



**Universidade Federal de Santa Catarina
Campus Blumenau
Centro Blumenau
Departamento de Ciências Exatas e Licenciaturas**

**ROTEIROS DAS PRÁTICAS DE LABORATÓRIO DA DISCIPLINA:
BLU 5302 - QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL**

Prof. Dr. Silmar J. S. Franchi

Blumenau, setembro de 2015

CRONOGRAMA	
2015	
01/09	Não haverá aula
08/09	Apresentação do curso Síntese de compostos de metais de transição e uréia: química de coordenação no estado sólido
15/09	Síntese do trisoxalato aluminato de potássio – Parte 1
22/09	Síntese do trisoxalato aluminato de potássio – Parte 2 (Arte e Ciência no Palco*)
29/09	Crescimento de cristais – alúmens de metais de transição – Parte 1
06/10	Crescimento de cristais – alúmens de metais de transição – Parte 2
13/10	Crescimento de cristais – alúmens de metais de transição – Parte 3
20/10	Revisão de conteúdo e dúvidas
27/10	Prova 1
03/11	Preparação do precursor $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{CO}_3)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Preparação do trisacetilacetato de Co(III) – Parte 1
10/11	Preparação do precursor $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{CO}_3)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Preparação do trisacetilacetato de Co(III) – Parte 2
17/11	Preparação do precursor $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{CO}_3)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Preparação do trisacetilacetato de Co(III) – Parte 3
24/11	Síntese e análise de carboxilatos de Cu(II) – Parte 1
01/12	Síntese e análise de carboxilatos de Cu(II) – Parte 2
08/12	Revisão de conteúdo e dúvidas
15/12	Prova 2
2016	
26/01	Prova substitutiva – Para alunos que não realizaram uma das provas, mediante justificativa aprovada pelo chefe do Departamento (Resolução 017)
02/02	Publicação das notas e médias finais

I. NORMAS DE SEGURANÇA EM LABORATÓRIO

Em um laboratório de química, é primordial que o aluno assuma uma postura cuidadosa e responsável durante as experiências. Estes cuidados têm o objetivo não só de evitar acidentes, como também de diminuir o gasto dos reagentes, geralmente muito caros.

Não se deve ter medo de manusear os reagentes, vidrarias ou equipamentos, pois dessa forma, você não será um bom profissional, o que aumentará os riscos do trabalho; deve-se apenas ter cautela para se trabalhar, evitando assim acidentes.

A concentração sobre o trabalho e o conhecimento sobre o mesmo são fatores primordiais no combate aos acidentes. Muitas das experiências realizadas durante o ensino de química são seguras, desde que efetuadas com seriedade.

As recomendações gerais de comportamento, que devem ser seguidas por todos os usuários de um laboratório são:

- Usar sempre óculos de segurança; não é recomendado o uso de lentes de contato no laboratório;
- Usar guarda-pó abotoado, sapatos fechados e cabelos presos. Evitar guarda-pó feito com tecido sintético;
- Não pipetar produto algum com a boca. Jamais;
- Não usar produto algum que não esteja devidamente rotulado;

- Não levar jamais as mãos à boca ou aos olhos quando estiver manuseando produtos químicos;
- Verificar sempre a toxicidade e a inflamabilidade dos produtos com os quais se esteja trabalhando;
- Discutir sempre com o professor ou supervisor a experiência que será feita;
- Jamais trabalhar sozinho em um laboratório;
- Jamais manipular produtos inflamáveis perto de chamas ou fontes de calor;
- Procurar sempre discutir com o professor ou supervisor o local correto de descarte dos produtos tóxicos, inflamáveis, mau-cheirosos, lacrimogêneos, pouco biodegradáveis ou que reagem com a água;
- Jamais comer ou beber em laboratório.
- Produtos cáusticos ou que penetram facilmente através da pele devem ser manuseados com luvas apropriadas. De qualquer forma, lavar sempre as mãos após manipulação de qualquer produto químico;
- Produtos voláteis e/ ou tóxicos devem sempre ser manipulados na capela e em casos especiais, com máscaras de proteção adequadas a cada caso;
- É expressamente proibido fumar em laboratório.

Qualquer acidente ocorrido no laboratório deve ser imediatamente comunicado ao responsável pelo setor (no caso da sala de aula, o professor).

II. CONFEÇÃO DO RELATÓRIO

O relatório é uma das maneiras do professor avaliar o trabalho do aluno. Deve conter, portanto, todos os detalhes necessários à finalidade a que se destina. A redação deve ser simples, direta, evitar divagações desnecessárias.

Não deixe de ter em mente que em sua vida profissional, tanto na universidade quanto na indústria, você terá que redigir trabalhos científicos ou textos que devem ser interlegíveis às pessoas.

O relatório deve conter as seguintes partes na ordem que se segue:

1) **Resumo:** aproximadamente 100 palavras. Recapitulação concisa do trabalho. Como foi realizado. Destacar os resultados obtidos e citar as técnicas usadas.

2) **Introdução Teórica:** É a apresentação do relatório. Coloca a natureza do problema e estabelece o objetivo da investigação.

3) **Parte Experimental:** Procedimento executado para a obtenção dos resultados. Não omita os detalhes. Se alguma modificação foi feita no procedimento original, esta deve ser anotada com destaque. Descrever os reagentes empregados, as soluções preparadas, os métodos de análise utilizados, as técnicas usadas nas medidas físicas, os aparelhos empregados (modelo e marca), os esquemas de montagem e principalmente as observações feitas durante o procedimento.

4) **Resultados e Cálculos:** Os resultados, sempre que possível devem ser redigidos em forma de tabelas numeradas remetidas pelo texto. Devem aparecer os rendimentos obtidos nas preparações, os gráficos e os desvios avaliados nas medidas realizadas.

5) Discussão (conclusões): É uma das partes mais importantes do relatório. Todos os resultados deverão ser **discutidos mediante comparação com dados da literatura**. Toda divergência entre os resultados obtidos e a literatura deve ser discutida. Compare sempre os resultados obtidos. A discussão do relatório, a princípio, pode parecer difícil; porém, á medida que esta prática for exercitada, o aluno por si próprio sentirá os progressos.

6) Referências Bibliográficas: Deverá conter todos os livros, revistas, artigos utilizados na confecção do relatório. Toda afirmação que não for pessoal deverá ser identificada, indicando-se a procedência, segundo as normas da ABNT.

A entrega do relatório deverá ser feita uma (01) semana após o término da experiência **impreterivelmente**, caso contrário, serão observados os seguintes pesos: 1 semana de atraso (NR x 0,80); 2 semanas de atraso (NR x 0,70), onde NR = nota do relatório.

III. CRITÉRIOS DE AVALIAÇÃO

A Avaliação segue o REGULAMENTO DOS CURSOS DE GRADUAÇÃO (resolução 017/CUn/UFSC). O aluno deverá construir seu desempenho, a fim de obter aprovação, nota mínima seis (6,0) e 75% de presença.

A nota final da disciplina consiste de duas avaliações escritas (P1=25%+P2=25%), da apresentação de um seminário (S=20%), da média dos pré-testes (PT=15%) e da confecção de quatro relatórios (R=15%).

EXPERIMENTO 1 - SÍNTESE DE COMPOSTOS USANDO COBRE, COBALTO E URÉIA: QUÍMICA DE COORDENAÇÃO NO ESTADO SÓLIDO

Metodologia extraída do livro: FARIAS, R. F. **Práticas de Química Inorgânica**. 4ª ed. Campinas: Editora Átomo, 2013.

Objetivos: Preparação de dois compostos a partir de reagentes no estado sólido;
Caracterização por ponto de fusão.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Cada dupla deverá pesar 1g de um dos haletos de metal de transição disponíveis ($\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ou $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Em seguida, deve-se pesar a uréia, respeitando-se as proporções (em mol) 1:2 e 1:4 para o cobre, 1:4 e 1:6 para níquel e cobalto. Fazer os cálculos antes da pesagem, com o auxílio de sua tabela periódica.

Deve-se triturar ambos os reagentes (XCl_2 e Uréia) para se obter os compostos, utilizando um almofariz.

Caracterização: Determinação do ponto de fusão de reagentes e produtos.

Referências complementares:

- 1- TOMA, H. E.I. **Química Conceitual**, V.4 – Química de Coordenação, Organometálica e Catálise. Edgard Blucher, 2013.
- 2- SHRIVER, D. F.; ATKINS, P. W. **Química inorgânica**. Porto Alegre, RS: Bookman, vi, 847 p. 2008.
- 3- ATKINS, P. W.; JONES, Loretta. **Princípios de química: questionando a vida moderna e o meio ambiente**. Porto Alegre: Bookman, xxii, 922 p. 2012.
- 4- WOOLLINS, J. D.. *Inorganic Experiments*. Wiley.
- 5- TOMA, E. H.. **Elementos Químicos e seus Compostos** –v. 3 – Blucher, 2013.
- 6- SKOOG, D. A.; WEST, D.M.; HOLLER, F.J.; E CROUCH, S.R.; **Fundamentos de Química Analítica**, Pioneira, São Paulo, 2006.

QUESTIONÁRIO

- 1) Descreva os aspectos dos reagentes de partida e do composto produzido.
- 2) Que vantagem a síntese efetuada no estado sólido apresenta em relação às outras rotas de síntese?
- 3) No caso da síntese efetuada no estado sólido, como se ter certeza de que todo o ligante, e não apenas parte dele, sofreu coordenação?
- 4) Qual é o ponto de fusão dos reagentes e do composto sintetizado?

Apresente os cálculos para determinação da massa dos reagentes utilizados.

EXPERIMENTO 2 – SÍNTESE DO TRISOXALATOALUMINATO DE POTÁSSIO

Metodologia extraída do artigo: Bailar, J. C. Jr.; Jones, E. M., Potassium Trioxalatoaluminate, *Inorganic Syntheses*, I, 36, (1939).

- Objetivos:** Preparação do composto;
Cálculo de rendimento;
Determinação da fórmula do composto via análise permanganométrica;
Determinação da água de hidratação.

PARTE 1

2.1 – Síntese do trisoxalatoaluminato de potássio

Em um béquer de 150 mL pesa-se 0,5 g de alumínio em raspas e lentamente adiciona-se 30 mL de solução aquosa contendo 3,0 g de KOH. Aquece-se a solução resultante até a fervura por aproximadamente 30 minutos. Filtra-se a solução ainda quente, em funil de Buchner para remoção de eventuais resíduos.

Ao filtrado ainda quente, adiciona-se lentamente e sob agitação, 7,0 g de ácido oxálico. Caso haja formação de precipitado, aquece-se a mistura até total dissolução. Filtra-se novamente, se necessário, e esfria-se a solução a temperatura ambiente. Adiciona-se 30 mL de etanol, resfria-se a solução em banho de gelo (45 min.), filtra-se o sólido resultante, lavando o mesmo com etanol gelado. Deixa-se o produto secar ao ar. A solução aquosa contendo o trisoxalatoaluminato deve ser estocada até a aula seguinte.

PARTE 2

2.2 – Análise Permanganométrica – titulação de oxidação-redução

2.2.1 – Padronização da solução de $\text{KMnO}_4 \approx 0,02 \text{ mol.L}^{-1}$

Pesa-se cerca de 0,250 g de oxalato de sódio (padrão primário) e transfere-se a massa para um erlenmeyer de 250 mL.

Dissolve-se o sal em 60 mL de água destilada e adiciona-se 15 mL de solução de H_2SO_4 2 mol.L^{-1} . Aquece-se a mistura até começar a condensar nas paredes do erlenmeyer ($\approx 60 \text{ }^\circ\text{C}$) sob agitação constante. Mantendo-se o aquecimento, titula-se o padrão primário com a solução estoque de KMnO_4 até o aparecimento de uma coloração levemente rósea que persista por, pelo menos 30 segundos.

Repete-se este procedimento por pelo menos mais uma vez e rotula-se o frasco contendo a solução de KMnO_4 padronizada.

2.2.2 – Determinação da fórmula do trisoxalatoaluminato(III) de potássio

Realiza-se a titulação em duplicata seguindo-se o mesmo procedimento da padronização da solução de permanganato, porém utilizando-se o composto obtido anteriormente (trioxalatoaluminato de potássio) em lugar do oxalato de sódio.

Para isso, pesam-se amostras de aproximadamente 0,200 g do composto hidratado.

2.2.3 – Determinação de água de hidratação

Macera-se o trioxalatoaluminato de potássio hidratado, pesa-se aproximadamente 1,000 g em um béquer de 100 mL e coloca-se na estufa a temperatura entre 120-140 °C até obter-se massa constante.

2.3 – Tratamento dos resíduos

Após realizar todas as titulações necessárias, neutralizar as soluções fortemente ácidas com carbonato de sódio, antes de descartá-las na pia.

À solução de KMnO_4 utilizada na lavagem e ajuste de buretas, adiciona-se as soluções ácidas das titulações, item 2.2.2 (ou H_2SO_4 2 mol.L⁻¹), solução aquosa contendo oxalato (item 2.1) e se necessário $\text{K}_3[\text{Al}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]$ até a solução tornar-se incolor, podendo em seguida, ser descartada na pia.

Referências complementares:

1. CHOHAN, S.; PRITCHARD, R.G.: Tripotassium tris(oxalato- κ^2 -O,O')-aluminum bis(hydrogen peroxide) hydrate, the first example of a cyclic hydrogen-bonded H_2O_2 dimer. *Acta Crystallographica Section C*, C59, m187-m189, **2003**.
2. TOMA, H. E.I. Química Conceitual, V.4 – **Química de Coordenação, Organometálica e Catálise**. Edgard Blucher, 2013.
3. SHRIVER, D. F.; ATKINS, P. W. **Química inorgânica**. Porto Alegre, RS: Bookman, 2008. vi, 847 p.
4. ATKINS, P. W.; JONES, Loretta. **Princípios de química: questionando a vida moderna e o meio ambiente**. Porto Alegre: Bookman, xxii, 922 p. 2012.
5. WOOLLINS, J. D.. **Inorganic Experiments**. Wiley.
6. TOMA, E. H.. **Elementos Químicos e seus Compostos** –v. 3 – Blucher, 2013.
7. SKOOG, D. A.; WEST, D.M.; HOLLER, F.J.; E CROUCH, S.R.; **Fundamentos de Química Analítica**, Pioneira, São Paulo, 2006.

Questionário:

- 1) Considerando-se as massas atômicas $\text{Cu} = 64$, $\text{S} = 32$, $\text{O} = 16$ e $\text{H} = 1$, a porcentagem de água no $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ é de:
a) 5%
b) 36%
c) 90%
d) 25%
- 2) Foram aquecidos 1,83 g de uma amostra de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ hidratado, até que toda água fosse eliminada. A amostra anidra pesou 0,94 g. Determine a fórmula molecular do sal hidratado. (Dados: $\text{O} = 16$; $\text{Al} = 27$; $\text{S} = 32$; $\text{H} = 1$).
- 3) O carbonato de sódio hidratado apresenta 45,69% em peso de Na_2CO_3 e 54,31% em peso de H_2O . Qual a fórmula molecular do carbonato de sódio hidratado? (Dados: $\text{Na} = 23$; $\text{C} = 12$; $\text{O} = 16$; $\text{H} = 1$.)

- 4) A fórmula mínima do sulfato duplo de alumínio e potássio hidratado é $\text{Al}_2\text{K}_2\text{S}_2\text{H}_{24}\text{O}_{20}$. Quantas moléculas de água participam dessa fórmula?
- 12
 - 14
 - 16
 - 18
 - 20
- 5) Segundo a equação $\text{C}_2\text{H}_6\text{O} + 3\text{O}_2 \rightarrow 2\text{CO}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$ a massa de água (em gramas) que se forma quando se queimam 18,4g de álcool etílico é:
(Dados: H = 1; C = 12; O = 16)
- 54,0
 - 46,0
 - 21,6
 - 32,7
 - 18,8
- 6) Uma das maneiras de se produzir cal viva (CaO) é através da pirólise do calcário (CaCO_3). Uma amostra de 20 gramas de calcário produziu 10 gramas de cal viva. Qual o rendimento da reação?
- 7) A grafita pura é constituída essencialmente de carbono. Sua queima pode ser representada pela equação: $\text{C} + \text{O}_2 \rightarrow \text{CO}_2$
- qual o rendimento da reação sabendo que 66 gramas de grafita pura produz 230 gramas de CO_2 ?
 - se o rendimento da reação fosse 80% quantos gramas de carbono seriam necessários para se obter 30 gramas de CO_2

EXPERIMENTO 3 – CRESCIMENTO DE CRISTAIS ALUMENS DE METAIS DE TRANSIÇÃO

Metodologia extraída do artigo: DANA, J. D. **Manual de Mineralogia**, Rio de Janeiro, Livros Técnicos Científicos, 1981.

Objetivos: Síntese do alúmen de crômio e potássio

Tratamento dos resíduos de crômio (VI)

Utilização do pigmento óxido de crômio (III) na esmaltação de cerâmicas

PARTE 1

3.1- Crescimento de cristais de um sal duplo

Em um béquer de 100 mL dissolve-se 5,0 g de sulfato de magnésio heptahidratado ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) na menor quantidade de água possível, à temperatura ambiente. Dissolve-se igualmente uma quantidade equimolar de sulfato de amônio. Mistura-se as duas soluções, deixa-se em repouso por algumas horas até que cristais sejam formados. Qual a massa de sulfato de amônio que deve ser utilizada?

PARTE 2

3.2 – Obtenção do alúmen de crômio e potássio

Em um béquer de 150 mL dissolve-se 6,0 g de dicromato de potássio em 15 mL de água destilada e adiciona-se 3,5 mL de álcool etílico. Resfria-se e mantém-se a suspensão em banho de gelo, enquanto, sob agitação, adiciona-se lentamente 50 mL de ácido sulfúrico $2,0 \text{ mol.L}^{-1}$, não deixando que a temperatura ultrapasse $60 \text{ }^\circ\text{C}$. Terminada a adição, a temperatura ambiente, agita-se a mistura até a obtenção de uma solução homogênea, tampa-se a solução com um vidro de relógio e deixa-se em repouso absoluto por uma semana.

Após a separação dos cristais do alúmen (catação; sifão), a solução ácida contendo resíduos de crômio (III) deve ser tratada conforme descrito no item 3.2.1.

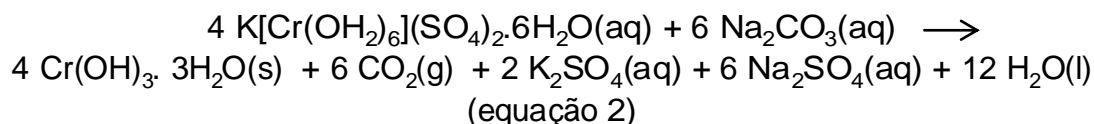
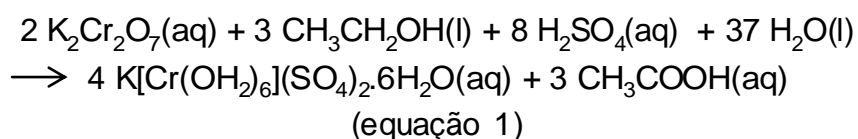
PARTE 3

3.2.1 – Tratamento de resíduos de crômio (VI) – (dicromato/cromato)

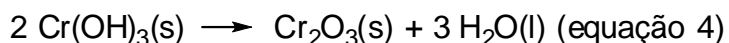
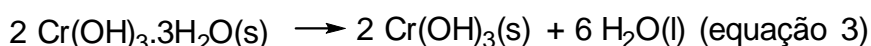
O procedimento básico consiste em reduzir o Cr(VI) contido nos resíduos gerados nos experimentos a Cr (III) e precipitá-lo como seu hidróxido. Isto pode ser feito empregando-se o etanol como agente redutor de crômio. Esta redução deve ser feita em meio ácido (ácido sulfúrico) e é necessário neutralizar a solução contendo Cr(III) para a obtenção do precipitado ($\text{Cr}(\text{OH})_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$). Portanto, para o tratamento de soluções aquosas de crômio (VI) adiciona-se álcool etílico, mantém-se a solução resfriada e sob

agitação, enquanto adiciona-se lentamente ácido sulfúrico 2 mol.L⁻¹ (equação 1). Coloca-se a solução em uma capela e deixa-se em repouso até que a reação esteja completa (obs: poderá ocorrer a formação de cristais escuros do respectivo alúmen de crômio).

A neutralização final das soluções aquosas ácidas, após a redução do crômio (VI), pode ser feita adicionando-se lentamente carbonato de sódio (dispensa o uso de pHmetro) até completa precipitação do hidróxido de crômio (III) trihidratado (pH ≅ 8), equação 2. Deixa-se em repouso (digestão/decantação), elimina-se o sobrenadante, filtra-se a vácuo em funil de Buchner, lava-se com água e deixa-se secar a temperatura ambiente. O hidróxido de crômio (III), depois de seco, pode ser armazenado apropriadamente, como substância não oxidante. A solução restante, cujo pH está próximo de 8, pode ser descartada na pia, com grande quantidade de água.



O hidróxido de crômio (III) poderá ser desidratado a 110 °C para formar hidróxido de crômio (III) (equação 3), ou a 600 °C para obter o óxido de crômio (III) (equação 4), denominado “verde de crômio” (Cr₂O₃) que é um pigmento empregado em pinturas esmaltadas, esmaltação de cerâmicas e na coloração de vidros.



<http://www.webelements.com/webelements/compounds/text/Cr/Cr2O3-1308389.htm>

<http://www.abividro.org.br/index.php/100> (vidros verdes)

O hidróxido de crômio (III), pó azul esverdeado é muito pouco solúvel em água. A constante de solubilidade K_s é de 6,3 x 10⁻³¹ para a dissociação:



Referências complementares:

- 1- ATKINS, P.W.; **Físico-Química**, Tradução: Horácio Macedo, 6ª ed., vol. 1 e 3, LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora, Rio de Janeiro, S.A, 2000.
- 2- SHRIVER, D. F; ATKINS, P. W. **Química inorgânica**. Porto Alegre, RS: Bookman, 2008. vi, 847 p.
- 3- ATKINS, P. W.; JONES, Loretta. **Princípios de química: questionando a vida moderna e o meio ambiente**. Porto Alegre: Bookman, xxii, 922 p. 2012.

EXPERIMENTO 4 – PREPARAÇÃO DO PRECURSOR $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{CO}_3)_3]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ **PREPARAÇÃO DO TRISACETILACETONATO DE Co(III).**

Metodologia extraída do artigo: BAUER, H. F., DRINKARD, W. C.. A General Synthesis of Cobalt(III) Complexes $\text{Na}[\text{Co}(\text{CO}_3)_3]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$. New Intermediate, *Journal of the American Chemical Society*, v.82, n19, p 5031-5032, 1960.

Objetivos: Preparação de composto de Co(III) com diferentes ligantes; Cálculo de rendimento; Estequiometria; Conhecer espectro eletrônico do composto sintetizado.

PARTE 1

4.1. Síntese do precursor: Tris-carbonatocobaltato(III) de sódio triidratado

Coloca-se em um béquer 4,2 g de bicarbonato de sódio em 5 mL de água. Haverá a formação de uma pasta branca, que deverá ser mantida em banho de gelo.

Em outro béquer, adicionam-se 2,91 g de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0,01 mol) em 1,0 mL solução de peróxido de Hidrogênio 30%. Esta mistura será adicionada, gota a gota sob agitação, à pasta fria o bicarbonato de sódio (mantida sob banho de gelo). Haverá a formação de um precipitado verde escuro. A mistura reacional permaneceu sob agitação (0°C) por 1 h. Após este tempo, filtra-se o sólido verde, lava-se com 3x10 mL de água gelada (3 alíquotas) e então lava-se com álcool absoluto e éter etílico, nessa sequência. O rendimento deve ser calculado.

PARTE 2

4.2. Síntese do trisacetilacetatonatocobalto(III)

Em um béquer de 50 mL coloque 1,8g do precursor tris-carbonatocobaltato(III) de sódio triidratado e adicione 4 mL de água. Transfira a solução aquosa para um balão de fundo redondo e com junta esmerilhada, o qual já deve conter 1,5 mL de acetilacetona, 6 mL de acetona e 1,05 mL de ácido nítrico 65%. Acople o balão ao condensador de refluxo fixando o sistema em um suporte universal e conecte a circulação de água no condensador.

Mantenha a mistura reacional sob aquecimento (use um banho térmico com copo de béquer de 400 mL com água e chapa de aquecimento – aqueça lentamente até aproximadamente 60°C) e deixe o sistema reacional em refluxo por cerca de 30 minutos. Após este tempo, retire o condensador e deixe em aquecimento por mais 10-15 minutos. Filtre o precipitado em sistema de pressão reduzida e lave várias vezes o precipitado com água. No próprio filtro, coloque acetona para solubilizar o precipitado (3x10mL) recolhendo a solução em um copo de béquer de 100 mL. Adicione 20 mL de água sobre a solução em acetona e deixe recristalizando até a semana seguinte.

PARTE 3

4.3 Espectroscopia Eletrônica

Após recristalizado, filtre o produto e coloque-o na estufa a 115°C por 15-30 minutos. Em seguida, prepare 6 soluções nas seguintes concentrações: $1,00 \times 10^{-3}$; $2,00 \times 10^{-3}$; $3,00 \times 10^{-3}$; $4,00 \times 10^{-3}$; $6,00 \times 10^{-3}$; $7,50 \times 10^{-3}$ e $9,00 \times 10^{-3}$ mol.L⁻¹ para o estudo espectroscópico e confecção da curva de calibração com base na Lei de Lambert-Beer.

Bibliografia complementar:

- 1- TOMA, H. E.I. **Química Conceitual**, V.4 – Química de Coordenação, Organometálica e Catálise. Edgard Blucher, 2013.
- 2- SHRIVER, D. F.; ATKINS, P. W. **Química inorgânica**. Porto Alegre, RS: Bookman, vi, 847 p. 2008.
- 3- SKOOG, D. A.; WEST, D.M.; HOLLER, F.J.; E CROUCH, S.R.; **Fundamentos de Química Analítica**, Pioneira, São Paulo, 2006.
- 4- PAVIA, D. L.; LAMPMAN, P. G.; KRIZ, S. G.; VYVYAN, J. R., **Introdução à espectroscopia**, 4ª ed. Cengage Learning, 2010.

Questionário:

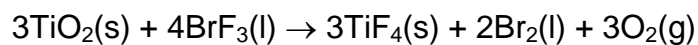
- 1) Um Químico preparou uma solução de padrão de DICLOFENACO POTÁSSICO (Antiinflamatório) a 0,0002M. Essa solução foi analisada em um espectrofotômetro UV-VIS. Considerando o caminho óptico do equipamento igual a 1cm, o valor da absorvidade molar de $2025 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. O valor de absorbância obtido pelo aparelho será:
- 2) Uma solução de um fármaco apresenta absorvidade molar de $8,5 \times 10^3 \text{ cm}^{-1} \text{ M}^{-1}$ em 450 nm.
 - a) Qual será a absorbância de uma solução do fármaco na concentração de $1,2 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ quando medido em 450 nm em cubetas de 1,00 e 5,00 cm?
 - b) Calcule a concentração do fármaco em 1 amostra que apresentam absorbância de 0,300 quando medida em 450 nm numa cubeta de 1,00 cm?
- 3) A 580 nm, o comprimento de onda máximo de absorção, o complexo FeSCN^{2+} tem uma absorvidade molar de $7.00 \times 10^3 \text{ cm}^{-1} \text{ M}^{-1}$. Calcular a concentração de ferro(II), presente numa amostra de água da rede, quando 50,0 mL dessa água são tratados com um excesso de KSCN e diluídos a 100,0 mL, sabendo que a absorbância da solução é 0.506, a 580 nm, quando medida numa célula de 1,00 cm (caminho óptico).
- 4) Uma água poluída tem cerca de 0,1 ppm de crômio ($M=52 \text{ g.mol}^{-1}$). A determinação do Cr(VI) é feita por estudos de absorção no visível do seu complexo difenilcarbazida ($\lambda_{\text{max}}=540 \text{ nm}$ e $\epsilon_{\text{max}}=41700 \text{ L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$). Qual o caminho óptico que se deve escolher para que a medida de absorbância dessa água seja de cerca de 0,4?

- 5) Para a determinação da concentração de fosfato num pesticida é necessário primeiro a hidrólise trifosfatos, que possam existir na amostra. Assim, um método colorimétrico baseado na absorção de um complexo amarelo de fosfato e vanadomolibdato de amônio pode ser utilizado. O complexo é formado por reação de 20 mL de solução de fosfato com 5,0 mL de vanadomolibdato de amônio. Foram preparados uma série de padrões, tendo sido efetuadas as medidas de absorvância a 415 nm com uma célula de caminho óptico de 1,0 cm; os resultados são apresentados na tabela seguinte:

Solução	Concentração (Mol/L)	Absorbância
S ₀	0,0000	0
S ₁	0,0001	0,15
S ₂	0,0002	0,28
S ₃	0,0003	0,4
S ₄	0,0004	0,55
S ₅	0,0005	0,7

- a) Desenhar a curva de calibração que resulta desta análise.
 b) Uma solução de concentração desconhecida, obtida por hidrólise de 1 g de pesticida, tratada de modo idêntico tem uma absorvância de 0,45. Determine a concentração de fosfato desta solução.
- 6) As equações a seguir representam várias formas de se obter metais a partir de seus compostos. Balanceie cada equação.
- (a) $\text{Cr}_2\text{O}_3(\text{s}) + \text{Al}(\text{s}) \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3(\text{s}) + \text{Cr}(\text{s})$
 (b) $\text{TiCl}_4(\text{l}) + \text{Mg}(\text{s}) \rightarrow \text{Ti}(\text{s}) + \text{MgCl}_2(\text{s})$
 (c) $[\text{Ag}(\text{CN})_2]^{-}(\text{aq}) + \text{Zn}(\text{s}) \rightarrow \text{Ag}(\text{s}) + [\text{Zn}(\text{CN})_4]^{2-}(\text{aq})$
 (d) $\text{Mn}_3\text{O}_4(\text{s}) + \text{Al}(\text{s}) \rightarrow \text{Mn}(\text{s}) + \text{Al}_2\text{O}_3(\text{s})$

- 7) A porcentagem de TiO_2 em um minério pode ser determinada através da seguinte reação:



Se 12,0 g do minério produzem 0,96 g de O_2 , a porcentagem aproximada de TiO_2 nesse minério é de:

- a) 10% b) 20% c) 30% d) 40% e) 50%

EXPERIMENTO 5 - SÍNTESE E ANÁLISE DE CARBOXILATOS DE COBRE(II)

Metodologia extraída do artigo: C. H. Yoder, W. D. Smith, V. L. Katolik, et all, The synthesis and analysis of copper (II) carboxilates, *J. of Chem. Education*, v. 72, p. 268. 1995.

Objetivos: Alternativas de preparação de compostos de Cu(II) com diferentes ligantes (Acetato, citrato etc). Determinação de água de hidratação; Determinação gravimétrica de cobre (CuO – calcinação)

PARTE 1

5.1 Síntese do Citrato de Cobre(II) - Método do Sulfato de Cobre(II)

Dissolvem-se 5,24 g (0,024 mol) do ácido cítrico ($MM= 210,14 \text{ g.mol}^{-1}$) em uma quantidade mínima de água em um Erlenmeyer de 250 mL. Misturam-se 5 gotas de fenolftaleína à solução de ácido cítrico e titula-se com Hidróxido de sódio (2 mol.L^{-1}). Em outro Erlenmeyer de 250 mL foram dissolvidos em uma quantidade mínima de água dois equivalentes de sulfato de cobre(II) pentahidratado (0,048 mol). A mistura reacional é mantida por 10 minutos, sob agitação e aquecimento. Após este tempo a mistura foi resfriada em banho de água gelada, onde há a formação de um precipitado. (Se o precipitado não for produzido neste período, cubra o Erlenmeyer e aguarde 24 h para a precipitação do produto). O precipitado é isolado por filtração à vácuo e lavado com álcool e éter etílico. Manter em dessecador.

PARTE 2

5.2. Determinação de água de hidratação

Após uma semana no dessecador, pulveriza-se a amostra para se obter um pó fino. A seguir, em um béquer de 50 mL, pesa-se 0,50g do composto obtido na síntese da semana anterior. Coloca-se na estufa à aproximadamente 250°C por cerca de 2 horas. Após este tempo, coloca-se a massa em um cadinho e mede-se novamente a massa do composto.

5.3. Determinação do percentual de cobre (por calcinação)

Em um cadinho de porcelana pesa-se 0,50 g do composto. Leva-se à mufla pré-aquecida a 700°C , e deixa-se o composto nesta temperatura por cerca de 2 horas. Espera-se esfriar e mede-se novamente a massa no cadinho.

Referências complementares:

- 1- TOMA, H. E.I. **Química Conceitual**, V.4 – Química de Coordenação, Organometálica e Catálise. Edgard Blucher, 2013.
- 2- SHRIVER, D. F; ATKINS, P. W. **Química inorgânica**. Porto Alegre, RS: Bookman, vi, 847 p. 2008.

- 3- SKOOG, D. A.; WEST, D.M.; HOLLER, F.J.; E CROUCH, S.R.; **Fundamentos de Química Analítica**, Pioneira, São Paulo, 2006.

Questionário:

- 1) Balanceie as reações redox a seguir em meio ácido:
- (a) $[\text{MnO}_4]^- + \text{HCN} + \text{I}^- \rightarrow \text{Mn}^{2+} + \text{ICN}$
- (b) $[\text{UO}]^{2+} + \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} \rightarrow [\text{UO}_2]^{2+} + \text{Cr}^{3+}$
- 2) Balanceie as reações redox a seguir em meio básico:
- (a) $\text{Co} + \text{OCl}^- \rightarrow \text{Co}(\text{OH})_3 + \text{Cl}^-$
- (b) $\text{Au} + \text{CN}^- + \text{O}_2 \rightarrow [\text{Au}(\text{CN})_2]^-$
- 3) Soluções de amônia são utilizadas com freqüência em produtos de limpeza domésticas. A amônia pode ser preparada por inúmeras formas. Dentre elas:
 $\text{CaO}(\text{s}) + 2\text{NH}_4\text{Cl}(\text{s}) \rightarrow 2\text{NH}_3(\text{g}) + \text{H}_2\text{O}(\text{g}) + \text{CaCl}_2(\text{s})$
 Partindo-se de 224g de CaO, obtiveram-se 102g de NH₃. O rendimento percentual da reação foi de:
- a) 100 b) 90 c) 80 d) 75 e) 70
- 4) (UECE) Partindo-se de 200g de soda cáustica, por neutralização completa com ácido clorídrico obtêm-se 234g de cloreto de sódio. A porcentagem de pureza da soda cáustica é de: $\text{NaOH} + \text{HCl} \rightarrow \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$
- a) 58,5 % b) 23,4 % c) 60 % d) 80 %
- 5) (Unitau-SP) Tratando-se 50g de uma solução de AgNO₃ a 30%, pela solução de KCl, qual o precipitado obtido e qual a sua massa?
 Dados: N =14; O =16; Cl = 35,5; K = 39; Ag =108
- 6) (Fuvest-SP) O alumínio é obtido pela eletrólise da bauxita. Nessa eletrólise, ocorre a formação de oxigênio que reage com um dos eletrodos de carbono utilizados no processo. A equação não balanceada que representa o processo global é: $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{C} \rightarrow \text{CO}_2 + \text{Al}$
 Para dois mols de Al₂O₃, quantos mols de CO₂ e de Al, respectivamente, são produzidos nesse processo?
- a) 3 e 2 b) 1 e 4 c) 2 e 3 d) 2 e 1 e) 3 e 4
- 7) (Unesp-SP) Considere a reação em fase gasosa:
 $\text{N}_2 + 3\text{H}_2 \rightarrow 2\text{NH}_3$
 Fazendo-se reagir 4 mol de N₂ com 9 mol de H₂ em condições de pressão e temperatura constantes, pode-se afirmar que:

- a) os reagentes estão em quantidades estequiométricas.
- b) o N_2 está em excesso.
- c) após o término da reação, os reagentes serão totalmente convertidos em amônia.
- d) a reação se processa com aumento do volume total.
- e) após o término da reação, serão formados 8 litros de NH_3 .

8) Determine a % de água de hidratação presente nas seguintes amostras de $CuSO_4$, utilizando os dados abaixo:

Dados da Análise N° 1

Peso do Cadinho (g):	46,0255
Peso da Amostra (g)	0,9998
Peso do Cadinho Após Aquecimento (g):	46,5821

Dados da Análise N° 2

Peso do Cadinho (g):	46,0255
Peso da Amostra (g):	1,008
Peso do Cadinho Após Aquecimento (g):	46,6083