

**Síntese de 1-butil-ciclohexanol**

Reagentes		Vidraria	
Nome / CAS	Quantidade	Bandeja (fornecida)	Armário (aluno)
Magnésio (7439-95-4)	2,43g	Balão 250mL, 3 JT 24/40 (01) Condensador de refluxo (01)	Proveta 10mL (01) Proveta 20mL (01)
Éter etílico seco (60-29-7)	60	Cabeça de destilação (01) Coletor de frações (01)	Proveta 100mL (01) Funil de separação 125mL (01)
Iodo (7553-56-2)	0,1g	Termômetro de Hg (01) Adaptador p/termômetro 10/30 (01)	Erlenmeyer 125mL (01) Erlenmeyer 250mL (01)
Brometo de n-butila (109-65-9)	13,70g	Adaptador M24/40 e F 14/20 (01) Balão de 100mL JT 24/40 (01)	Béquer 100mL (01) Béquer 500mL (01)
Ciclohexanona (108-94-1)	9,81g	Balão de 125mL JT 14/20 (01) Balão de 25mL JT 14/20 (03)	Funil de transferência (01) Espátula
Ácido clorídrico (10%) (1310-73-2)	5mL	Funil de adição JT 24/40 50mL (01) Rolha de vidro 14/20 (01)	Pipeta de Pasteur Tetina de silicone
Éter etílico (60-29-7)	60mL		
Carbonato de potássio (584-08-7)	3g		

Outros materiais	Disponibilizar
Agitador magnético	Peneira
Suporte elevatório (01)	Papel de filtro 100mm
Suporte universal (02)	Pedra de ebulição
Garras c/mufas (02)	Barra magnética
Tela de amianto (01)	Tubo secante
Argola (01)	Graxa de silicone
Manta de aquecimento 250mL	Gelo
Bombinha d'água (01)	Gelo seco
Balança (04)	Panela
Rotaevaporador (06)	Frasco de dewar
Bomba de vácuo	Acetona
	Descarte orgânico
	Descarte aquoso

**Procedimento Experimental**

Em um balão de fundo redondo de 250mL com 3 juntas 24/40, acoplar um condensador de refluxo com tubo secante e funil de adição e agitação magnética. Introduzir 0,10 mol de raspas de Mg, seguido por 25mL de éter "seco" e alguns cristais de iodo. Em seguida, adicionar, gota a gota, 0,10 mol de brometo de n-butila dissolvido em 25mL de éter "seco". A reação deve iniciar-se antes de adicionar 1/4 de todo o brometo de n-butila. Após a adição de todo o brometo de n-butila, a mistura reacional é mantida em refluxo (manta) até desaparecimento quase total do magnésio. Em seguida, adiciona-se 0,10 mol de ciclohexanona dissolvida em 10mL de éter "seco", gota a gota, mantendo

um leve refluxo da mistura. Após o término da adição, a mistura reacional é mantida sob refluxo durante mais 1 h, deixando em repouso depois durante a noite.

Adicionar à mistura reacional 50g de gelo e, em seguida, uma solução de HCl 10% até dissolução do precipitado. Separar as fases em funil de separação para extrair a fase aquosa com éter "não seco" (2 x 30mL). Secar a solução etérea com  $K_2CO_3$  anidro, filtrar e evaporar o solvente no rotaevaporador. Para a purificação final, destilar o produto impuro à vácuo em aparelhagem simples (sem coluna). Utilizar um balão de 125mL para evitar a formação de espuma. Determinar o rendimento e o índice de refração.

### Observações:

*Preparação de solução de ácido clorídrico 10%:* Em uma proveta de 1L introduzir 100mL de HCl concentrado e diluir com água destilada até 1L.

*Preparação de éter etílico seco:* Gotejar 120mL de ácido sulfúrico concentrado em 1L de éter etílico sob banho de gelo, com agitação ocasional. Refluxar por 1h e destilar de ácido sulfúrico. Adicionar sódio metálico e refluxar por 2h, destilar de sódio metálico. Adicionar sódio metálico ao destilado e utilizar em seguida.

### Dados:

Octano: p.e. 125°C

Ciclohexanona: p.e. 157°C

1-butil-ciclohexanol: p.e. 90°C/10mmHg

2-butil-ciclohexanol: p.e. 111°C/16mmHg

1-etil-ciclohexanol: p.e. 166°C

1-propil-ciclohexanol: p.e. 85°C/20mmH

### Propriedades físico-químicas dos reagentes

Propriedades	Magnésio	Éter etílico	Iodo	Brometo de n-butila
Fórmula molecular	Mg	$C_4H_{10}O$	I	$C_4H_9Br$
Massa molar	24,3050 g/mol	74,12 g/mol	126,90447 g/mol	137,02 g/mol
Densidade	1,74 g/mL	0,71 g/mL	4,94 g/mL	1,2686 g/mL
Ponto de fusão	648 °C	-116 °C	113 °C	-112 °C
Ponto de ebulição	1090 °C	35 °C	184 °C	101,4 °C
Solubilidade em água	nd	69 g/L (20°C)	nd	nd
Viscosidade	nd	0,224 cP (25°C)	nd	nd

<b>Propriedades</b>	<b>Ciclohexanona</b>	<b>Ácido clorídrico</b>	<b>Carbonato de potássio</b>
Fórmula molecular	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O	HCl	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
Massa molar	98,15 g/mol	36,46 g/mol	138,2055 g/mol
Densidade	0,9478 g/mL	1,18 g/mL	2,29 g/mL
Ponto de fusão	-16,4 °C	-27,32 °C	891 °C
Ponto de ebulição	155,65 °C	48 °C	Decompõe-se
Solubilidade em água	Levemente solúvel <sup>1</sup>	720 g/L (20 °C)	1120 g/L (100 °C)
Viscosidade	0,898 cP (25°C)	1,9 cP (25 °C)	nd