

QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL 2017

Experiência 2 : Síntese do cloreto de pentaaminoclorocobalto(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: (tempo previsto:3h)

A) Preparação do cloreto de pentaaminoclorocobalto(III):

a) Em um béquer de 250 mL, dissolva 2,5 g de nitrato de tetraaminocarbonatocobalto(III) (1) em 25 mL de água destilada e adicione 4 mL de ácido clorídrico concentrado, sob agitação (2). Observe o desprendimento de CO₂.

b) Cessada a efervescência, neutralize a solução com hidróxido de amônio concentrado (Verifique com papel indicador universal) e adicione 3 ml em excesso (3).

c) Aqueça a solução por 20 minutos sem deixar entrar em ebulição (4). Resfrie a solução, ligeiramente, e adicione 40 mL de ácido clorídrico concentrado.

d) Reaqueça a solução por 20 a 30 minutos e observe a mudança de cor. Resfrie a solução à temperatura ambiente. Separe os cristais vermelhos (5) por filtração sob sucção utilizando funil de placa porosa. Lave primeiro com água destilada gelada, depois com álcool etílico gelado e a seguir com éter etílico (6). Complete a secagem sob sucção. 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 tetraaminocarbonatocobalto(III) empregada, a massa do produto obtido e o rendimento. Informe, também, na folha de respostas, as cores observadas nos itens a, b, c, e d, desta preparação.

4-OBSERVAÇÕES:

- (1) A síntese do complexo [Co(CO₃)(NH₃)₄]NO₃ está descrita na experiência 1.
- (2) Cuidado: o ácido clorídrico é volátil e tóxico: recomenda-se que as operações sejam feitas na capela.
- (3) A solução de hidróxido de amônio deve ser preparada e utilizada na capela ou em ambiente bem ventilado para evitar os vapores nocivos de amônia.
- (4) Após esta etapa, tem-se a formação, praticamente quantitativa, do íon pentaaminoaquacobalto(III), que pode ser facilmente isolado mediante a adição de perclorato de sódio ou ácido perclórico.
- (5) A cor do complexo reflete basicamente a mudança no campo cristalino pelo ligante utilizado. Nesta etapa foi gerada uma solução aquosa que pode conter íons Co²⁺ e Co³⁺. Oos íons

Co^{2+} são provenientes de uma oxidação incompleta na síntese do nitrato de tetraaminocobalto(III) e de sua purificação não bem feita, e Co^{3+} , sendo necessário realizar o seguinte tratamento, na capela, antes do descarte final: Ajustar o pH entre 9 e 10 com NaOH e realizar a 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.

- (6) Lembre-se a técnica recomenda a utilização de várias pequenas porções na lavagem e que cada um dos solventes deve ser recolhido separadamente nos frascos designados pelo técnico, para posterior tratamento.

5-INTERPRETAÇÃO DOS RESULTADOS:

- a- Escreva todas as equações das reações relacionadas com a síntese realizada.
- b- Avalie o rendimento do produto obtido.
- c- Quais as possíveis fontes de erro 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.; Atkins,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.