

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DA TERRA
INSTITUTO DE QUÍMICA

QUI 0322 – QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL

ROTEIRO DAS PRÁTICAS

ALUNO (A): _____

PROFESSORES ORGANIZADORES:

ADEMIR OLIVEIRA DA SILVA

ANA CRISTINA FACUNDO DE BRITO

DANIEL DE LIMA PONTES

FERNANDO JOSÉ VOLPI EUSÉBIO DE OLIVEIRA

FRANCISCO ORDELEI NASCIMENTO DA SILVA

MIGUEL ANGELO FONSECA DE SOUZA

OTOM ANSELMO DE OLIVEIRA

NATAL, RN

SUMÁRIO

Informações Gerais	3
INTRODUÇÃO	3
DINÂMICA E CONTEÚDO DAS AULAS PRÁTICAS	3
CRONOGRAMA	3
RECOMENDAÇÕES AOS ALUNOS.....	4
NORMAS DE SEGURANÇA	4
MODELO DE RELATÓRIO	5
Experimentos	8
EXPERIMENTO I: Espectroscopia eletrônica.....	8
EXPERIMENTO II: Reatividade Química dos metais	14
EXPERIMENTO III: Sistemas e Reações Químicas	21
EXPERIMENTO IV: Preparação e caracterização de uma base.....	28
EXPERIMENTO V: Compostos de Coordenação	34
EXPERIMENTO VI: Caracterização de complexos de Coordenação.....	39

Informações Gerais

INTRODUÇÃO

A disciplina de Química Inorgânica Experimental visa proporcionar ao aluno a oportunidade de desenvolver suas habilidades práticas através do manuseio de reagentes e equipamentos, estimular o desenvolvimento do raciocínio lógico, integrando os conteúdos abordados em sala de aula com os desenvolvidos no laboratório.

O desenvolvimento de atividades de caráter experimental é importante para o desenvolvimento de profissionais de qualquer área de estudo, pois é neste ambiente que são observados na prática os conhecimentos teóricos estudados.

Observação: A realização dos experimentos aqui indicados não deve ser entendida como um trabalho mecânico. O aproveitamento para efeito de aprendizagem será consequência da interpretação dos fatos observados.

DINÂMICA E CONTEÚDO DAS AULAS PRÁTICAS

O desenvolvimento das aulas práticas será em grupos e cabe ao professor limitar o número de alunos por grupo e supervisionar os alunos durante a realização das aulas práticas, o qual pode contar com o auxílio de monitores. O aluno terá tolerância de 10 minutos do horário marcado para o início da aula. Passado este tempo ele não mais poderá ingressar no laboratório. A data, aplicação e o tipo de avaliação são determinados pelo professor ministrante da disciplina. A utilização de bata ou jaleco, óculos de segurança e o manual das aulas práticas são pré-requisitos para o ingresso dos alunos nos laboratórios em que serão ministradas as aulas.

Observação: O uso de luvas ficará a critério dos alunos.

a) Dinâmica das Aulas Práticas

- Leitura com antecedência, pelos alunos, do assunto a ser abordado durante a aula experimental;
- Resolução do Pré-laboratório;
- Discussão inicial, com o professor, dos aspectos teóricos e práticos relevantes;
- Execução dos experimentos pelos alunos conforme descrito no manual das aulas práticas;
- Interpretação e discussão dos resultados juntamente com o professor;
- Apresentação dos resultados de cada experimento em relatório (segundo orientações do professor).

RECOMENDAÇÕES AOS ALUNOS

1. O uso do manual de prática da disciplina é imprescindível a partir da primeira aula experimental.
2. O aluno deverá tomar conhecimento, a partir da primeira aula, das instalações do laboratório, bem como de suas normas de funcionamento.
3. É obrigatório, por razões de segurança, o uso de jaleco e tênis, durante as aulas.
4. Ao entrar no laboratório guardar mochilas, livros e pastas em armários ou bancadas específicas para este fim, conforme orientação do professor.
5. O material do laboratório deve ser utilizado sempre de maneira adequada e somente aqueles reagentes e soluções especificadas para a aula experimental.
6. Todo o material usado deve ser lavado no início e ao final de cada aula e organizado no local apropriado (mesas, bancadas ou armários).
7. A bancada de trabalho deve ser limpa.
8. Após o uso deixar os reagentes utilizados nos devidos lugares.
9. Devem ser evitadas conversas em voz alta, e sobre assuntos alheios à aula.
10. As normas de segurança relacionadas no texto "Segurança no Laboratório" devem ser lidas atentamente.

NORMAS DE SEGURANÇA

É muito importante que todas as pessoas que desenvolvem atividades em laboratório tenham uma noção bastante clara dos riscos existentes e de como diminuí-los. Nunca é demais lembrar que o melhor combate aos acidentes é a sua prevenção e que o descuido de uma única pessoa pode colocar em risco todos que estão no laboratório. Por esta razão, são necessários o conhecimento e o cumprimento destas normas de segurança. É importante ressaltar que o laboratório não é o local para brincadeiras, pois estas podem causar graves prejuízos à saúde de todos. Segue abaixo algumas normas que serão rigorosamente seguidas:

1. Será exigido de todos os estudantes e professores o uso de bata ou jaleco no laboratório. A não observância desta norma pode acarretar em danos as roupas provocadas por agentes corrosivos, além de queimaduras, etc.
2. Os alunos não devem realizar reações químicas que não sejam especificadas pelo professor. Reações desconhecidas podem causar resultados indesejados.
3. É terminantemente proibido fumar em qualquer laboratório.
4. É proibido trazer comida ou bebida para o laboratório, por razões óbvias. Da mesma forma, não se deve ingerir qualquer substância do laboratório, mesmo que inofensiva.
5. Não se deve cheirar um reagente químico diretamente.
6. Não usar sandálias no laboratório. Usar sempre algum tipo de calçado que cubra todo o pé.
7. Nunca acender um bico de gás quando alguém no laboratório estiver usando algum solvente orgânico. Os vapores de solventes voláteis, como éter etílico, podem se deslocar através de longas distâncias e se inflamar facilmente.

8. Não deixar nas bancadas livros, blusas e outros objetos desnecessários à aula prática.
9. Nunca despejar água em um ácido, mas sim o ácido sobre a água. Além disso, o ácido deve ser adicionado lentamente, com agitação constante.
10. Aprender a localização e a utilização do extintor de incêndio existente no laboratório ou corredor.
11. Não descartar absolutamente nada nas pias do laboratório.
12. Cabelo comprido deve ser preso atrás da nuca para evitar acidentes.
13. Evitar utilizar lentes de contato, mesmo com os óculos de segurança, pois a existência de vapores de solventes e ácidos pode danificar a lente.
14. Procure identificar os frascos para descarte dos reagentes utilizados na prática.
15. Finalmente, lembrar que a atenção adequada ao trabalho evita a grande maioria dos acidentes. É muito importante ter a certeza de que se sabe perfeitamente bem o que se está fazendo.
16. Produtos voláteis e/ ou tóxicos devem sempre ser manipulados na capela e em casos especiais, com máscaras de proteção adequadas a cada caso.
17. **Comunicar imediatamente ao professor qualquer acidente ou imprevisto ocorrido.**

MODELO DE RELATÓRIO

Os relatórios devem ser redigidos pelos alunos considerando que outras pessoas, além do professor, possam estar interessadas em obter informações sobre os fatos observados durante o experimento. Por isso sua elaboração deve apresentar uma linguagem clara, objetiva e devem apresentar bons argumentos sobre a validade das conclusões tiradas. O relatório deverá ser entregue obrigatoriamente no prazo estipulado pelo professor. Em caso de atraso poderá acarretar perda de pontuação ou da nota do relatório.

O relatório deve apresentar os seguintes itens:

a) Capa.

Deve conter a identificação do (s) aluno (s) e o título da aula experimental.

b) Introdução.

Deve conter a apresentação do assunto de forma clara, abordando a fundamentação teórica necessária para o entendimento do assunto a ser discutido no relatório, bem com sua importância e possíveis aplicações. Não deve ser copiada do manual, assim como não deve ser copiado integralmente de livros e páginas da internet. *(No mínimo duas páginas).*

c) Objetivo.

Descrição sucinta dos objetivos centrais do experimento. (Não deve ser copiado do manual)

d) Parte Experimental.

Nesta etapa, devem ser descritos os reagentes e materiais utilizados na aula prática, bem como os procedimentos experimentais. Portanto, deve conter dois subitens, sendo o primeiro deles referente à *Reagentes e Materiais*, onde devem ser listados todos os materiais (reagentes, vidrarias, etc..) necessários para a execução do experimento e *Procedimento Experimental*, onde os procedimentos experimentais devem ser descritos de forma sucinta.

e) Resultados e Discussão.

Apresentação dos resultados obtidos nas etapas do experimento com a devida discussão dos mesmos, baseando-se na fundamentação teórica e apresentando as equações químicas devidamente balanceadas para todas as reações realizadas.

f) Conclusão geral.

Deverá expressar a conclusão do experimento e apresentar relação direta com os objetivos.

g) Referências Bibliográficas

Relação de todas as fontes (artigos, livros, apostilas, páginas na internet) consultadas para elaboração do relatório.

Experimento I:
Espectroscopia eletrônica

Experimentos

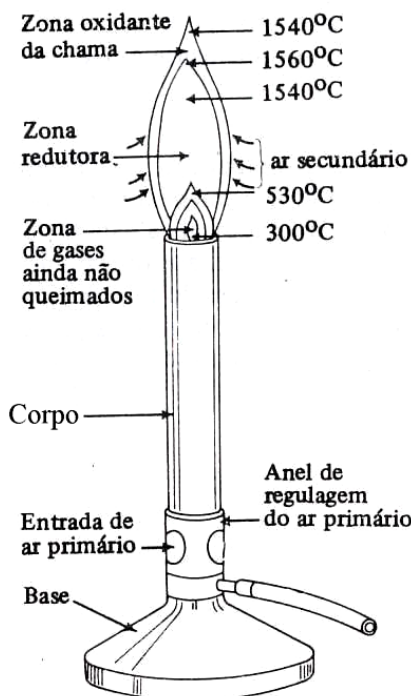
EXPERIMENTO I: Espectroscopia eletrônica

I - Objetivos

Identificar substâncias pelo teste da chama, que consiste em observar as cores da chama produzida pelo aquecimento da amostra.

II- Introdução

A fim de compreender as operações envolvidas nos ensaios de coloração da chama, é necessário ter algum conhecimento da estrutura da chama não luminosa do bico de Bunsen. Uma chama não luminosa de Bunsen consiste em três partes, ver figura abaixo:



- Zona Externa:* Violeta pálida, quase invisível, onde os gases francamente expostos ao ar sofrem combustão completa, resultando CO_2 e H_2O . Esta zona é chamada de **zona oxidante**.
- Zona Intermediária:* Luminosa, caracterizada por combustão incompleta, por deficiência do suprimento de O_2 . O carbono forma CO o qual se decompõem pelo calor, resultando diminutas partículas de C que, incandescentes dão luminosidade à chama. Esta zona é chamada de **zona redutora**.
- Zona Interna:* Limitada por uma “casca” azulada, contendo os gases que ainda não sofreram combustão.

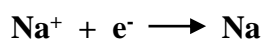
Em 1913 Neils Bohr incorporou aos estudos dos átomos a teoria quântica postulada e comprovada por Max Planck, em 1900. Bohr propôs a existência de uma eletrosfera atômica dividida em um conjunto de níveis de energia quantizada. Cada elétron possuiria uma determinada quantidade de energia, que variaria de acordo com a camada em que estivesse.

Quando se adiciona energia a um elétron, este a absorve e neste novo estado energético, o elétron é promovido a uma camada superior. Como o elétron deixou sua camada de origem desocupada, a sua tendência natural é retornar a esta camada de origem. Nesta situação, a energia absorvida pelo elétron é liberada e esta energia pode ser observada na forma de calor, luz ou algum outro tipo de radiação (UV, IV, etc.). Estas transições ocorrem com os elétrons mais externos (camada de valência). Uma vez que os átomos de cada elemento químico possuem distribuições eletrônicas particulares, estas energias liberadas pelos elétrons no seu retorno podem ser utilizadas para identificação de elementos presentes nos materiais. A técnica que utiliza este princípio é chamada de **Espectroscopia**, onde são medidos os comprimentos de onda que os elétrons liberam e convertidos a uma forma de interação.

Os elétrons também podem ser excitados facilmente a um nível energético mais elevado, por exemplo, no teste de chama. Para executar esse teste, uma amostra do cloreto do metal, ou de qualquer outro sal, é aquecido sobre um fio de platina ou de níquel-cromo na chama de um bico de Bunsen (ou outra fonte de aquecimento). O calor da chama excita um dos elétrons externos a um nível energético mais alto. Quando o elétron excitado retorna ao nível energético original, ele libera a energia adicional absorvida. Essa energia E se relaciona com o número de onda (ν) através da relação de Einsten:

$$E = h\nu \text{ (onde } h \text{ é constante da Planck)}$$

Para os metais a energia emitida aparece como luz visível, provocando a cor característica da chama. A cor surge, na realidade, de transições eletrônicas em espécies de vida curta que se formam momentaneamente na chama. A chama é rica em elétrons, e no caso do sódio os íons são temporariamente reduzidos a átomos.



A linha do sódio (que na realidade é um duplete com comprimentos de onda 589,0 nm ; 589,6 nm) surge transição eletrônica $3s^1 \longrightarrow 3p^1$ num *átomo de sódio* formado na chama. As cores de diferentes elementos não se devem todas à mesma transição, ou mesma espécie. A linha vermelha do lítio se deve à espécie LiOH de curta duração formada na chama. Essas diferentes colorações da chama dos *espectros de emissão* são utilizadas para a determinação analítica destes elementos pelo método da espectrometria de chama. Uma solução de um sal do Grupo 1 é aspirada para uma chama oxigênio-gás num fotômetro de chama. A energia da chama excita um elétron a um nível de energia mais alto, e, quando o elétron retorna ao nível de energia mais baixo, a energia adicional é emitida na forma de luz.

Os metais do Grupo 1 podem ser determinados alternativamente pela **espectroscopia de absorção atômica**. Usa-se aqui uma lâmpada que emite um comprimento de onda apropriado para uma determinada transição eletrônica, e que irradia a amostra na chama. Assim, uma lâmpada de sódio é usada para determinar sódio na amostra: outras lâmpadas são utilizadas na determinação de outros elementos. A quantidade de luz absorvida, neste caso pelos átomos no estado fundamental, pode ser medida e é proporcional à quantidade do elemento presente na amostra que está sendo testada.

QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL

A cor dos compostos surge porque a energia absorvida ou emitidos nas transições eletrônicas corresponde aos comprimentos de onda da região da luz visível. Íons metálicos quando submetidos a um aquecimento, apresentam cores diferentes.

Veja a tabela com os diferentes sais e suas cores características: pois

Tabela 1 - Ocorrência das linhas no espectro

Elemento	Descrição da linha	Comprimento de onda (nm)
Na	Amarela - dupla	589,0 589,6
K	Vermelha - dupla	766,5 769,9
	Violeta - dupla	404,4 404,7
Li	Vermelha	670,8
	Laranja fraca	610,3
Ca	Faixa laranja	618,2 - 620,3
	Verde amarelada	555,4
	Violeta (fraca)	422,7
Sr	Faixa vermelha	674,4 - 662,8
	Laranja	606,0
	Azul	460,7
Ba	Faixa verde	553,6; 534,7; 524,3; 513,7
	Azul (fraca)	487,4

As diferentes cores são observadas quando os elétrons dos íons metálicos retornam para níveis menores de energia (mais internos), emitindo radiações com a coloração característica de cada “salto” energético (diferentes comprimentos de onda).

III- Materiais

- Alça de níquel-cromo ou platina;
- Lamparina a álcool;
- Sais ou soluções de alguns elementos químicos;
- Solução de HCl concentrado.

QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL

IV- Procedimento Experimental

- Limpar a alça de platina ou NiCr, mergulhando-a numa solução de ácido clorídrico concentrado e em seguida levando-a à chama da lamparina, na sua parte externa;
- Mergulhar a alça na amostra;
- Colocar a extremidade da alça com a amostra na chama;
- Observar e anotar a cor da chama;
- Após cada teste lavar a alça metálica com uma solução de HCl e levar a chama;
- Repetir o procedimento para as demais amostras;
- Anotar as observações e montar uma tabela de cores, comparando com os dados já informados.

Sal ou Solução	Cor da chama

V- Questionário

1. Quais são as cores observadas na chama para cada substância? Coloque sua resposta em forma de tabela.

2. Qual o motivo da lavagem da alça metálica com solução de HCl concentrado após cada teste?

3. Como você poderia explicar o aparecimento de cores diferentes, relacionando elétrons e níveis de energia?

4. Pesquisar algumas aplicações da espectroscopia eletrônica.

5. Em que se baseia a identificação de substâncias através do teste de chama?

6. Existe diferença, em termos do fenômeno, entre cores observadas por emissão e cores observadas por absorção? Justifique.

VI - Referências Bibliográficas

- [1] Brady, J. E. ; Humiston, G. E. ; Química Geral, 2ª edição, Livros Técnicos e Científicos Editora S. A.; 1992.
- [2] Mahan, B . M. ; Myers, R. J. ; Química um curso universitário; Editora Edgard Blucher Ltda, São Paulo - S.P.; 1993.
- [3] LEE, J. D. ; Química Inorgânica não tão concisa -5ª edição - Editora Edgard Blucher Ltda., São Paulo-SP,1996.
- [4] Vogel, A.; Química analítica qualitativa; Editora Mestre Jou, São Paulo-SP, 1981.
- [5] COTTON, S. A. & Wilkinson, G., Química Inorgânica, 1ª edição, livros técnicos e científicos. Editora S. A.
- [6] VOGEL, I. Análise Química Quantitativa. 5ed. Rio de Janeiro: LTC, 1992.

Experimento II:
Reatividade Química dos
metais

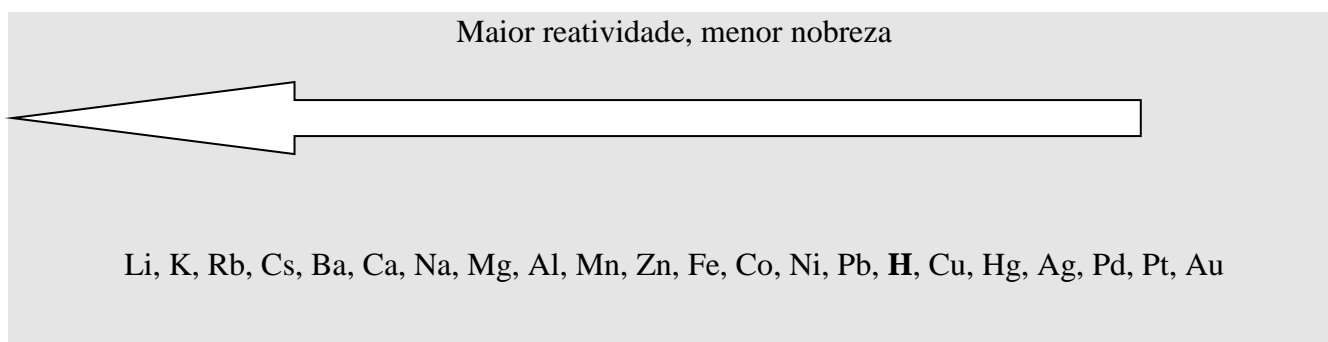
EXPERIMENTO II: Reatividade Química dos metais

I - Objetivos

Verificar experimentalmente que os metais menos nobres (mais reativos) deslocam os mais nobres (menos reativos) dos compostos em reações entre metais e soluções iônicas.

II - Introdução Teórica

Os metais que têm maior tendência de ceder elétrons são mais reativos e aparecem no início da fila de reatividade dos metais. Os metais menos reativos, com menor tendência de ceder, aparecem no final da fila. Os metais reativos doam elétrons para os menos reativos espontaneamente, estabelecendo assim, as reações espontâneas. Quando ocorre o inverso, ou seja, um metal menos reativo cede elétrons para um metal mais reativo, constitui-se uma reação não espontânea.



Escala de nobreza dos metais.

Os metais estão colocados em uma série de reatividade química, em ordem decrescente de ou em ordem crescente de nobreza.

Quanto maior for à reatividade (eletropositividade) de um metal, maior será a sua capacidade de doar elétrons.

A série eletroquímica é uma lista em ordem crescente de reatividade química de diversas espécies químicas, entre elas metais. Isto é, as séries eletroquímicas, organizadas com base nos potenciais padrões de redução, é uma listagem de espécies químicas ordenadas de acordo com uma tendência crescente a se oxidarem. No caso específico dos metais, no topo da lista estão os metais com menor tendência a se oxidar e na parte inferior a com maior tendência a se oxidar. A seguir, está um exemplo de fila eletroquímica de alguns metais mais comuns.

Série Eletroquímica: listagem de alguns metais em ordem crescente de suas tendências a se oxidarem (note que o hidrogênio também está incluído nesta listagem).

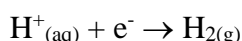
Ouro (não reativo) < Platina (menor tendência a se oxidar) < Prata < Mercúrio < Cobre < Hidrogênio < Chumbo < Estanho < Níquel < Cobalto < Ferro < Cromo < Zinco < Manganês < Alumínio < Magnésio < Sódio < Cálcio (grande tendência de se oxidar) < Potássio (reativo)

QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL

Na presença de uma solução aquosa, a reação de oxidação desses metais pode ser representada pela seguinte equação química:

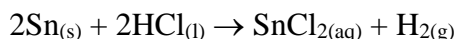


Os metais ao final da lista são extremamente reativos, ou seja, as reações de oxidação acima têm grande tendência a ocorrer. Já os metais no topo da lista não são reativos e os metais no meio da lista são moderadamente reativos. Portanto, os metais ao final da lista são fortes agentes redutores, pois têm grande tendência a se oxidar. O hidrogênio foi incluído nesta listagem, apesar de não ser um metal, pois sua posição na lista separa os metais que reagem com ácido liberando hidrogênio gasoso (metais abaixo do hidrogênio, na lista) daqueles que não reagem com ácido liberando hidrogênio (metais acima do hidrogênio, na lista):



Os vários metais que reagem com ácido (ou mesmo com água) para liberar hidrogênio gasoso apresentam diferentes velocidades de reação. Note que os metais listados na Tabela 1, abaixo do magnésio são tão reativos que eles reagem diretamente com água fria.

Os metais desde o ferro até o magnésio somente reagem com água em ebulição ou com vapor d'água, liberando hidrogênio gasoso. Os metais acima do ferro, mas abaixo do hidrogênio são menos reativos e liberam hidrogênio de ácidos, mas não de água; por exemplo:



Quando os metais utilizados neste experimento forem colocados em contato com o ácido clorídrico, diferenças marcantes poderão ser observadas nas suas reatividades.

O magnésio reagirá imediatamente e bastante vigorosamente, liberando hidrogênio e "desaparecendo" (os íons magnésio ficam dissolvidos, gerando uma solução de cloreto de magnésio). O zinco reagirá um pouco menos vigorosamente que o magnésio. O alumínio, que está entre o magnésio e o zinco na série eletroquímica, também reagirá vigorosamente, mas somente após um determinado tempo (o alumínio metálico está recoberto com um filme protetor de óxido de alumínio, resultante da reação do alumínio com o oxigênio do ar; a demora na reação do alumínio com o ácido deve-se ao tempo que leva para o ácido reagir com o filme de óxido, assim removendo-o). O ferro reagirá bem mais lentamente com o ácido clorídrico. Assim, somente depois de certo tempo é que algumas bolhas de hidrogênio se tornarão visíveis, juntamente com uma coloração amarela decorrente da formação do íon ferro (III), Fe^{3+} . No caso do estanho, qualquer reação será visível na forma de pequenas bolhas de hidrogênio na superfície do metal, mas somente depois de 10 minutos a 15 minutos.

Já o cobre não reagirá, embora uma leve coloração amarela possa ser observada no béquer em decorrência da formação do íon complexo $[\text{CuCl}_4]^{2-}$ (aq) resultante da reação do ácido com o fino filme de óxido que recobre o cobre. O comportamento do cobre pode ser previsto com base na fila eletroquímica apresentada na página anterior, pois ela indica que o hidrogênio tem maior tendência a se oxidar que o cobre. A série de atividade química é organizada por reações deste tipo. A tabela 1 mostra a série de atividade química para um bom número de metais.

QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL

Tabela 3 - Série de atividade química dos metais

	Potenciais de oxidação (E° _{ox}), em volt		Potenciais de redução (E° _{red}), em volt
↑ A U M E N T A O C A R Á T E R O X I D A N T E ↓	+ 3,04	$\text{Li}^+ + 1e \rightleftharpoons \text{Li}^\circ$	-3,04
	+ 2,87	$\text{Ca}^{2+} + 2e \rightleftharpoons \text{Ca}^\circ$	-2,87
	+ 2,71	$\text{Na}^+ + 1e \rightleftharpoons \text{Na}^\circ$	-2,71
	+ 2,36	$\text{Mg}^{2+} + 2e \rightleftharpoons \text{Mg}^\circ$	-2,36
	+ 1,66	$\text{Al}^{3+} + 3e \rightleftharpoons \text{Al}^\circ$	-1,66
	+ 0,76	$\text{Zn}^{2+} + 2e \rightleftharpoons \text{Zn}^\circ$	-0,76
	+ 0,44	$\text{Fe}^{2+} + 2e \rightleftharpoons \text{Fe}^\circ$	-0,44
	+ 0,28	$\text{Co}^{2+} + 2e \rightleftharpoons \text{Co}^\circ$	-0,28
	+ 0,25	$\text{Ni}^{2+} + 2e \rightleftharpoons \text{Ni}^\circ$	-0,25
	+ 0,14	$\text{Sn}^{2+} + 2e \rightleftharpoons \text{Sn}^\circ$	-0,14
	+ 0,13	$\text{Pb}^{2+} + 2e \rightleftharpoons \text{Pb}^\circ$	-0,13
	0,00	$2\text{H}^+ + 2e \rightleftharpoons \text{H}_2$	0,00
	-0,34	$\text{Cu}^{2+} + 2e \rightleftharpoons \text{Cu}^\circ$	+0,34
	-0,40	$\text{H}_2\text{O} + \frac{1}{2} \text{O}_2 + 2e \rightleftharpoons 2(\text{OH})^-$	+0,40
	-0,80	$\text{Ag}^+ + e \rightleftharpoons \text{Ag}^\circ$	+0,80
-0,85	$\text{Hg}^{2+} + 2e \rightleftharpoons \text{Hg}^\circ$	+0,85	
-1,07	$\text{Br}_2 + 2e \rightleftharpoons 2\text{Br}^-$	+1,07	
-1,23	$2\text{H}^+ + \frac{1}{2} \text{O}_2 + 2e \rightleftharpoons \text{H}_2\text{O}$	+1,23	
-1,36	$\text{Cl}_2 + 2e \rightleftharpoons 2\text{Cl}^-$	+1,36	
-1,50	$\text{Au}^{3+} + 3e \rightleftharpoons \text{Au}^\circ$	+1,50	
-2,87	$\text{F}_2 + 2e \rightleftharpoons 2\text{F}^-$	+2,87	

Do lado **esquerdo** a seta indica os metais com tendência crescente para atuar como **agente redutor**.

Do lado **direito** a seta indica os íons com tendência crescente para atuar como **agente oxidante**

III - Materiais e Reagentes:

- Tubos de ensaios;
- Pinça madeira
- Pipetas de 5 mL
- Solução de sulfato de cobre 0,5 Mol/L
- Solução de nitrato de prata a 2% - AgNO₃;
- Solução de ácido clorídrico 6,0 Mol/L - HCl;
- Solução de hidróxido de sódio 0,5 Mol/L - NaOH;
- Solução de cloreto de sódio 0,5 Mol/L - NaCl;
- Ácido nítrico concentrado (1:1) - HNO₃;
- Magnésio metálico em fita - Mg
- Cobre metálico - Cu
- Zinco metálico - Zn
- Alumínio metálico - Al
- Ferro metálico - Fe

IV - Procedimento Experimental

Etapa I: Reações de metais com sais

- 1.1. Colocar uma lâmina de zinco em três tubos de ensaio.
- 1.2. Ao primeiro, adicionar 2 mL de solução de sulfato de cobre (0,5 mol/L) .
- 1.3. Ao segundo, adicionar 2 mL de solução de cloreto de sódio (0,5 mol/L).
- 1.4. Ao terceiro, adicionar 2 mL de solução de nitrato de prata (0,5 mol/L).
- 1.5. Aguardar 10 minutos.
- 1.6. Agitar e observar.

- Em quais tubos houve reação?
-

- Escrever as equações das reações ocorridas.
-

- Em que tubo de ensaio não houve reação?
-

- Justifique.
-

Etapa II: Reações de metais com ácidos

- 2.1. Numerar 5 tubos de ensaio;
- 2.2. Colocar 2 mL de HCl 6 Mol/L em cada um dos tubos numerados;
- 2.3. Adicionar a cada tubo aparas de metais, segundo a tabela abaixo;
- 2.4. Anotar o tempo que leva para ocorrer cada reação (aproximadamente);

Tubo	Metal	Observa-se	Conclui-se	Tempo
1	Mg			
2	Al			
3	Zn			
4	Fe			
5	Cu			

- Ordenar os metais em ordem crescente de reatividade de acordo com o tempo gasto na reação;
Ordem crescente de reatividade:
-

- 2.5. Colocar um pequeno pedaço de cobre em um tubo de ensaio;
- 2.6. Adicionar 2 mL de HNO_3 (1:1) (**Usar a capela**. Não aspirar os vapores, porque são tóxicos)

Observações:

- Escrever a equação da reação ocorrida:
-

Etapa III: Reações de metais com água

- 3.1. Colocar 4 mL de água em três tubos de ensaio.
- 3.2. Adicionar ao primeiro, um pequeno pedaço de alumínio.
- 3.3. Adicionar ao segundo, um pequeno pedaço de cobre.
- 3.4. Adicionar ao terceiro, um pequeno pedaço de ferro.
- 3.5. Aquecer cada tubo e observar.

Observações:

Etapa IV: Reações de metais com bases ou hidróxidos

- 4.1. Em quatro tubos de ensaio, colocar 3 mL de solução de NaOH.
- 4.2. Adicionar um pequeno pedaço de alumínio ao primeiro.
- 4.3. Adicionar um pequeno pedaço de cobre ao segundo.
- 4.4. Adicionar um pequeno pedaço de ferro ao terceiro.
- 4.5. Adicionar um pequeno pedaço de zinco ao quarto.
- 4.6. Aquecer e observar.

- Em quais tubos houve reação?
-

- Escrever as equações das reações ocorridas.
-

- Em que tubo de ensaio não houve reação?
-

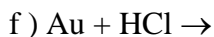
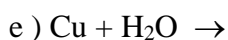
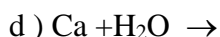
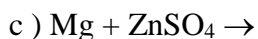
- Justifique.
-

V – Questionário:

1. Pôr que o cobre reage com o ácido nítrico concentrado?

2. Qual é a equação química balanceada que representa a reação entre alumínio metálico e ácido clorídrico? E entre níquel metálico e ácido clorídrico?

3. Completar as equações abaixo em caso de ocorrência. **Caso a reação não ocorra justifique.**



VI- Referências Bibliográficas

- [1] Brady, J.E. e Huminston, G.E.; **Química Geral**, Livros Técnicos e Científicos, Editora S/A, Vol. 1 e 2, Rio de Janeiro, 1991.
- [2] Russel, J.B.; **Química Geral**, Vol.1 e 2, Mackron Books do Brasil, São Paulo, 1994.
- [3] Mahan, B.M. e E Myers, R.J.; **Química Um Curso Universitário**, Editora Bliicher Ltda, São Paulo, 1993.
- [4] Masterton, W. L.; Slowinski, E. J.; Stanitski, C. L.; **Princípios de Química**, Editora Guanabara Koogan S.A., Rio de Janeiro, 1990.
- [5] Quagliano, J. V.; Vallarino, L. M.; **Química**, Editora Guanabara Dois S. A. Rio de Janeiro, 1979.

Experimento III:
Sistemas e Reações Químicas

EXPERIMENTO III: Sistemas e Reações Químicas

I - Objetivos

- Estabelecer critérios que possam caracterizar a ocorrência de reações químicas.
- Reconhecer tipos de precipitados
- Classificar reação através de uma equação química

II - Introdução

O termo reação química, refere-se ao reagrupamento dos átomos entre as substâncias de um dado sistema. Ela é representada esquematicamente por uma reação química, que dá informações quantitativas e qualitativas. A equação escrita deve fornecer a descrição da reação que ocorre, quando os reagentes são misturados. Para escrever uma reação química é necessário conhecer as fórmulas dos reagentes (substâncias que estão à esquerda) e dos produtos (substâncias que estão à direita). Para se chegar a tal informação é preciso observar o curso da reação tentando a identificação do produto através de observação e/ou análise químico.

Em primeiro lugar deve-se deduzir se houve uma reação química ao colocar em contato duas ou mais substâncias. Obtêm-se evidência de reação química no laboratório quando aparecem diferenças perceptíveis e significativas entre o estado inicial e estado final, estados estes correspondem respectivamente aos reagentes antes de serem colocados em contato e o que resulta após. É possível utilizar-se critérios quantitativos e qualitativos para detectar esta mudança. Critérios qualitativos são baseados em observações macroscópicas utilizando os órgãos dos sentidos (exceto pelo paladar):

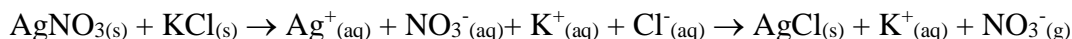
1. Formação de produtos gasosos - os produtos gasosos são identificados por um borbulhamento na solução;
2. Formação de precipitado - um produto sólido insolúvel que se forma quando a quantidade de um dos produtos formados durante a reação excede sua solubilidade no solvente. Um sal é considerado solúvel se sua solubilidade é maior que 1g/100 mL e insolúvel quando a solubilidade é menor que 0,1g/100 mL. Casos intermediários são considerados pouco solúveis;
3. Mudança de cor - aquelas não resultantes de diluição ou de simples combinação de cores, mas sim da formação de uma nova substância;
4. Mudança de odor - devido a formação de um produto ou consumo de um reagente que tenha odor característico;
5. Transferência de energia - muitas reações químicas vêm acompanhadas de mudança de temperatura. Se a temperatura da mistura de reação aumenta, calor está sendo liberado e a reação é dita exotérmica. Se a temperatura decresce durante a reação, calor está sendo absorvido e a reação é endotérmica.

Entre os efeitos que indicam claramente a ocorrência de uma reação química, um dos mais marcantes é o da formação de um precipitado. Reação de precipitação é um tipo comum de experimento envolvendo íons que reagem para formar sólidos poucos solúveis. Muitas substâncias químicas tipo sais, podem ser facilmente dissolvidos em água. Uma vez dissolvido, o sal está completamente ionizado. Exemplo:



QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL

Em uma mesma solução, quando dois ou mais sais estão dissolvidos seus íons positivos e negativos estão livres para interagir. A interação eletrostaticamente mais favorável prevalece. Desta nova associação poderá surgir um precipitado. Exemplo:



A formação do precipitado de AgCl indicada pela seta implica, portanto, na retirada de íons Ag^+ e Cl^- da solução.

Os tipos de precipitado variam de acordo com o tamanho e forma das partículas produzidas. Existem os seguintes tipos de precipitado:

- Cristalino** - o precipitado cristalino é reconhecido pela presença de muitas partículas pequenas de formato regular tendo superfície lisa. Os cristais de um precipitado cristalino parecem-se com os cristais do sal de cozinha ou açúcar. É o mais desejável dos precipitados, uma vez que se sedimenta rapidamente e é fácil de filtrar, porém, de modo geral sua obtenção depende de condições ideais;
- Granular** - consiste em pequenos e discretos grãos que se sedimentam com facilidade. Um precipitado granular parece com café moído (não em pó). As pequenas partículas de forma irregular podem ser facilmente distinguidas ainda que não tenham a forma regular do precipitado cristalino;
- Finamente dividido** - formado por partículas extremamente pequenas. As partículas individuais são invisíveis a olho nú. A aparência de farinha de trigo é descritiva deste exemplo. Este precipitado é difícil de trabalhar, pois, devido ao tamanho das partículas, estas levam um tempo muito longo para sedimentar;
- Coloidal tipo gelatinoso** - é aquele que forma uma massa compacta com aspecto de gelatina. É difícil de trabalhar, pois na manipulação enclausura impurezas de forma a tornar sua lavagem impossível;
- Coloidal finamente dividido** - é o exemplo extremo de precipitado finamente dividido. As partículas são tão pequenas que dificilmente sedimentam e atravessam até os poros de um filtro.

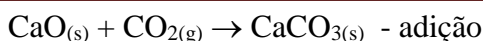
A constatação visual de um precipitado deve levar em conta os aspectos descritos acima. Há, portanto, precipitados que tornam a solução opaca sem que haja necessariamente depósitos de sólido no fundo do recipiente. A falta de transparência de uma solução tem duas origens principais: presença de partículas sólidas em suspensão que impedem a passagem da luz ou elevada concentração de substância de cor escura o que resulta na completa absorção da luz. Outro item a ser discutido com cuidado é aquele referente à mudança de cor.

Se a nova cor observada é resultado de uma combinação das cores dos reagentes, não podemos afirmar que houve uma reação química. O resultado aqui não é conclusivo. O teste só é conclusivo (na ausência de outros indícios, como formação de precipitado ou mudança de temperatura) quando a nova cor observada é inesperada, isto é, não pode resultar da combinação das cores dos reagentes. Uma vez estabelecido que houvesse reação química podemos partir para uma classificação baseada em características no transcurso:

- Reação de combinação** - é aquela que tem como produto uma substância mais complexa formada pela união de duas ou mais substâncias (simples ou composta). É também denominada de reação de síntese ou de adição quando pelo menos uma das substâncias reagentes é composta:



QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL



- b) **Reação de decomposição** - nessa reação um reagente dá origem a duas ou mais substâncias distintas, e pode ser chamada de reação de análise.

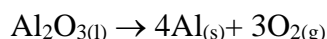


Algumas reações de análise recebem nomes específicos como:

- **Pirólise** - decomposição através do calor

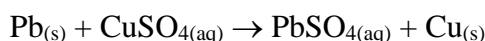


- **Eletrólise** - decomposição pela passagem de corrente elétrica

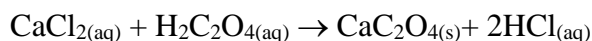


- c) **Reação de Deslocamento** - aqui ocorre uma substituição de átomo(s) entre as substâncias, é também chamada de reação de substituição ou troca:

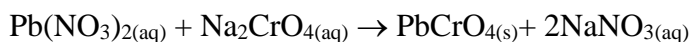
- **Simple troca** - quando um elemento constituinte de um composto é substituído por outro elemento.



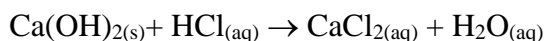
- **Dupla troca** - quando duas substâncias permutam entre si dois elementos.



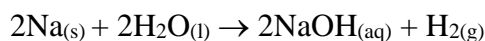
- **Reação de precipitação** - é aquela na qual realizada em presença de reagente líquido ou em solução, ocorre a formação de um material sólido insolúvel no meio.



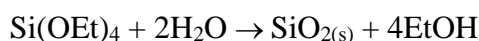
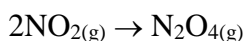
- **Reação de neutralização** - é aquela que ocorre entre um ácido e uma base, formando sal e água e é também uma reação de dupla troca.



- **Reação de óxido-redução** - quando ocorre uma variação no número de oxidação de alguns elementos que compõem os reagentes e produtos



- **Reação de polimerização** - consiste na transformação de uma dada substância (monômera) numa outra de massa molecular múltipla da primeira (polímero). Um polímero típico contém cadeias monoméricas de várias centenas de unidades moleculares.



QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL

III - Procedimento Experimental

Este procedimento será dividido em duas etapas: Etapa I e II

- 3.1. Para a cada etapa será utilizado tubos de ensaio;
- 3.2. Cada tubo de ensaio será denominado por letras, que se referem aos reagentes denominados em cada um dos sistemas que se encontram, abaixo.
- 3.3. Colocar, somente, 1 mL do primeiro reagente e adicionar 0,5 mL do segundo reagente;
- 3.4. Fazer o mesmo procedimento do item acima para todos os sistemas;
- 3.5. Anotar a cor da solução de cada reagente e o tipo de precipitado;
- 3.6. Observar e anotar as reações ocorridas em cada sistema;

Etapa I:

Sistema A:

Solução	Representação	Cor da solução	Sistema	Observação
$K_4[Fe(CN)_6]$	A ₁		A ₁ + A ₈	
$K_2Cr_2O_7$	A ₂		A ₁ + A ₃	
$FeSO_4$	A ₃		A ₁ + A ₄	
$CuSO_4$	A ₄		A ₂ + A ₇	
$Na_2S_2O_3$	A ₅		A ₂ + A ₆	
$Pb(NO_3)_2$	A ₆		A ₂ + A ₈	
$BaCl_2$	A ₇		A ₃ + A ₉	
$AgNO_3$	A ₈		A ₅ + A ₇	
$NaOH$	A ₉		A ₅ + A ₆	

QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL

Etapa II:

Sistema B:

Solução	Representação	Cor da solução	Sistema	Observação
CuSO₄	B₁		B₁ + B₂	
KI	B₂		B₁ + B₃	
NH₄OH	B₃		B₁ + B₈	
AgNO₃	B₄		B₄ + B₈	
Ni(NO₃)₂	B₅		B₅ + B₃	
NaOH	B₆		B₅ + B₆ → X	
NaClO	B₇		X + B₇	
BaCl₂	B₈		B₉ + B₃	
CoCl₂	B₉		B₉ + B₆	

IV - Questionário

1. Diferencie mudança física de mudança química.

2. O que é um precipitado? Que observações indicam a formação de um precipitado?

3. Toda mudança de cor que ocorre quando duas substâncias são misturadas implica necessariamente em uma reação química?

QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL

4. Escreva as equações químicas correspondentes a cada sistema justificando as suas observações.

5. Cite três fatores que servem como indicativos da ocorrência de reação química.

6. Indique se encontrou alguma reação exotérmica ou endotérmica e diga como chegou a esta conclusão.

7. Baseado nas suas observações do estado inicial e final diga onde houve reação e qual observação utilizou para tirar esta conclusão.

VI – Referências Bibliográficas

- [1] Babor, J.A. e Ibarz, J., “Química General Moderna”, Editorial Marin, Barcelona, 7ª edição, 1963
- [2] Ohlweiler, O. A., “Química Inorgânica”, Edgar Blucher, São Paulo, SP, volume I, 1970.
- [3] Glinka, N., “Química Geral”, Editora Mir, Moscou, 2. ed. volumes I e II, 1988.
- [4] Ohlweiler, O. A., “Introdução à Química Geral”, Editora Globo, Porto Alegre, 1967.
- [5] Basset, J. et ali., “Análise Inorgânica Quantitativa Vogel”, Guanabara Dois, Rio de Janeiro, RJ, 4. ed., 1981
- [6] Assumpção, R. M. V. e Morita, T., “Manual de Soluções, Reagentes e Solventes”, Edgar Blucher, São Paulo, SP., 1968.
- [7] Lee, J. D., “Química Inorgânica”, Edgar Blucher, São Paulo, SP, 1980.
- [8] Huhey, J. E., “Inorganic Chemistry”, Harper & Row, New York, NY, Si Unite Edition, 1965.

Experimento IV:
Preparação e Caracterização
de uma Base

EXPERIMENTO IV: Preparação e caracterização de uma base

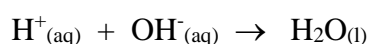
I - Objetivos

- Preparação das soluções necessárias às análises de caracterização de uma base.
- Obtenção de uma base.
- Análise qualitativa e quantitativa da base obtida.

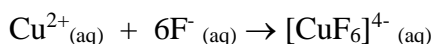
II – Considerações Gerais

Os cientistas desde longa data vêm tentando reconhecer e identificar as propriedades das substâncias ácidas e básicas. Pensavam-se, inicialmente substâncias que apresentassem sabor azedo eram ácidas e aquelas que apresentassem um sabor adstringente básica. Em 1880, um químico chamado Svante Arrhenius associou o comportamento ácido a presença de íons H^+ e o comportamento de base a presença de íons OH^- em soluções aquosas. Entretanto sua teoria era limitada apenas para meio aquoso, em 1923 Bronsted e Lowry propuseram uma teoria mais ampla, válida para todos os meios (meio alcoólico, meio aquoso, etc.) no qual um ácido é definido com qualquer espécie química capaz de doar prótons e base como espécie química que aceita prótons. Desta forma temos: $HBr_{(aq)} + HOH_{(l)} \rightarrow H_3O^+_{(aq)} + Br^-_{(aq)}$

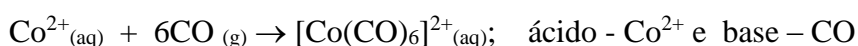
Neste mesmo ano G. N. Lewis, químico americano propõe uma definição ainda mais abrangente para ácidos e bases, a definição eletrônica. Lewis definiu um ácido, como uma espécie capaz de receber pares de elétrons e base, como uma espécie capaz de doar pares de elétrons, formando ligações químicas.



A definição de Lewis abrange todos os íons, sejam cátions (bons receptores de elétrons) e ânions (bons doadores de elétrons), ácidos e bases, respectivamente.



Não só íons podem ser ácidos ou bases de Lewis, compostos e elementos neutros, também podem.



A definição de Lewis abrange, ou seja, explica os casos das definições de Bronsted-Lowry e de Arrhenius, sendo, portanto, a mais aceita. Entretanto, as definições de Arrhenius e de Bronsted-Lowry também são utilizadas para explicar alguns casos.

É possível medir exatamente o pH de uma solução de duas formas. Na primeira, usamos compostos chamados de indicadores os quais são sensíveis ao pH. Estas substâncias possuem cor que mudam em uma faixa de pH (faixa de viragem) relativamente pequena e podem quando usadas convenientemente determinar o pH de uma solução. Um dos indicadores mais usados é a fenolftaleína que muda de incolor para vermelho quando o pH varia de 8 para 10. Um dado indicador é útil para determinar o pH somente na região em que muda de cor. Existem indicadores disponíveis para medidas de pH em todas as faixas de acidez e basicidade.

Na tabela 1 estão representados alguns dos indicadores de pH mais comuns num laboratório. Os indicadores normalmente exibem cores intermediárias a valores de pH dentro do intervalo de mudança. Por exemplo, a fenolftaleína tem uma coloração rosada entre pH 8,2 e pH 10,0. O intervalo de mudança pode variar ligeiramente, dependendo da concentração do indicador e da temperatura a que é usado.

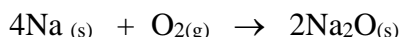
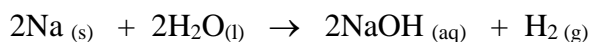
Tabela 4 – Faixas de viragem de alguns indicadores

Indicador	Faixa de viragem	Coloração
Vermelho de Metila	4,4-6,2	Vermelho-amarelo
Azul de bromotimol	6,0-7,6	Amarelo-azul
Fenolftaleína	8.2-10.0	Incolor-rosa

A titulação ácido-base é um procedimento comum do laboratório, de importância substancial e tem muitas aplicações em diversas áreas. Este processo consiste essencialmente em determinar o volume de solução (ácida ou básica) de concentração exatamente conhecida, requerida para reagir quantitativamente com um dado volume de uma amostra de solução (ácida ou básica) sob determinação. O ponto final ou ponto de equivalência é determinado pelo uso de indicadores que mudam de cor no ponto de apropriado ou no ponto de equivalência. A faixa de viragem do indicador deve corresponder ao pH da solução no ponto de equivalência o qual pode assumir diferentes valores, dependendo do produto formado, o sal, que pode ser ácido, básico ou neutro.

Os metais alcalinos são elementos bastante reativos e possuem este nome porque reagem muito facilmente com a água formando hidróxidos (substâncias alcalinas), liberando hidrogênio. Estes metais também reagem facilmente com o oxigênio produzindo óxidos.

A equação química de um metal alcalino com a água e com o oxigênio é mostrada a seguir.



II - Procedimento experimental

Etapa I: Obtenção de uma base

- 1.1. Com o uso de uma pinça retire um pedaço de sódio metálico, do recipiente em que se encontra. Com uma faca retire a crosta escura e corte um pedaço do tamanho aproximado de um grão de milho. Seque-o rapidamente com um papel absorvente e coloque-o em um tubo de ensaio contendo 10 mL de etanol absoluto.
- 1.2. Após o término da reação acima, coloque a solução obtida em um balão volumétrico de 50 mL. Lave o tubo de ensaio com pequenas porções de água destilada, adicionando esta água de lavagem no balão que contém a solução em estudo. Complete os 50 mL da solução final com água destilada. Tampe o balão e agite para homogeneizá-la e armazenar em recipiente plástico.

Etapa II: Análise qualitativa da base obtida

- 2.1. Tome duas alíquotas de 1,0 mL da solução preparada por você na etapa I e coloque-as em tubos de ensaio, para os testes de identificação do íon hidróxido (OH^-). Escreva para cada item a equação ocorrida.
- Adicione ao tubo **1** algumas gotas da solução de nitrato de prata (AgNO_3) até observar alguma modificação.
 - Adicione ao tubo **2** algumas gotas da solução de sulfato de cobre (CuSO_4) até observar alguma modificação.
- 2.2. Tome duas alíquotas de 1,0 mL da solução preparada por você na etapa I e coloque-as em tubos de ensaio, para os testes de pH.
- Adicione ao tubo **1** três gotas do indicador fenolftaleína. Anote suas observações.

 - Adicione ao tubo **2** três gotas do indicador azul de bromotimol. Anote suas observações.

- 2.3. Molhe a ponta de um bastão de vidro com solução preparada por você na etapa I e coloque em contato com papel indicador de pH. Anote o valor do pH.

Etapa III: Análise quantitativa da base obtida

- Encha uma bureta de 25 ml ou 50 ml com a solução de NaOH obtida em 1.2.
- Em um erlenmeyer de 250 ml, adicione 2 mL de solução de hidrogeno ftalato de potássio ou biftalato de potássio, cerca de 5 ml de água destilada e três gotas de fenolftaleína.
- Titule o ácido com a solução em estudo (na bureta), lentamente, gota a gota, sob agitação constante, até ocorrer uma mudança de coloração. Anote o volume gasto na titulação.
- Repita as operações “3.1” “3.2” e “3.3”, tomando nota do volume da solução em estudo, que foi gasto na titulação.

Volume 1: ____ mL; Volume 2: ____ mL; Volume 3: ____ mL; Volume 4: ____ mL

QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL

★ Conhecendo a concentração e o volume da solução de ácido utilizado na titulação, além do volume gasto da solução em estudo, determine a concentração da solução de NaOH obtida.

★ Pelo valor obtido na questão acima, determine a quantidade da base contida, inicialmente, no balão.

★ Calcular a quantidade de metal envolvida na preparação da quantidade de base produzida.

IV – Pós-laboratório

1. Quais são as principais características do sódio metálico? Qual o produto da reação do sódio metálico com a água e com etanol escreva as reações? Que cuidados devem ser tomados?

2. Quais os principais cuidados que se deve tomar quando se realiza uma titulação?

3. Pesquise a faixa de viragem do indicador fenolftaleína e a identifique como um indicador de ácido ou base.

4. Pôr que o tubo de ensaio e o erlenmeyer foram lavados repetidas vezes e estas águas de lavagens foram adicionadas no balão?

5. Que tipo de solução é preparado com Hidrogeno ftalato de potássio ou biftalato de potássio? Descreva a reação.

6. Escreva a equação da resultante da interação de sódio metálico com etanol.

7. Escreva a equação da reação, quando se adiciona água à solução alcoólica de sódio.

VI – Referências Bibliográficas

- [1] Babor, J.A. e Ibarz, J., “Química General Moderna”, Editorial Marin, Barcelona, 7^o edição, 1963
- [2] Ohlweiler, O. A., “Química Inorgânica”, Edgar Blucher, São Paulo, SP, volume I, 1970.
- [3] Glinka, N., “Química Geral”, Editora Mir, Moscou, 2. ed. volumes I e II, 1988.
- [4] Ohlweiler, O. A., “Introdução `a Química Geral”, Editora Globo, Porto Alegre, 1967.
- [5] Basset, J. et ali., “Análise Inorgânica Quantitativa Vogel”, Guanabara Dois, Rio de Janeiro, RJ, 4. ed., 1981
- [6] Assumpção, R. M. V. e Morita, T., “Manual de Soluções, Reagentes e Solventes”, Edgar Blucher, São Paulo, SP., 1968.
- [7] Lee, J. D., “Química Inorgânica”, Edgar Blucher, São Paulo, SP, 1980.
- [8] Huhey, J. E., “Inorganic Chemistry”, Harper & Row, New York, NY, Si Unite Edition, 1965.
- [9] Heslop, R. B. e Jones, H., “Química Inorgânica”, Fund. Calouste-Gulbenkian, Lisboa, 1987.

Experimento V:
Compostos de coordenação.

EXPERIMENTO V: Compostos de coordenação

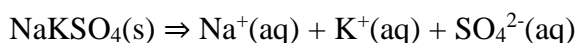
I - Objetivo

- Observar reações que envolvem a formação de compostos de coordenação;
- Saber diferenciar entre sais duplos e sais complexos
- Sínteses de complexos de coordenação.

II – Considerações Gerais

O desenvolvimento da teoria da química dos compostos de coordenação remonta ao final do século XIX e início do século XX com os trabalhos Alfred Werner e Sophus Mads Jørgensen. A motivação que tiveram estes pesquisadores deveu-se ao fato de ter-se detectado naquela época compostos que formalmente tinham características dos então conhecidos sais duplos. Ao serem analisadas, porém, algumas propriedades bem simples, como a solubilidade, apresentavam propriedades diferentes. Vejamos o comportamento de ambos os sais duplos e os compostos de coordenação quanto à solubilidade.

Sal duplo



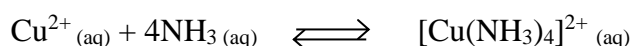
Composto de Coordenação



Podemos observar que, em solução, todos os íons do sal duplo dissociam-se enquanto que, nos compostos de coordenação, algumas moléculas neutras ou mesmo ânions permanecem ligados, ou seja, temos menos espécies em solução. Outras características, tais como condutividade, cor, compostos com a mesma composição molecular, mas com cor e momento de dipolo diferentes foram observadas nesta nova classe de compostos. Dentre as divergências encontradas, destaca-se o fato de que as regras de valência não eram respeitadas.

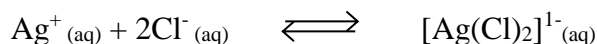
Por todos os motivos citados, estes compostos foram chamados de complexos. Atualmente, muitas vezes nos referimos a eles como complexos, mas é melhor denominá-los de compostos de coordenação.

Um composto de coordenação consiste, sobretudo, em um átomo central, rodeado por certo número de outros átomos, íons ou moléculas, que têm a propriedade de doar elétrons ao átomo central, e são chamados de ligantes. O número de átomos doadores é denominado número de coordenação (NC). A fórmula de um complexo é representada considerando o centro metálico e os ligantes escritos entre colchetes. O balanço de carga é escrito fora dos colchetes. Por exemplo:



QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL

O íon Cu^{2+} age como um ácido de Lewis, aceitando 1 par de elétrons de cada molécula de NH_3 , o qual atua como base de Lewis. Em outro exemplo, o íon Ag^+ tem seus dois orbitais preenchidos com o Cl^- .



A seguir são listadas algumas definições de termos usados na química de composto de coordenação:

Espécie Central – átomo ou íon (cátion ou ânion) ao qual estão ligados por covalência às outras espécies que compõem o composto de coordenação, como, por exemplo, Co(III) , Fe(II) , V(0) ; V(-1) .

Ligantes – moléculas, íon simples ou compostos que estão ligados por covalência dativa à espécie central, como, por exemplo, NH_3 , H_2O , Cl^- , CN^- . Para que uma destas espécies seja um ligante, ela tem que ter pelo menos um par de elétrons para doar ao metal.

Coordenação de um ligante - quando um ligante se liga à espécie central, usamos a expressão – o ligante coordenou-se à espécie central.

Átomo doador – átomo pertencente a uma molécula ou íon composto que doa um par de elétrons, como, por exemplo, na amônia NH_3 , o átomo doador é o nitrogênio; na água, é o oxigênio; no cianeto, tanto o carbono quanto o nitrogênio podem ser o átomo doador, pois possuem um par de elétrons livres para serem doados ao metal. No íon cloreto, ele é o próprio átomo doador.

Complexo e íon complexo – o conjunto formado pela espécie central e os ligantes, podendo ser uma molécula neutra, um cátion ou um ânion, por exemplo: $[\text{V}(\text{CO})_6]$, $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$, $[\text{CoF}_6]^{3-}$.

Contra-íon – cátion ou ânion usado para possibilitar a neutralização de um íon complexo formando um sal, como, por exemplo, $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$, $\text{Na}_3[\text{CoF}_6]$, onde o Cl^- e o Na^+ são os contra – íons.

Carga do íon complexo – o resultado da soma das cargas negativas e positivas oriunda dos ligantes e da espécie central $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$. Neste complexo é $3+$, pois a amônia tem carga neutra e, portanto, a carga do íon complexo fica igual à da espécie central Co^{3+} . Para o $[\text{CoF}_6]^{3-}$, a carga do íon complexo é -3 porque temos 6 F^- , logo os ligantes dando uma contribuição de -6 e o cobalto uma carga $+3$, a soma será $(-6) + (+3) = (-3)$.

Escrevendo a fórmula molecular – sempre a fórmula do íon complexo deve ser escrita entre colchetes $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$, $[\text{CoF}_6]^{3-}$; os ligantes quando são íons compostos e moléculas são escritas entre parênteses $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+} [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$.

COMPLEXOS DE COBALTO

Compostos de cobalto têm sido usados há séculos, como pigmentos (azul cobalto) em vidro e porcelana (um silicato duplo de cobalto e potássio), o metal em si foi produzido em escala industrial somente no século XX. O cobalto é um metal duro, branco-azulado e dissolve-se em ácidos minerais diluídos. Os estados de oxidação mais importantes são $+2$ e $+3$.

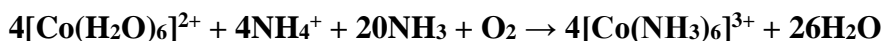
O íon $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ é estável em solução, mas a adição de outros ligantes facilita a oxidação a Co^{3+} . Por outro lado, o íon $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ é um agente oxidante forte oxidando H_2O a oxigênio e sendo

reduzido a Co^{2+} . Contudo, ligantes contendo átomos de nitrogênio (como NH_3 e etilenodiamina = $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$) estabilizam o estado de oxidação +3 em solução aquosa.

As reações de formação de complexos ocorrem pela substituição de moléculas de água por outros ligantes (moléculas neutras: NH_3 , etilenodiamina, etc. ou ânions: Cl^- , OH^- , etc.) presentes na solução, seguida geralmente pela oxidação do íon Co^{2+} . Há uma reação inicial de substituição das moléculas de água e a seguir, o complexo formado é oxidado pelo oxigênio do ar ou então pela ação da água oxigenada.

A reação do íon $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ com NH_3 em excesso, na presença de catalisador (carvão ativado) leva a formação de $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ pela oxidação com o oxigênio do ar. Na ausência do catalisador e usando-se H_2O_2 , obtém-se $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5(\text{H}_2\text{O})]^{3+}$, que por tratamento com HCl concentrado dá o complexo $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}$.

Portanto, a reação de formação de $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ resulta da troca de moléculas de água por moléculas de NH_3 no complexo octaédrico $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$, com posterior oxidação a Co^{3+} na presença de catalisador, conforme a reação:



O complexo $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ é um composto cristalino, de cor violeta-avermelhado, com estrutura octaédrica, pouco solúvel em água fria, etanol e éter. Este composto decompõe-se acima de 150°C liberando $\text{NH}_3(\text{g})$. A obtenção pode ser feita por diversos processos, partindo, por exemplo, de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, ou então dos complexos de Co^{3+} como $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{CO}_3]\text{NO}_3$.

A equação da reação a partir de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pode ser escrita:



Um aspecto importante a ser considerado na preparação dos compostos de coordenação é a possibilidade de formação de isômeros. Compostos de coordenação podem apresentar vários tipos de isomeria: geométrica, óptica, de ligação, de ionização, etc. Assim, complexos octaédricos de Co^{3+} como os íons $[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}_2]^+$ e $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2]^+$ apresentam isomeria geométrica enquanto que o íon $[\text{Co}(\text{en})_3]^{3+}$ apresenta isomeria óptica. Como exemplos de isômeros de ligação podem ser relacionados os complexos $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{NO}_2]^{2+}$ e $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{ONO}]^{2+}$, onde o íon NO_2^- coordena-se, no primeiro caso, através do átomo de nitrogênio e no segundo, através do átomo de oxigênio.

III - Procedimento Experimental

Etapa I: Íons em solução de um sal duplo

- 1.1 - Tome 3 tubos de ensaio e, em cada um, coloque 2 mL de solução de $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$.
- 1.2 - Ao primeiro tubo, adicione algumas gotas de solução de NaOH .
- 1.3 Ao segundo, junte 0,5 mL de solução de BaCl_2 .
- 1.4 - Ao terceiro, adicione 2 mL de solução de ácido tartárico.

Etapa II: Íons em solução de sal simples e de sal complexo

2.1 - Tome 2 tubos de ensaio e, em cada um coloque 2 mL de solução de FeCl_3 . Ao primeiro, junte solução de NH_4OH e, ao segundo, adicione solução de KSCN .

2.2 - Tome 2 tubos de ensaio e, coloque 2 mL de $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Ao primeiro, junte solução de NH_4OH e, ao segundo, adicione solução de KSCN .

Etapa III: Íons complexos aniônicos

3.1 - Em um tubo de ensaio, adicione 4 gotas de solução de AgNO_3 . Em seguida, adicione solução concentrada de KI , até que o precipitado formado inicialmente seja dissolvido.

3.2 - Em um tubo de ensaio adicione 1 mL de solução de ZnCl_2 . Em seguida, junte solução de NaOH até observar a formação de um precipitado branco, continue adicionando até notar nova modificação.

Etapa IV: Íons complexos catiônicos

4.1- Em um tubo de ensaio, coloque 0,5 mL de solução de AgNO_3 e 1 mL de solução de NaCl . Deixe em repouso e, em seguida, decante a fase líquida e adicione solução de NH_4OH ao precipitado até dissolvê-lo completamente.

4.2- Em outro tubo de ensaio coloque 0,5 mL de solução de CuSO_4 e 0,5 mL de solução de NH_4OH . Deixe em repouso, decante a fase líquida (se possível) e continue a adicionar solução de NH_4OH ao sólido até observar nova modificação.

Etapa V: Síntese do complexo de cloreto de pentaminclorocobalto (III)

- Dissolver 0,5 g de cloreto de amônio em 3,0 mL de hidróxido de amônio concentrado (NH_4OH) em um erlenmayer de 50 mL.
- Mexa vigorosamente a solução com um agitador magnético.
- Adicione 1 g de cloreto de cobalto (II) hexa – hidratado em pequenas porções.
- Mantendo a agitação, adicionar 1,5 mL de peróxido de hidrogênio 30 %, lentamente, pelas paredes do recipiente, em pequenas porções. CUIDADO: o peróxido de hidrogênio nesta concentração produz queimaduras graves.
- Quando a reação parar, adicionar lentamente 3,0 mL ácido clorídrico concentrado (HCl).
- Resfrie a mistura em banho de gelo e filtre o precipitado $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$
- Lave com 20 mL de etanol.
- Deixe em dessecador.
- Pese o papel de filtro. $M =$ _____
- Determine o rendimento teórico, real e percentual da reação.

Observações: _____

Etapa VI: Preparação do complexo de cloreto de pentaminitritocobalto (III)

- Dissolva 1,0 g de $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ em 3,8 mL de solução hidróxido de amônio concentrado com agitação e suave aquecimento.
- Adicione a solução é 1,25 g de nitrito de sódio seguido da adição de 2,0 mL de HCl 6 Mol/L.
- Resfrie a solução em banho de gelo e depois filtre.
- Lave os cristais obtidos de $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{ONO}]\text{Cl}_2$ com 20 mL de etanol.

QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL

- e) Deixe em dessecador.
- f) Pese o papel de filtro. M = _____
- g) Determine o rendimento teórico, real e percentual da reação.

Observações: _____

IV – Questionário

1. Em que os sais duplos se diferenciam dos sais complexos?

2. O que são complexos de coordenação?

3. Qual a razão de uma solução de CdCl_2 reagir com uma solução diluída de KOH formando um precipitado de $\text{Cd}(\text{OH})_2$, enquanto que com uma solução de $\text{Cd}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$ essa reação não acontece?

4. Escreva as equações para as reações ocorridas durante a realização da prática, discutindo os resultados obtidos.

VI – Referências Bibliográficas

- [1] COTTON, S. A. & Wilkinson, G., Química Inorgânica, 1ª edição, livros técnicos e científicos. Editora S. A.
- [2] Vogel, A.; Química analítica qualitativa; Editora Mestre Jou, São Paulo-SP, 1981
- [3] Laboratory Exercises in General Chemistry- V. SEMISHIN
- [4] Introdução a Química Experimental- R.R.SILVA, N. BOCCHI e R. C. R. FILHO.
- [6] Laboratory Manual – Inorganic Chemistry CM 2006
- [7] Modern Inorganic Chemistry – An Intermediate text – ed. Butterworth & Co Ltd – London.

Experimento VI:
Caracterização de Compostos
de coordenação

EXPERIMENTO VI: Caracterização de Compostos de coordenação.

I - Objetivos

Analisar algumas propriedades dos complexos de coordenação formados e aprender a utilizar o equipamento de UV-Visível e interpretar espectros de infravermelho.

II – Considerações Gerais

Existem vários métodos de caracterização de uma substância. Eles se complementam de forma que se deve fazer uso do maior número possível de técnicas para se obter uma caracterização adequada. Entre esses métodos podem ser citadas as diversas técnicas de análise elementar e as espectroscopias: eletrônica, de ressonância magnética nuclear, Mössbauer, vibracional, dentre outras.

A Espectroscopia na Região do Visível e Ultravioleta é uma das técnicas mais difundidas e utilizadas na caracterização de composto de coordenação. Os elétrons nos átomos e moléculas estão distribuídos em níveis de energia. No estado fundamental são ocupados os níveis de energias mais baixos possíveis. As radiações nas regiões do visível ou do ultravioleta incidindo sobre átomos ou moléculas podem ser absorvidas, provocando a promoção dos elétrons de um estado de energia mais baixo para outros de maior energia. Os níveis de energia dos elétrons, nos átomos e moléculas, são quantizados e, portanto, também a energia absorvida, isto é, apenas certos valores de energia radiante, característicos para cada átomo ou molécula, são capazes de provocar transições eletrônicas.

A energia (E), o comprimento de onda (λ) e a frequência (ν) da radiação são relacionados pela equação:

$$E = hc/\lambda = h\nu$$

Onde h é a constante de Plank ($6,626 \times 10^{-34}$ J.s) e c é a velocidade da luz no vácuo ($2,998 \times 10^8$ m s⁻¹).

Pode-se concluir, então, que para um dado átomo ou uma dada molécula, apenas certos comprimentos de onda podem ser absorvidos provocando a excitação dos elétrons. Os espectrofotômetros visível e ultravioleta são aparelhos que medem a quantidade de luz absorvida por uma amostra do composto em estudo para cada comprimento de onda. O resultado é registrado em um papel móvel. Deste modo obtém-se um gráfico de absorção *versus* comprimento de onda que é o espectro na região do visível (ou do ultravioleta) da amostra. A maioria das aplicações da espectroscopia nas regiões do visível ou do ultravioleta é para fins quantitativos: na determinação da concentração de dada substância, em medidas de velocidade de reação, etc.

Contudo, a interpretação dos espectros visível de substâncias inorgânicas coloridas (a aplicação para substâncias orgânicas coloridas é mais limitada) fornece informações muito úteis sobre a estrutura destas substâncias. Já o estudo dos espectros na região do ultravioleta é mais usado na elucidação estrutural de compostos orgânicos.

Os complexos metálicos apresentam, em geral, quatro tipos característicos de bandas em seus espectros que são atribuídas às seguintes transições eletrônicas.

1. Transições de campo de ligante ($d \rightarrow d$) – Ocorrem entre os níveis de energia originados pelo desdobramento dos orbitais d dos íons metálicos, decorrentes das interações eletrostáticas com os ligantes.
2. Transições de transferência de carga ligante-metal (LMCT) – Ocorrem devido às transferências de densidade eletrônica dos orbitais dos ligantes para os orbitais de energias mais aproximadas ao metal.
3. Transições de transferências de carga metal-ligante (MLCT) – Ocorrem devido às transferências de densidade eletrônica dos orbitais $d\pi$ do metal para os orbitais de energias mais aproximadas ao metal.
4. Transições interna dos ligantes – São geralmente provenientes das transições $n \rightarrow \pi^*$ e $\pi \rightarrow \pi^*$ que os ligantes livres de coordenação apresentam em seus espectros eletrônicos.

Considere um íon Ti^{3+} , de configuração d^1 , no centro de um campo octaédrico, como, por exemplo, o $[Ti(H_2O)_6]^{3+}$. O elétron d ocupará um orbital t_{2g} . A irradiação com luz de frequência igual a $10Dq/h$, onde $10Dq$ é a diferença de energia entre t_{2g} e e_g e h é a constante de Planck, poderá provocar a absorção de um quantum de energia pelo íon e a conversão desta energia na transferência do elétron do orbital t_{2g} para um orbital e_g . A banda de absorção que resulta desse processo encontra-se na região visível do espectro do complexo $[Ti(H_2O)_6]^{3+}$ e é responsável pela sua coloração violeta. Duas são as características importantes desta banda: sua posição e sua intensidade.

III - Procedimento Experimental

Etapa I: Determinação da solubilidade de complexos

- _____
 - a) Separe três tubos de ensaio e, a cada um deles, adicione pequenas porções do primeiro complexo obtido;
 - b) Adicione no primeiro tubo 2 mL de metanol e agite um pouco.
 - c) Ao segundo tubo de ensaio adicione 2 mL de dimetilsulfóxido e agite um pouco.
 - d) No terceiro tubo 2 mL de água e agite um pouco.
 - e) Observe e faça anotações sobre a solubilidade do complexo nestes solventes.
-
-

- _____
 - a) Separe três tubos de ensaio e a cada um deles adicione pequenas porções dos complexos obtidos;
 - b) Adicione no primeiro tubo 2 mL de metanol e agite um pouco.
 - c) Ao segundo tubo de ensaio adicione 2 mL de dimetilsulfóxido e agite um pouco.
 - d) No terceiro tubo 2 mL de água e agite um pouco.

QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL

e) Observe e faça anotações sobre a solubilidade do complexo nestes solventes.

Etapa II: Obtenção dos espectros eletrônicos dos complexos

- Procure orientações do professor ou monitor sobre a utilização do equipamento;
- Faça a leitura inicialmente da solução de complexo na região de 300 a 1000 nm, usando uma cubeta com um percurso óptico de 1 cm. (**OBS: só é necessário um grupo realizar**).
- Trace os espectros eletrônicos, transformando-os em gráficos de absorvância.
- Identifique todas as bandas relevantes para cada composto e calcule o coeficiente de absorvidade molar ϵ ($L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$) para cada banda, de acordo com a lei de Lambert-Beer:

$$A = \epsilon \cdot d \cdot c \quad (A=\text{absorvância}, d=\text{percurso óptico}, c = \text{concentração}).$$

Tabela de resultados para: _____

Comprimento de onda (λ)	Absorvância	Comprimento de onda (λ)	Absorvância	Comprimento de onda (λ)	Absorvância

Tabela de resultados para: _____

Comprimento de onda (λ)	Absorbância	Comprimento de onda (λ)	Absorbância	Comprimento de onda (λ)	Absorbância

Etapa III: Obtenção dos espectros na região do Infravermelho

- a) Separe pequenas porções dos complexos formados, identifique-os e entregue ao professor para que o espectro na região do Infravermelho possa ser obtido.

IV - Questionário

1. Descreva algumas diferenças existentes entre o Cloreto de pentaaminoclorocobalto(III) e o Cloreto de pentaminitritocobalto(III)
2. Faça uma breve análise sobre a solubilidade dos compostos.

V - Bibliografia

- [1] Shriver, D. F., Atkins, P. W. “Química Inorgânica”, 4a ed., Bookman, Porto Alegre, 2003.
- [2] Miessler G. L., Fischer P. J., Tarr D. A., “Química Inorgânica”, 5a ed., Pearson, 2014.
- [3] Huhey, J. E., “Inorganic Chemistry”, Harper & Row, New York, NY, Si Unite Edition, 1965.