termômetro 10/30 (01)	
Cloreto de sódio (sol. sat.) (7647-14-5)	20mL	Balão, 100mL 1JT14/20 (01)	
Cloreto de cálcio (10043-52-4)	1g		
Água destilada	20mL		

Outros materiais	Disponibilizar
Agitador magnético (01) Manta 125mL (01) Plataforma elevatória (01) Suporte universal (01) Garra c/mufa (02) Argola (01) Barra magnética (01) Bomba de vácuo Bombinha d'água Balança (01)	Papel de filtro 100mm Frasco de Deward Gelo seco Acetona Descarte orgânico Descarte aquoso Gelo Panela Pedras de ebulição

Procedimento Experimental

Em um balão de 3 juntas 14/20, acoplado com um condensador de refluxo, adicionar n-butanol (9,2mL, 102mmol), solução de hidróxido de sódio 50% (20mL), hidrogenosulfato de tetrabutilamônio (1,7g, 5mmol) e cloreto de benzila (14mL, 122mmol). Aquecer sob refluxo (75°C) por um período de 15min. Transferir a mistura para um erlenmeyer de 125mL e adicionar 20mL de éter etílico, mantendo a mistura sob agitação com cuidado.

Decantar a fase líquida para um funil de separação. Lavar a fase sólida com éter etílico (20mL). Separar a fase orgânica e extrair a fase aquosa com mais éter (20mL). Lavar a fase etérea com água (20mL) e solução saturada de NaCl (20mL). Separar a fase etérea em um erlenmeyer de 125mL, adicionar CaCl₂ anidro.

Filtrar para um balão 125mL, 1 junta 14/20 e remover o solvente em rotaevaporador à pressão ambiente (sem vácuo). Quando todo o éter for retirado, aplicar o vácuo por 5 min para remoção de traços de solvente. Transferir para um balão de 50mL, 1 junta 14/20.

Destilar o produto sob pressão reduzida, recolhendo a cabeça de destilação.

Observações:

Preparação de solução NaOH 50%: Em um erlenmeyer de 2L colocar 500mL de água destilada e sob agitação adicionar 500g de NaOH.

Preparação de solução saturada de NaCl: Em um erlenmeyer de 2L, contendo 1L de água destilada sob agitação e aquecida à 100°C, adicionar 391g de NaCl.

Propriedades físico-químicas dos reagentes

Propriedades	n-Butanol	Cloreto de benzila	Hidróxido de sódio	Éter etílico
Fórmula molecular	C ₄ H ₉ OH	C ₆ H ₅ CH ₂ Cl	NaOH	C ₄ H ₁₀ O
Massa molar	74,1216 g/mol	126,58 g/mol	39,9971 g/mol	74,12 g/mol
Densidade	0,81 g/mL (a 20°C)	1,10 g/mL	2,13 g/mL	0,71 g/mL
Ponto de fusão	-89 °C	-39 °C	332 °C	-116 °C
Ponto de ebulição	188°C	179,3 °C	Nd	35 °C
Solubilidade em água	90 g/L (20°C)	0,46 g/L	1090 g/L (20 °C)	69 g/L (20°C)
Viscosidade	3 cP (25°C)	1,2 hP (20°C)	Nd	0,224 cP (25°C)

Propriedades	Hidrogenosulfato de tetrabutil amônio	Cloreto de sódio	Cloreto de cálcio
Fórmula molecular	(C ₄ H ₁₀) ₄ N(HSO ₄)	NaCl	CaCl ₂
Massa molar	339,53 g/mol	58,443 g/mol	110,98 g/mol
Densidade	nd	2,165 g/mL	2,15 g/mL
Ponto de fusão	169-171 °C	801 °C	772 °C
Ponto de ebulição	nd	1465 °C	1935 °C
Solubilidade em água	solúvel	391 g/L (100 °C)	solúvel
Viscosidade	nd	nd	nd