

Laboratório de Química Inorgânica para a Engenharia de Materiais e Manufatura

Síntese de Cerâmicas: Processos a Partir de Soluções de Precursores

Neste conjunto de duas aulas iremos explorar a preparação de cerâmicas por métodos de reação química em solução à baixa temperatura. O primeiro método envolve a reação de hidrólise seguida de reação de condensação sob aquecimento à pressão ambiente, enquanto o segundo método envolve além da hidrólise, um tratamento hidrotérmico. Ambos os métodos envolvem temperaturas bem inferiores aos métodos de síntese em estado sólido usando pós de precursores cerâmicos como carbonatos, nitratos ou oxalatos de metais.

Cerâmicas são materiais cristalinos que na sua grande maioria, mas não exclusivamente, contém elementos químicos do grupo dos metais alcalinos (grupo s, **configuração eletrônica** terminando em s^1) ou alcalino-terrosos (**grupo s**, configuração eletrônica terminando em s^2), metais de transição (**grupo d e f**) e os **metais e metalóides** do grupo p da Tabela Periódica. Contudo, há exemplos de cerâmicas que não contém metais, por exemplo, as cerâmicas elementares tais como os **alótropos** do C – grafite, fulureno e diamante.

Síntese de Cerâmicas Binárias

As cerâmicas binárias são aquelas que contém apenas dois elementos químicos, fórmula mínima genérica A_aX_x , onde **a** e **x** são os coeficientes, enquanto A é o cátion e X é o ânion. Nos compostos onde a razão entre **a** e **x**; **a/x**; pertencem ao conjunto de números reais inteiros naturais (N) temos as cerâmicas chamadas de **daltonetas** – em referência à John Dalton. Enquanto, as cerâmicas que não possuem composição definida, ou seja a/x é um número real racional positivo, são chamadas de **bertholetas** – em homenagem à Claude Louis Berthollet. Os bertholetos geralmente são óxidos, sulfetos, hidretos de metais de transição que não estão em seu maior estado de oxidação. Por exemplo, a wützita FeO é melhor representada pela fórmula $Fe_{0,95}O$, onde temos majoritariamente cátions Fe^{+2} e alguns cátions Fe^{+3} para manter a **eletroneutralidade** do composto, carga total de cátions e ânions igual a zero. Como existem outros valores de x para a wützita é mais adequado representar estes compostos por $Fe_{1-x}O$. Na Wützita, o cátion Fe está no **estado de oxidação** +2 que não é o maior estado de oxidação do Fe, este pode se apresentar com estados de oxidação +2, +3 e +4.

O estanho é um metal de pós-transição do grupo 14 da Tabela Periódica (grupo p, configuração eletrônica $[Kr] 4d^{10} 5s^2 5p^2$ podendo apresentar estados de oxidação +1, +2, +3 e +4 em compostos químicos, mas comumente apresenta-se nos estados de oxidação +2 e +4 nas cerâmicas binárias e ternárias do tipo óxidos.

O óxido de estanho(II) ou óxido estanoso possui uma célula unitária tetragonal mostrada na Figura 1. O SnO possui duas fases cristalinas, uma fase estável tetragonal de cor preta e outra meta-estável de cor vermelha. O SnO preto possui lamelas, ou seja, forma placas moleculares de íons, enquanto o espaço entre os íons é chamado de espaço interlamelar como mostrado na Figura 1 à direita.

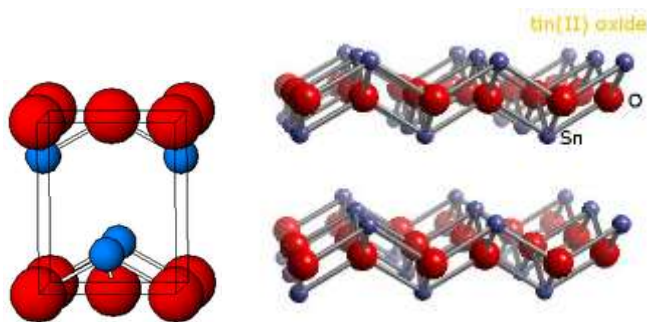


Figura 1. Célula unitária tetragonal do SnO (esquerda) e fragmento da rede cristalina enfatizando o caráter lamelar do SnO, as esferas vermelhas representam O^{2-} e as esferas azuis representam Sn^{+2} .

Preparação de Óxido de Estanho(II)

Parte 1:

Realizar todo o procedimento dentro da capela, use óculos de segurança e luvas.

Pesar em papel manteiga 2,5g de $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ com uma espátula. Triturar as agulhas do sal com um almofariz e pestilo. Dissolver o pó pesado e triturado numa cápsula de porcelana com uma solução $7 \text{ mol} \cdot L^{-1}$ HCl em uma cápsula de porcelana, use a menor quantidade possível para esta dissolução. Adicionar lentamente com conta-gotas e sob agitação, com bastão de vidro, uma solução de NaOH à 20% -**Cuidado: Use óculos de segurança ocorrerá uma reação violenta**- até que a solução apresente pH entre 8 e 10 com fita indicadora de pH universal (soluções com $pH > 8$ apresentam cor rosa em contato com a fenolftaleína). Ao longo deste procedimento a solução límpida deve se tornar uma suspensão coloidal contendo um sólido branco ou mesmo deve haver precipitação de um sólido branco, o $Sn(OH)_2$.

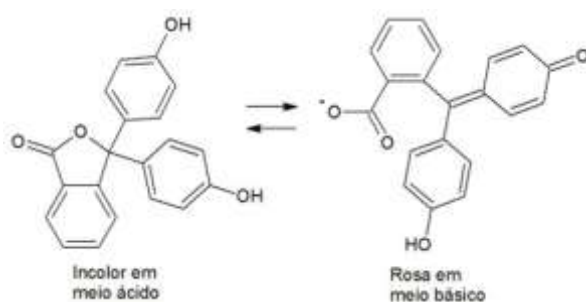


Figura 2. Estrutura Química do indicador de pH fenolftaleína em soluções com $pH < 8$ (esquerda) e $pH \geq 8$. $pH = -\log [H^+]$ e representa o **potencial hidrogeniônico**, ou seja a concentração de íons H_3O^+ em solução aquosa,

Aquecer a solução na cápsula de porcelana sobre “banho de areia” durante 2 horas dentro da capela. O aquecimento irá transformar o $Sn(OH)_2$ em um sólido preto, SnO, por condensação ($Sn-OH + HO-Sn \rightarrow H_2O + Sn-O-Sn$). Pesar um papel de filtro quantitativo faixa azul. Filtrar o sólido preto em papel de filtro quantitativo faixa azul ou branca usando um funil de vidro estriado. Lavar o filtrado cuidadosamente com água deionizada por três vezes. Levá-lo para secar à $110^\circ C$ por 1h. Em seguida deixar o papel de filtro em vidro de relógio dentro de um dessecador até a próxima semana^{2,3}.

Na semana seguinte, retirar o papel de filtro com pinça ou luva e levar para pesar. Faça a subtração do peso do papel de filtro antes e depois de secar para obter a massa de SnO sintetizada. Calcule o rendimento da reação baseado na quantidade de moles de Sn⁺² utilizada.

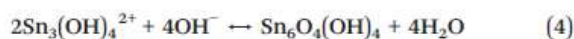
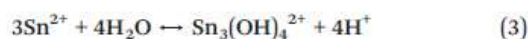
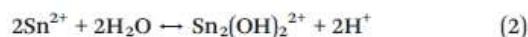
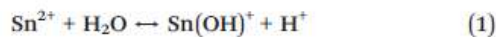
Compare o difratograma entregue pelo professor com aquele obtido com o software Mercury®.

Parte 2:

Para esta prática a turma será dividida em três grupos, cada grupo com 8 a 10 alunos.

O procedimento aqui descrito foi adaptado daquele descrito por Cao e colaboradores⁴. 3,39 g de SnCl₂·2H₂O é dissolvido em 60mL de água deionizada sob agitação magnética por 10min. Na sequência são adicionados gota-a-gota, com uma bureta, e sob agitação magnética o hidróxido de amônio (solução à 25%) à temperatura ambiente até o pH alcançar 9,0 – usar um papel de pH universal. Depois de contínua agitação magnética durante os 10 min seguintes é obtida uma suspensão. Transfira a suspensão para 3 reatores de Teflon de 100mL e aqueça à 120° C por 0,5h, 1,5h e 3h. Deixe resfriar os reatores e o sabra cuidadosamente. Transfira as suspensões cuidadosamente para tubos de centrifugação plásticos, tubos Falcon. Centrifugue as suspensões à 8000rpm. Remova o sobrenadante e preencha os tubos com etanol à 8000rpm. Remova o líquido e repita o procedimento 3 vezes. Retire o sólido e o transfira para um frasco limpo com tampa para armazenar, leve o frasco com a amostra para um dessecador para que o técnico envie sua amostra para **Microscopia Eletrônica de Varredura**ⁱ, difração de raios-X.

As reações químicas ao longo do procedimento de síntese podem ser descritas nas equações 1 a 4 a seguir⁴:



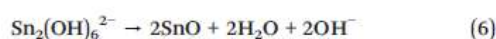
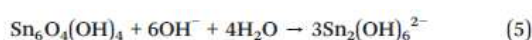
Nas reações acima, Sn²⁺ é uma abreviação do **íon complexo** [Sn(OH₂)₆]²⁺. As reações 1 a 3 ocorrem enquanto o pH é neutro ou ácido, ao adicionar a amônia a reação 4 ocorre formando o composto polinucleado Sn₆O₄(OH)₄ cuja estrutura molecular é mostrada na Figura 3.

ⁱ A Microscopia Eletrônica de Varredura é uma técnica de microscopia para observação detalhada de objetos micro- e submicroscópicos (<1 μm e > 20 nm) usando para gerar as imagens um feixe de elétrons espalhados ou emitidos – estes últimos chamados de elétrons secundários – pela amostra em observação – o material. Uma explicação sobre esta microscopia será dada na aula teórica para ilustrar a **Teoria Atômica de Bohr**.



Figura 3. Estrutura molecular do $\text{Sn}_6\text{O}_4(\text{OH})_4$, esferas vermelhas são O^{2-} , esferas cinzas são Sn^{+2} e esferas brancas são H^+ .⁴

Na sequência com o aumento do pH outras duas reações ocorrem levando ao SnO como mostrado a seguir:



O SnO formado na reação 6 possui **baixa cristalinidade** e será recristalizado no aquecimento sob pressão dentro do reator de teflon. Este tratamento é chamado de **tratamento hidrotérmico** e envolve a redissolução e precipitação do SnO com aumento de cristalinidade como ilustrado na Figura 4.

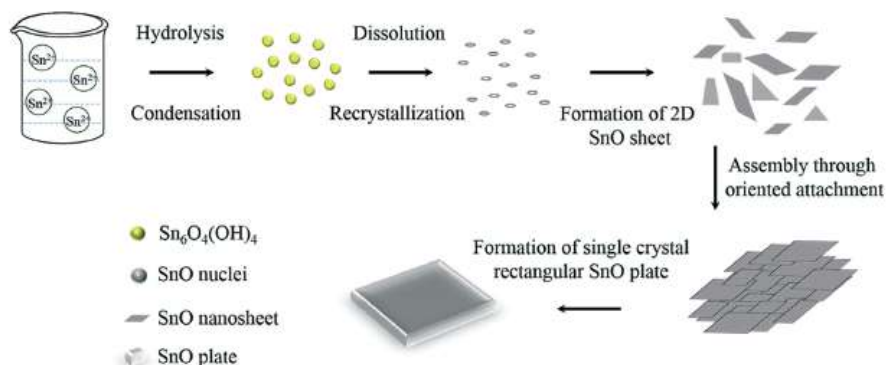
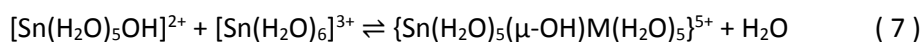
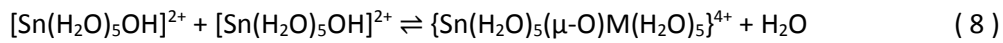


Figura 4. Ilustração esquemática da síntese e tratamento hidrotérmico do SnO.⁴

Na figura 4 a etapa descrita como **hidrólise** se refere à reação do íon $[\text{Sn}(\text{OH}_2)_6]^{+4}$ com a água para formar espécies hidroxiladas, $[\text{Sn}(\text{OH})_x(\text{OH}_2)_y]^{2-x}$, e liberar íons H_3O^+ (H^+) em solução. Estas espécies hidroxiladas reagem entre si via uma reação chamada de condensação que é catalisada por íons hidroxila. A reação de **condensação** em meio ácido ocorre via **olação** como descrito pela equação 7, onde $\mu\text{-OH}$ indica que o grupo hidroxila faz a “ponte” entre dois íons Sn^{+2} :



Já em meio básico, na presença de íon OH^- , a reação de condensação ocorre via **oxalação** como descrito na equação 8, onde $\mu\text{-O}$ indica que o grupo oxo (O^{2-}) faz a “ponte” entre dois íons Sn^{+2} :



A reação de **oxalação** também pode ocorrer durante o **envelhecimento de um precipitado** formado pela reação de condensação de oxalação em cadeia, ou seja, a policondensação.

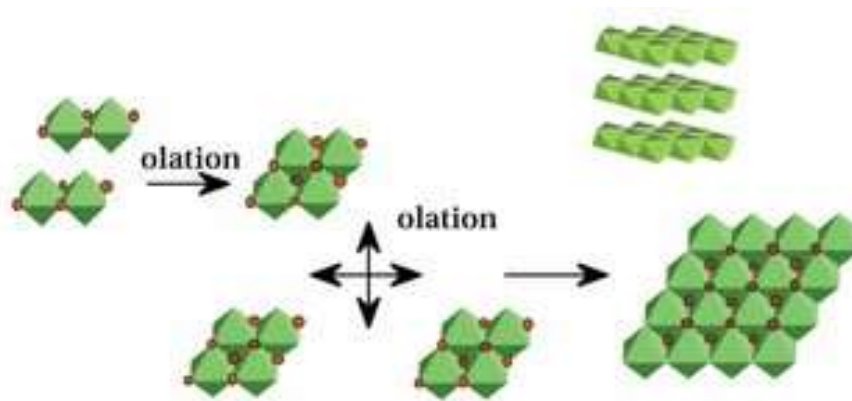


Figura 5. Esquema ilustrativo do processo de oxalação de aquocomplexos de metais, os octaedros verdes representam espécies como $[\text{Sn}(\text{H}_2\text{O})_5\text{OH}]^{2+}$ e/ou $[\text{Sn}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$, enquanto as esferas vermelhas nos vértices podem representar íon O^{2-} ou íons hidroxila (OH^-). Logo após a formação de espécies polinucleadas, representadas por poliedros octaédrico unidos pelas arestas ocorre a formação de placas que ao se aglomerarem formarão o sólido SnO [Jolivet, Jean-Pierre & Chanéac, Corinne & Tronc, Elisabeth. (2004). Iron Oxide Chemistry. From Molecular Clusters to Extended Solid Networks. Chemical communications (Cambridge, England). 35. 481-7].

Na Figura 6 é mostrado esquematicamente o processo de formação do **hábito cristalino** na forma de esferas com estrutura hierárquica de poros a partir da metodologia citada acima ⁴. Note que inicialmente se formam **lamelas** (placas) que se aglomeram formando as esferas. Este hábito possui uma maior área de contato com o ar e com líquidos nos quais as esferas possam estar suspensas, dizemos que a cerâmica na forma de esfera possui maior área superficial específica do que aquela com hábito lamelar ou na forma de placas. Esta maior área superficial

torna estas esferas de SnO promissoras para aplicações como sensores químicos ⁱⁱ, catalisadores heterogêneos ⁱⁱⁱ e fotocatalisadores ^{iv}.

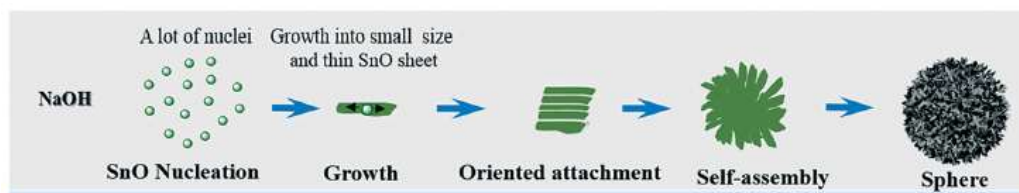


Figura 6. Representação esquemática da formação do hábito cristalino por auto-montagem (self-assembly) de lamelas (sheet) de SnO na forma de esferas com estrutura hierárquica de poros ⁴.

Parte 3. Reatividade do SnO

Use Luvas e óculos de proteção durante toda esta prática.

Uma das propriedades importantes de um material é sua estabilidade química. Por estabilidade química entende-se a resistência às mudanças de composição química e/ou estrutura cristalina (célula unitária) em função de mudanças no volume, a pressão, a massa ou a temperatura. A estabilidade química de uma substância é função de uma grandeza termodinâmica chamada Variação da Energia Livre de Gibbs de formação (ΔG_f°). Quanto menor (mais negativa) a variação da energia livre de Gibbs de formação mais estável será o material. Contudo, a estabilidade do material também dependerá da temperatura e pressão do meio onde o material está, assim como da ΔG_f° dos reagentes e produtos. A dependência da temperatura é traduzida pela equação

$$\Delta G_f^\circ = \Delta H_f^\circ - T \cdot \Delta S_f^\circ \quad (9)$$

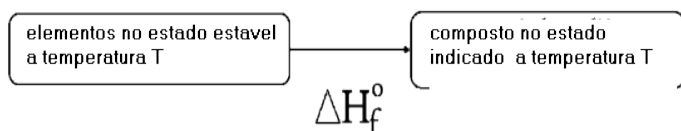
Onde ΔH_f° é a variação de entalpia de formação que está relacionada à estabilidade das **ligações químicas no material** – quanto mais fortes são as ligações, mais negativo é ΔH_f° e portanto, mais

ⁱⁱ Sensores químicos são dispositivos capazes de detectar (**análise química qualitativa**) e quantificar (**análise química quantitativa**) uma substância – dita analito - quer em **fase gasosa ou líquida** como os sensores de glicose usados por pessoas com diabetes ou o eletrodo de vidro combinado usado como sensor de pH em pHmetros. Muitos sensores químicos são feitos de metais, polímeros, cerâmicos ou materiais vítreos. O eletrodo de vidro combinado é um exemplo de material vítreo usado como sensor de H_3O^+ , enquanto, os sensores de umidade relativa do ar geralmente são polímeros. Já os sensores usados em “línguas e narizes” eletrônicos são geralmente as **cerâmicas semicondutoras** e polímeros **condutores elétricos**. A área da Química que se dedica ao desenvolvimento destes sensores é a Química Analítica, contudo muitos profissionais trabalham na pesquisa e desenvolvimento destes sensores, tais como: engenheiros eletrônicos, engenheiros elétricos, engenheiros de materiais, físicos, biólogos e biomédicos.

ⁱⁱⁱ **Catalisadores** são substâncias químicas capazes de acelerar a **velocidade da reação**, participando destas sem, contudo, serem significativamente consumidos. Os **catalisadores heterogêneos** são materiais metálicos, vítreos, poliméricos ou cerâmicos que catalisam reações onde o(s) reagente(s) estão em um estado físico distinto dos materiais, portanto, são gases ou líquidos ou estão dissolvidos em um líquido inerte (**solvente**).

^{iv} **Fotocatalisadores** são substâncias que ao absorverem radiação eletromagnética (geralmente radiação ultravioleta – UV- ou visível se tornam capazes de atuar como catalisadores de uma reação química. Muitas cerâmicas semicondutoras como o TiO_2 , Fe_2O_3 , ZnO , SnO , MnO_2 entre outras são fotocatalisadores. Estes fotocatalisadores são usados em **reações de oxidação e redução** dos reagentes e poluentes.

exotérmico^v é o processo de formação do composto. ΔS_f° se refere à variação de entropia de formação do sistema. A variação de entropia é uma grandeza termodinâmica que nos fala sobre a mudança de ordem (organização) e graus de liberdade ao longo de um processo químico ou físico. Uma ΔS_f° negativa significa que na formação da cerâmica houve um processo de organização e vice-versa. Se considerarmos a reação de formação do SnO a partir de seus elementos: $\text{Sn}_{(s)} + \frac{1}{2} \text{O}_{2(g)} \rightarrow \text{SnO}_{(s)}$, onde os subscritos indicam o estado físico nas Condições Normais de Temperatura e Pressão (CNTP); a ΔS_f° deve ser negativa, pois, nos reagentes temos um gás (g) e um sólido cristalino (s), enquanto no produto temos apenas um sólido cristalino (s). Como vimos anteriormente, o estado cristalino é caracterizado por uma rede cristalina e uma célula unitária, portanto, um arranjo ordenado e periódico de íons, ao passo que o estado gasoso as moléculas se encontram “livres” (alto grau de liberdade) para se locomover, portanto, em um estado de baixa organização ou grande desordem. A ΔH_f° possui unidades de $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, enquanto a ΔS_f° possui unidades de $\text{J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$. Esta diferença de unidades faz com que numa reação de formação ou degradação ou corrosão de um material a ΔH_f° acabe sendo muito mais importante para a estabilidade química, ditada pela ΔG_f° , do que a ΔH_f° . Tendo-se qualquer das duas grandezas termodinâmicas e a temperatura é possível calcular a terceira como mostrado no exercício abaixo.



Esta Foto de Autor Desconhecido está licenciado em [CC BY-SA](https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/)

Figura 7. Esquema ilustrando o cálculo da ΔH_f° de um composto químico (incluindo todos os materiais).

Exercício 1: De posse dos valores de ΔG_f° das substâncias químicas (incluindo os materiais) numa reação química é possível estimar a estabilidade química de um material frente a qualquer substância química, bastando usar a Lei de Hess aplicada às ΔG_f° dos reagentes e dos produtos na reação desejada.

$$\Delta G_{reaction}^\circ = \sum \Delta G_f^\circ(\text{products}) - \sum \Delta G_f^\circ(\text{reactants}) \quad (10)$$

	ΔH_f° $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$	ΔG_f° $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$	S_f° $\text{J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$	M $\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}$
$\text{Sn}_{(s)}$	0	0	51,55	118,69
$\text{O}_{2(g)}$	0	0	205,138	31,999
$\text{SnO}_{(s)}$	-285,8	-256,9	56,5	134,69
$\text{SnO}_{2(s)}$	-580,7	-519,6	52,3	150,69
$\text{Sn}^{2+}_{(aq)}$	-8,8	-27,2	-17	118,69
$\text{Cl}^{-}_{(aq)}$	-167,16	-131,23	56,5	35,45
$\text{HCl}_{(aq)}$	-167,16	-131,23	56,5	36,46
$\text{Cl}_{2(g)}$	0	0	223,07	70,91

^v Um processo exotérmico é aquele que libera grandes quantidades de calor ao ocorrer, assim, uma cerâmica com ΔH_f° negativo é aquela que ao ser formada libera calor, enquanto um ΔH_f° positivo indica que naquelas condições de temperatura e pressão a formação da cerâmica envolve absorção de calor, ou seja, é **endotérmico**.

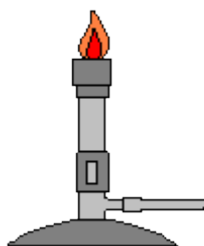
1.a. Calcule o ΔG° da reação de corrosão do $\text{SnO}_{(s)}$ por uma solução de ácido clorídrico, $\text{HCl}_{(aq)}$, formando uma solução aquosa de íons estanosos e íons cloreto. A cerâmica SnO é estável ao ataque desta solução à temperatura de 298K?

1.b. Calcule o ΔG° da reação de oxidação (corrosão) do $\text{SnO}_{(s)}$ pelo $\text{O}_{2(g)}$ à 298K, à 798K e à 1098K. O SnO é uma cerâmica que pode ser usada ao ar sob aquecimento à alta temperatura?

Procedimento experimental :Parte 3 A:

Todo o aparato de reação deve estar dentro de uma capela e você deve estar usando luvas e óculos de proteção. O tubo de ensaio deve ser segurado com uma pinça de madeira para evitar queimaduras.

- 1- **Dentro de uma capela.** Num tubo de ensaio coloque uma ponta de espátula de SnO e aqueça ao ar com Bico de Bunsen por 20 min. Anote o que ocorreu.



Bico de Bunsen

- 2- **Dentro de uma capela.** Num outro tubo de ensaio coloque uma ponta de espátula de SnO e 2mL de água à temperatura ambiente por 20min, e anote o que aconteceu. Na sequência aqueça o tubo de ensaio em “banho de areia” à ebulição. Anote o que aconteceu e tente escrever a reação química global caso tenha havido uma reação química.
- 3- **Dentro de uma capela.** Em 2 tubos de ensaio coloque uma ponta de espátula de SnO em cada tubo. Adicione gota-a-gota, usando uma pipeta graduada, 2mL de solução ácida de H_2SO_4 (tubo 1 $:[\text{H}^+] = 6\text{mol.L}^{-1}$, tubo 2: $:[\text{H}^+] = 0,1\text{mol.L}^{-1}$) à temperatura ambiente por 20min, e anote o que aconteceu. Na sequência aqueça o tubo de ensaio em “banho de areia” à ebulição. Anote o que aconteceu e tente escrever a reação química global caso tenha havido uma reação química.
- 4- **Dentro de uma capela.** Em 2 tubos de ensaio coloque uma ponta de espátula de SnO em cada tubo. Adicione gota-a-gota, usando uma pipeta graduada, 2mL de solução ácida de HCl (tubo 1 $:[\text{H}^+] = 6\text{mol.L}^{-1}$, tubo 2: $:[\text{H}^+] = 0,1\text{mol.L}^{-1}$) à temperatura ambiente por 20min, e anote o que aconteceu. Na sequência aqueça o tubo de ensaio em “banho de areia” à ebulição. Anote o que aconteceu e tente escrever a reação química global caso tenha havido uma reação química.

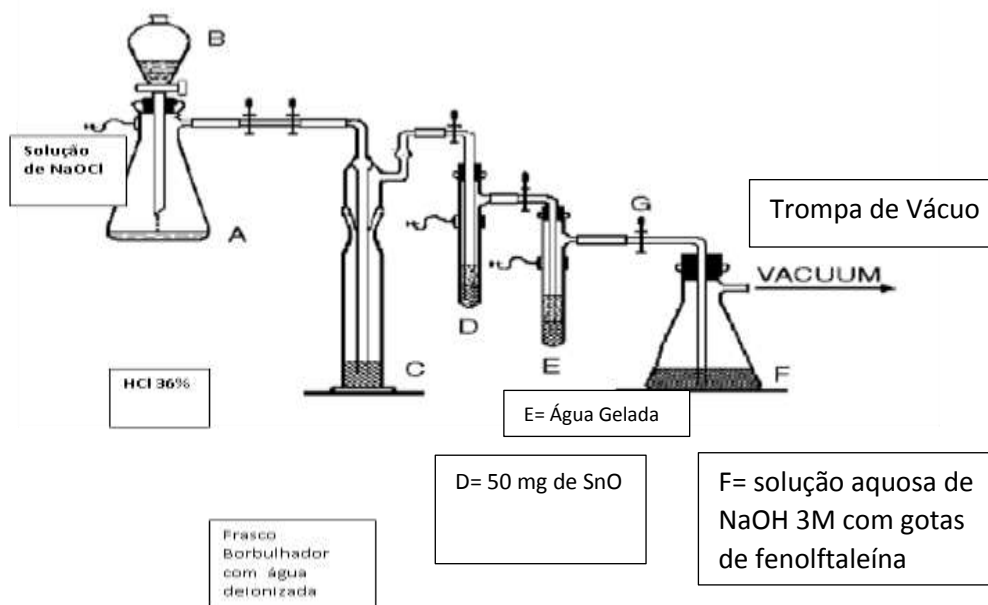


Figura 8. Esquema do gerador de Cl_2 (A e B) com lavador (C), purificador, do gás acoplado ao tubo de reação com SnO (D), captador de gases (E e F) e indicação de ligação com trompa de vácuo (vacuum).

Procedimento experimental :Parte 3 B:

Para esta prática a turma será dividida em 5 grupos.

- 5- **Dentro de uma capela.** Usando o gerador de $\text{Cl}_{2(g)}$ montado pelos técnicos de laboratório conectado ao tubo de ensaio como mostrado na figura 8. **Não se esqueça das luvas, jaleco e óculos de proteção.** Você deve ligar a trompa de vácuo à torneira conforme indicado pelos técnicos.
- 6- Conecte uma trompa-de-vácuo na torneira dentro da capela. Conecte um tubo de silicone à trompa e teste o bom funcionamento da trompa.
- 7- **CUIDADO:** Sempre manipule conexões de vidro e tubos poliméricos com luva e um papel para proteger suas mãos.
- 8- Passe fita veda-rosca (teflon) nas conexões entre os tubos de silicone e os tubos de vidro por onde passam o gás Cl_2 , ou seja, entre os frascos A, B, C e D.
- 9- Coloque 50mL de uma solução aquosa 3M de NaOH no frasco **F** usando uma proveta. Coloque 5 gotas de solução hidroetanólica de fenolftaleína na solução básica. A solução básica ficará rosa. O tubo curvo de vidro preso à rolha de borracha deve estar imerso na solução básica, mas não deve estar mais de 1 cm abaixo do menisco da solução, ver Figura 9.

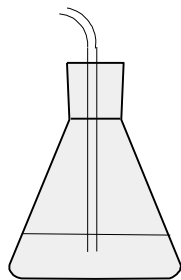


Figura 9. Ilustração mostrando a posição da extremidade inferior do tubo de vidro no frasco F em relação ao menisco da solução aquosa de NaOH 3M.

- 10- Faça vácuo usando a trompa-de-vácuo (*não se esqueça de verificar se a torneira do funil de adição está aberta*) e verifique se o ar está borbulhando na solução de NaOH. Gaste algum tempo, 2 a 3 minutos, mexendo na vazão da água na trompa para verificar como você consegue controlar a velocidade de aeração da solução neste simples aparato.
- 11- **Pese 50 mg de SnO num papel manteiga** em uma balança analítica. Usando uma espátula de porcelana ou vidro transfira o SnO para dentro do frasco.
- 12- Faça vácuo usando a trompa-de-vácuo (*não se esqueça de verificar se a torneira do funil de adição está aberta*) e verifique se o ar está borbulhando em F.
- 13- Use uma proveta para colocar 25mL de água deionizada no frasco de lavagem de gases (C). Verifique se as conexões entre os tubos de silicone e os tubos de vidro estão vedadas com fita veda-rosca.
- 14- **Feche a torneira do funil de adição.**
- 15- Use uma proveta para colocar 20mL de HCl (36%) no kitassato (frasco A).
- 16- Posicione a extremidade inferior do tubo de adição longe do menisco do HCl, mas abaixo da posição da saída de gás do kitassato e do nível do tubo de silicone.
- 17- Verifique o aparato de síntese novamente no que diz respeito a suas conexões. Todas devem ser herméticas para evitar vazamento de gás.
- 18- Coloque a solução aquosa de hipoclorito de sódio no funil de adição **com a torneira fechada**.
- 19- Feche a presilha de aço do tubo de silicone entre os frascos A e C.
- 20- Ligue a trompa de vácuo de dentro da capela abrindo a torneira de água.
- 21- Baixe o vidro da capela de forma que você ainda possa manusear dentro da capela sem que você inale o gás. Verifique se há borbulhamento nos frascos.
- 22- Abra a torneira do funil de adição (frasco B) de maneira a ter uma vazão de Cl₂ (gás verde –amarelado) de 1 a 2 bolhas por segundo no frasco C. **Cuidado: Não inale o gás. Caso haja vazamento, feche a torneira e deixe o gás ser evacuado pela exaustão da capela.**
- 23- **Abra a presilha da mangueira de silicone entre os frascos A e C.**
- 24- Acione o cronômetro.
- 25- Marque o tempo em que o gás amarelo-esverdeado (Cl₂) demora para começar a tornar amarelo a água no frasco C.
- 26- Anote se há mudança no sólido, em caso positivo, anote o tempo que demora para o Cl_{2(g)} corroer o SnO_(s).
- 27- Observe o sistema por 25min após o início da mudança e anote todas as transformações ocorridas (mudanças de cor, precipitações, etc...)
- 28- Esta primeira etapa do experimento termina quando você observar a formação **de uma solução aquosa pálida amarelada** no frasco E.

- 29- Neste ponto diminua a vazão de água na torneira lentamente, enquanto você abre o funil de separação. **Cuidado para não haver refluxo dos tubos para os outros ao desligar a torneira, use um grampo para fechar o tubo entre os frascos E e D se for necessário evitar o refluxo.**
- 30- Caso tenha ocorrido mudança de cor ou forma que indique uma reação química, escreva a reação química.
- 31- Calcule o $\Delta G_{\text{reação}}$ usando a lei de Hess entre o SnO e o Cl_2 , inicialmente, considerando como produto o SnCl_2 . Baseado no valor obtido justifique o que você observou no reator de vidro.

Questionário

- 1- Quantos íons de Sn^{2+} e de O^{2-} estão na célula unitária do SnO?
- 2- Explique o que é uma reação de hidrólise?
- 3- Explique o que é oxidação e o que é oxalação?
- 4- Qual a diferença entre rede cristalina e hábito cristalino?
- 5- Quais parâmetros podem ser usados para alterar o hábito cristalino de um material?

Bibliografia

¹ Non-stoichiometric compound IN http://www.chemeurope.com/en/encyclopedia/Non-stoichiometric_compound.html

² G.Brauer. Handbook of Preparative Inorganic Chemistry.

³ Powder Diffraction Files, Published by The Committee on Powder Diffraction Standards.

⁴ Rui Zhang, Qi Wang et al, CrystEngComm, 2018, 20, 4651. DOI: 10.1039/c8ce00687c

⁵ AF Wells, Structural Inorganic Chemistry.