

QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL 2017

Experiência 1 : Síntese do Nitrato de tetraaminocarbonatocobalto(III)

1-OBJETIVO:

Ilustrar a preparação de um composto de coordenação a partir de seus constituintes e verificar experimentalmente algumas de suas propriedades.

2-ASSUNTOS ENVOLVIDOS:

Reações de complexação, complexos de cobalto(III).

3-PROCEDIMENTO:

A) Síntese do nitrato de tetraaminocarbonatocobalto(III)

Em um béquer de 300 ml, dissolva 20,0 g de carbonato de amônio em 60 ml de água destilada e junte 60 ml de hidróxido de amônio concentrado. CUIDADO (1).

Prepare, num béquer de 300 ml, uma solução contendo 15 g de nitrato de cobalto(II) hexaidratado (2) em 30 ml de água destilada. A essa solução, adicione, sob agitação, a solução de carbonato de amônio e depois, lentamente, 8 ml de água oxigenada a 30%. CUIDADO (3).

Transfira a solução para uma cápsula de porcelana e evapore em banho-maria. Durante a evaporação, adicione em pequenas porções e de tempos em tempos, cerca de 5 g de carbonato de amônio sólido. Quando o volume da solução se reduzir à metade, filtre a solução a quente, sob sucção, utilizando

funil de placa porosa e depois transfira o filtrado para um béquer de 250 ml.

Quando a temperatura da solução estiver próxima da temperatura ambiente, resfrie em banho de gelo por uma hora. Separe, por filtração sob sucção, utilizando um funil de placa porosa, os cristais vermelhos formados (4). Lave com o mínimo possível de água destilada gelada, depois com álcool etílico gelado e por último com éter etílico (5). Mantenha a sucção por alguns minutos para completar a secagem do produto. Pese e transfira o sólido obtido para um frasco com tampa devidamente etiquetado. Escreva na etiqueta o nome do composto, a massa contida no frasco, o número do grupo e os nomes dos seus integrantes. Entregue o frasco para o técnico.

Entregue ao professor a folha anexa contendo a massa inicial de nitrato de cobalto empregada, a massa do produto obtido e o rendimento.

B) Propriedades do nitrato do tetraaminocarbonatocobalto(III).

1-Adicione uma porção de nitrato de tetraaminocarbonatocobalto(III) sólido em um tubo de ensaio contendo uma solução diluída de ácido sulfúrico e observe.

2-Faça a mesma reação substituindo o complexo por carbonato de sódio sólido e compare.

3-Verifique o que ocorre quando se aumenta a concentração do ácido, nas reações 1 e 2.

4-Adicione uma solução do nitrato de tetraaminocarbonatocobalto(III) a uma solução de nitrato de bário (ou cloreto de bário) e observe.

5-Repita a reação 4 usando carbonato de sódio, no lugar do complexo.

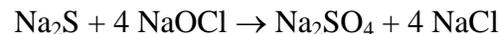
6-Repita a reação 4 utilizando solução de hidróxido de sódio no lugar do cloreto de bário e aqueça ligeiramente até observar precipitação. Coloque um papel indicador umedecido em água destilada na boca do tubo de ensaio e observe.

7-Coloque o resultado de suas observações na folha de resposta anexa.

4-OBSERVAÇÕES:

- (1) Esta dissolução deve ser feita preferencialmente na capela ou em ambiente ventilado para evitar os efeitos nocivos dos vapores de amônia.
- (2) O nitrato de cobalto(II) é deliqüescente. Use o sal mantido previamente em dessecador.
- (3) Cuidado: a água oxigenada é extremamente corrosiva.
- (4) Nesta etapa foi gerada uma solução aquosa que contém íons Co^{2+} , se a oxidação não foi completa, e Co^{3+} , sendo necessário realizar o seguinte tratamento, na capela, antes do descarte final: Precipitação dos íons cobalto com uma solução saturada de Na_2S (formação de um sólido preto). Verificar se a precipitação foi quantitativa através da adição de algumas gotas de Na_2S ao sobrenadante. Repetir até não haver mais precipitação. O resíduo deve ser descartado em um frasco previamente designado pelo técnico sendo que posteriormente o sólido será separado do sobrenadante o qual será tratado com NaOCl para eliminar o excesso de

Na_2S adicionado, para então ser descartado no esgoto comum.



- (5) Lembre-se que a técnica recomenda a utilização de várias lavagens com pequenas porções (4 é o suficiente) e que cada um dos solventes deve ser recolhido separadamente nos frascos designados pelo técnico, para posterior tratamento.

5-INTERPRETAÇÃO DOS RESULTADOS:

- a- Escreva as equações das reações da síntese do nitrato de tetraaminocarbonatocobalto(III).
- b- Avalie o rendimento da reação de síntese efetuada.
- c- Escreva as equações das reações realizadas na parte 3b.
- d- Quais as possíveis fontes de erro nesta síntese?
- e- Por quê não se obtém $[\text{Co}(\text{CO}_3)(\text{NH}_3)_5]^+$ nesta síntese?

6-BIBLIOGRAFIA:

- 1-Basolo, F., and Johnson, R.C. – “Química de los Compuestos de Coordinación”. Editorial Reverté, 1967.
- 2-Adams, D.M., and Rainor, J.B.”Advanced Practical Inorganic Chemistry”, J.Wiley, 1965.
- 3-Felicissimo, A.M.P. et al.,”Experiências de Química: Técnicas e Conceitos Básicos. PEQ –Projetos de Ensino de Química”, Ed. Moderna/Ed. Da USP, 1979, São Paulo.
- 4-Vogel A.I., “Química Analítica Cualitativa”, Editorial Kapelus, Buenos Aires, 1969.
- 5-Nicholls, D.-“Complexes and First-row Transition Elements”.McMillan, London, 1974.

- 6-**Cotton, F.A.; Wilkinson, G., "Advanced Inorganic Chemistry", 3rd, 4th, 5th Edition, John Wiley, Interscience.
- 7-**Orgel, L.E., "Introdução à Química dos Metais de Transição", Ed. Edgar Blucher, 1970.
- 8-**Jolly, W.L. "Modern Inorganic Chemistry", 2nd Ed., MacGraw-Hill, Singapore, 1991
- 9-**Shriver, D.F.; Atikins, P.W.; Langford, C.H., "Inorganic Chemistry", 2nd Ed., Oxford University Press, Oxford, 1994.
- 10-**Huheey, J.E. "Inorganic Chemistry: Principles of Structure and Reactivity".
- 11-**Inorganic Synthesis. (Periódico).
- 12-**Basolo, F., and Pearson, R.G., "Mechanisms of Inorganic Reactions: A study of metal complexes in solution", John Wiley, New York, 1967.
- 13-**Angelici, R.J., "Synthesis and Techniques in Inorganic Chemistry", W.B. Saunders, 1969.
- 14-**Giesbresht, E. (Coord.), "Experiências de Química: Técnicas e Conceitos Básicos", EDUSP, São Paulo, 1982.
- 15-** Armour, M.A.; "Hazardous Laboratory Chemicals Disposal Guide", 2nd Ed, Lewis Publishers, Florida, 1996.