



## RENDIMENTO NA SÍNTESE DO ACETATO DE ISOAMILA

J. P. O. FERREIRA<sup>1</sup>, J. R. D. FINZER<sup>2</sup>, T. S. NUNES<sup>3</sup>

<sup>1,2,3</sup> Universidade de Uberaba, Departamento de Engenharia Química

*RESUMO – Esta pesquisa descreve a notabilidade dos biocombustíveis na economia do Brasil, foi dada uma atenção na obtenção do etanol que advém da cana-de-açúcar. No processo de obtenção do etanol são gerados vários produtos e subprodutos, principalmente o óleo fúsel, em que o mesmo se tornou ferramenta de estudo, pois, a partir deste subproduto a um processo de destilação visando extrair álcool isoamílico, já que este é de grande importância em vários setores industriais como alimentícia, química, farmacêutica. O objetivo deste trabalho é obter o rendimento na síntese do acetato de isoamila onde o mesmo é um composto utilizado como aroma artificial com odor característico de banana na indústria alimentícia. O acetato isoamílico é resultado de uma reação de esterificação que geralmente é obtida por catálise homogênea usando ácido sulfúrico concentrado, sabendo que é uma reação reversível foi aplicado o princípio de Le Chatelier mantendo o ácido acético utilizado em excesso. O resultado dos experimentos comprova que a temperatura tempo de refluxo e quantidade de reagentes está ligada diretamente no rendimento. Foram realizados três experimentos para obter o rendimento do acetato isoamílico, que nos quais foram: 36,19%, 52,68% e 72,19 % o último sendo mais expressivo, que pode ser um indicador para selecionar a metodologia utilizada para a produção da substância.*

### 1. INTRODUÇÃO

O biocombustível é ecologicamente sustentável e viável para sua produção e de suma importância na economia brasileira. Entre os diversos biocombustíveis produzidos no País o que tem maior visibilidade para sua produção é o etanol proveniente da fermentação do caldo da cana de cana de açúcar. É válido lembrar que o etanol é produzido também, além da cana-de-açúcar, da beterraba, milho, soja, entre outros (CRUZ, 2007). Dentre os subprodutos, o óleo fúsel, que, por sua vez, é constituído por álcoois (álcool etílico e superiores), aldeídos, furfural, ácidos graxos e outros componentes, é um dos subprodutos gerados na destilação do vinho fermentado. A composição do óleo fúsel varia conforme as condições e materiais utilizados na fermentação sendo descrito como um líquido oleoso de odor desagradável contendo aproximadamente 60 % em peso de álcoois e faixa de destilação entre 122 e 138°C (WINDHOLZ, 1976). A destilação do óleo fúsel na faixa de 135 a 141°C possibilita a obtenção do álcool isoamílico, o mesmo pode ser utilizado como reagente em sínteses orgânicas ou como solventes na extração de compostos farmacológicos. Ésteres aromatizantes são produzidos a partir deste álcool e utilizados em indústrias alimentícias. No óleo

---



citado também se encontram álcool etílico, propílico, butílico, hexílico, heptílico e outros, além de ácidos, ésteres e aldeídos, no mesmo não se encontra o n-pentanol que comumente é confundido com o álcool isoamílico (HAWLEY, 1985).

Desde modo, após a destilação para obtenção do álcool isoamílico, utiliza-se o mesmo juntamente com um ácido carboxílico e um catalisador para a síntese de acetados. Este éster é usado amplamente na indústria alimentícia como aromatizante, e utilizado na preparação de lacas de nitrocelulose, formulação de thinners e tintas para impressão, também é aplicado como componente de formulação para a indústria de couros, como solvente para plástico (solda plástica) e como removedor de manchas no processo de lavagem a seco. O principal objetivo deste trabalho é quantificar o rendimento de produção do acetato de isoamila em escala de laboratório, usando álcool isoamílico purificado, variando a temperatura e proporção de reagentes.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

No processo de fabricação do álcool etílico são gerados muitos subprodutos e um deles é o óleo fúsel, gerado na destilação do etanol e constituindo uma fração menos volátil produzida no processo. Na maioria das vezes o óleo fúsel é designado para descarte em grandes usinas, porém em algumas o mesmo é comercializado, para setores farmacêuticos e de cosméticos. Uma proporção média da produção deste óleo é que a cada 1000 L de álcool etílico, estima-se a produção de 2,5 L de óleo fúsel em uma usina (PÉREZ et al, 2001).

O processo descrito a seguir é realizado por uma indústria que realiza a destilação do óleo fúsel onde é gerado o álcool isoamílico. O óleo alimenta a unidade de destilação que tem como objetivo a produção de isobutanol e álcool isoamílico. O óleo fúsel é neutralizado por solução de NaOH no setor de destilação, segue uma etapa de filtração e logo conduzida pra um decantador para que ocorra a separação de fases, sendo a fase superior rica nos álcoois de interesse, já a segunda fase contém água e alguns álcoois em pequena proporção. Esta operação inicial tem como finalidade eliminar o excesso de água presente no sistema e uma purificação prévia (OXITENO, 2004).

A reação de esterificação, onde um álcool reage com um ácido carboxílico é chamada de esterificação de Fischer e foi descoberta em 1895 (COSTA *et al.*, 2004).

## 3. MATERIAIS E MÉTODOS

**Materiais e Equipamentos:** Balão de fundo redondo 250 mL; Cavalete de metal; Chapa aquecedora; Becker 50 mL e 100 mL; Destilador Simples; Erlenmeyer; Funil; Funil de separação 250 mL; Garras; Manta aquecedora; Pera; Pipeta volumétrica 50 mL; Pipeta graduada; Papel filtro; Pedras de porcelana; Dispositivo de refluxo; Suporte de argola; Suporte universal; Termômetro com escala até 200°C.

**Reagentes:** Ácido acético glacial; Ácido sulfúrico P.A.; Água destilada; Álcool isoamílico 98,5 %; Bicarbonato de sódio; Sulfato de sódio Anidro.

### Métodos



Foram realizados três experimentos, em ambos foi utilizado o álcool isoamílico, ácido acético e o ácido sulfúrico como catalisador. O ácido acético glacial foi utilizado em excesso aplicando o princípio de Le Chatelier. Nos experimentos foram quantificados em qual deles haveria um maior rendimento variando, equipamentos, quantidade de reagentes, catalisador, temperatura e tempo de refluxo. Para o primeiro experimento foram usados 15 mL de álcool isoamílico, 17 mL de ácido acético glacial e 1 mL de ácido sulfúrico P.A. como catalisador da reação. O segundo experimento 44 mL de álcool isoamílico, 50 mL de ácido acético glacial e 3 mL de ácido sulfúrico P.A. No terceiro experimento 44 mL de álcool isoamílico, 50 mL de ácido acético glacial e 1 mL de ácido sulfúrico P.A. (FERREIRA, 2016). Todos foram pipetados e transferidos para um balão de fundo redondo com pedras de vidro para aperfeiçoar a ebulição da amostra. Em seguida o balão é colocado na manta aquecedora e acoplado ao dispositivo de refluxo, conforme indicado na Figura 1, em que foi realizado o Experimento 1. Após o líquido entrar em ebulição foi deixado em refluxo por 0,45 horas no primeiro, 1 hora no segundo e 1,30 horas no terceiro experimento.



Figura 1 - Experimento 1 - Refluxo com álcool isoamílico, ácido acético e ácido sulfúrico P.A.

Transcorrido o tempo de reação foram retirados os balões nos Experimentos 1, 2 e 3 da manta aquecedora para que a amostra contida dentro do balão de fundo redondo se resfriasse. Foi observado em todas as amostras mudança de coloração, passando da cor amarela para a cor vinho. Também foi verificado o odor de banana, que é característico deste éster. Assim que as amostras atingiram a temperatura ambiente, foram transferidas para um funil de separação de 250 mL. Na amostra 1 foi adicionado 50 mL de água destilada, na amostra 2 foi adicionado 147 mL e na amostra 3 foi adicionado 144 mL, a água destilada tem o efeito de extrair substâncias solúveis na água (RAMOS, 2012). Após desprezar os líquidos aquosos que não seriam utilizados, foi adicionado juntamente com a amostra no funil de separação 20 mL de bicarbonato de sódio ( $\text{NaHCO}_3$ ), saturado na amostra 1, enquanto que para amostra 2 foi adicionado 59 mL e na amostra 3 foi adicionado 58 mL. Para que assim, fosse feito a correção do pH, uma vez que, as amostras estavam muito ácidas pelo uso do catalisador de ácido sulfúrico (FERREIRA, 2008). Após a extração foi efetuada a secagem de líquidos orgânicos com sulfato de sódio anidro. Desta forma, foi adicionado 1 g de sulfato de sódio anidro em todas as amostras para retirar a água presente nas amostras. Seguiu-se a filtração usando funil com papel de filtro. Verificou-se que após estes procedimentos, a amostra se tornou mais



límpida e com o aumento do odor característico da banana. Após a filtração obteve-se 17 mL da amostra 1, 63 mL da amostra 2 e 55 mL da amostra 3 para serem destilados. A amostra 1 foi transferida para um balão de fundo redondo contendo pedras de vidro, acoplado em um micro destilador simples com termômetro acoplado, para avaliar a temperatura do processo e por fim colocado em uma chapa aquecedora, mantendo a temperatura da chapa em torno de 170°C. O composto começou a ser coletado assim que a amostra entrou em ebulição, o dispositivo e representado na Figura 2.



Figura 2 - Destilação simples.

As amostras 2 e 3 foram transferidas para um balão de fundo redondo contendo partículas de vidro, e acoplado em um microdestilador simples como anteriormente. O composto começou a ser coletado quando a temperatura atingiu 138°C.

#### 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na primeira amostra a destilação ocorreu a uma temperatura de 130°C e em um tempo de 30 min, obtendo 7,5 mL de destilado. Na segunda amostra obteve-se 47 mL de destilado, em que começou a ser coletado na temperatura de 138°C e continuou até que toda amostra estivesse destilada (temperatura final de 145°C). No entanto, a amostra após destilado apresentou uma coloração amarelada e odor característico de acetona e banana, e assim foi observado pela coloração e odor que a mostra estaria com algum composto indesejado, por este motivo este destilado foi redestilado e se obteve uma quantidade de 32 mL de acetato isoamila. A terceira amostra após a destilação possibilitou obtenção de 44 mL de destilado, e o composto começou a ser coletado quando a temperatura atingiu 138°C até 145°C em um tempo de 15 min.

As densidades dos destilados foram obtidas usando um psicrômetro calibrado, obtendo-se: 0,867; 0,866 e 0,863 g.cm<sup>-3</sup>, respectivamente.

A Equação (1), foi usada para obtenção da viscosidade dinâmica dos destilados com o uso do viscosímetro de *Ostwald*, obtendo-se a viscosidade média das amostras  $1,04 \cdot 10^{-3}$  kg.m<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>.



$$\frac{\mu_2}{\mu_1} = \frac{\rho_2 \cdot t_2}{\rho_1 \cdot t_1} \quad (1)$$

Com a Equação (2), obteve-se a média da viscosidade cinemática do destilado (1,205 cS).

$$\nu = \frac{\mu}{\rho} \quad (2)$$

Considerando que o destilado fosse rico em acetato de isoamila, o que não foi quantificado instrumentalmente, foram quantificadas as massas teóricas estequiométricas obtidas com a reação de esterificação e comparadas com as massas de destilados purificadas nos experimentos 1, 2 e 3, obtendo-se os rendimentos de 36,2%; 52,7% e 72,2%, respectivamente.

Após as análises e cálculos verificaram-se os rendimentos de 36,19 %, 52,68 % e 72,19 %. A grande variação de rendimento, provavelmente, se deve à quantidade de catalisador utilizado e o tempo de reação.

O melhor rendimento obtido no experimento 3, 72,2 %, com maior tempo de reação com refluxo e uso de menor proporção de catalisador consiste em um dado experimental preliminar para estudos mais abrangentes de obtenção do acetado de isoamila.

## 5. CONCLUSÃO

Concluiu-se que a variação de tempo de reação com refluxo, e quantidade de catalisador, interfere diretamente no rendimento. Desde modo um aumento desde rendimento é necessário uma adequação destas variáveis para que se obtenham maiores rendimentos. Contudo, a obtenção de 72,9 % de rendimento consiste em um indicador para trabalhos futuros.

## 6. REFERÊNCIAS

- COSTA, T. S.; *et al.*; Confirmando a Esterilização de Fisher por Meio de Aromas. Química Nova na Escola. n. 19, 2004.
- CRUZ, J. C.; Embrapa Milho e Sorgo. Sistemas de Produção, 1. ISSN 1679-012 Versão Eletrônica - 3ª edição. Nov./2007. Cultivo do Milho. Editor.
- FERREIRA, Ronan. Preparação e purificação do acetato de isopentila. 2008. 40 slides. Disponível em: [file:///C:/Users/MH\\_ol/Desktop/tcc%20isoamilico/Preparação%20e%20purificação%20do%20acetato%20de%20isopentila%20BAC%202008.pdf](file:///C:/Users/MH_ol/Desktop/tcc%20isoamilico/Preparação%20e%20purificação%20do%20acetato%20de%20isopentila%20BAC%202008.pdf). Acesso em 25 de mai 2019.
- HAWLEY, G.G. Dicionario de química y de productos químicos. 2. ed. Barcelona. p. 422. 1985.
- OXITENO S.A. Manual de Operação: Unidade de aproveitamento de subproduto de destilaria. Documento interno. P. 18. 2004.



PÉREZ, E.R.; CARDOSO, D.W. Análise dos álcoois, ésteres e compostos carbonílicos em amostras de óleo fúsel. Química Nova, volume 24, n.1, p. 10-12.

WINDHOLZ, M., The Merck Index. 2. ed. U.S.A. p. 557. 1976.