

QUÍMICA INORGÂNICA EXPERIMENTAL

2017

Experiência: Síntese do $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ e do $KCr(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

1. **Objetivos:** Obter o alúmen de potássio e estudar algumas técnicas de caracterização. O alúmen de potássio, $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, é um composto utilizado como coagulante na purificação da água, na indústria de papel e na produção de picles. Uma maneira alternativa de escrever a fórmula do composto é:



2. **Assuntos envolvidos:** Obtenção; reações de oxiredução; formação de sais duplos; cristalização, materiais policristalinos e monocristais

3. Procedimento:

A. Síntese do alúmen de potássio e alumínio

Alúmen é o nome dado a todo sulfato duplo de um metal trivalente e monovalente de fórmula geral $M^+M^{3+}(SO_4)_2 \cdot nH_2O$. São utilizados em diversas aplicações como na indústria do couro e como adstringente, conhecido no comércio por “pedra ume”.

Pese 1,0 de alumínio (1). Coloque o alumínio em um béquer de 250 mL e acrescente 50 mL de uma solução aquosa de hidróxido de potássio $4,0 \text{ mol.L}^{-1}$ (2).

Deixe a mistura em reação até que a liberação de gás não seja mais observada. Filtre a mistura, coletando o filtrado num béquer de 250 mL.

Adicione ao filtrado 30 mL de uma solução de ácido sulfúrico $9,0 \text{ mol.L}^{-1}$ (3).

Coloque a mistura em banho de gelo e observe a formação dos cristais.

Filtre os cristais e lave-os com água. Deixe-os secar a temperatura ambiente.

B. Síntese do alúmen de Crômio e potássio

Procedimento

1) Pese 4 g de dicromato de potássio. 2) Coloque os cristais em um béquer de 80 ml e adicione 30 ml de água quente agitando até dissolução completa do sal. 3) Resfrie a solução e adicione cuidadosamente 3,2 ml de ácido sulfúrico concentrado. 4) Resfrie a solução. 5) Junte, lentamente, 8 ml de etanol, usando uma bureta e agitando constantemente. Não deixe que a temperatura exceda a 50°C . Se necessário, resfrie com banho de água com gelo. 6) Cubra o béquer com um vidro de relógio e deixe a solução em repouso em banho de gelo totalmente imóvel. 7) Verifique a formação cristais de cor púrpura. 8) Filtre-os e lave-os com pequenas porções de água gelada. 9) Coloque-os sobre um papel de filtro limpo e deixe secar ao ar.

C. Crescimento de monocristais

Calcule a quantidade de água necessária para dissolver a massa de um dos alúmens transferida para um béquer, considerando-se que são necessários 7 mL de água para cada grama de alúmen. A quantidade de água calculada é usada na dissolução do sal, aquecendo-se a solução a cerca de 60 °C e controlando-se a temperatura com um termômetro. Em seguida, a solução deve ser resfriada até uma temperatura abaixo de 30 °C. Um pequeno cristal de alúmen (gérmen) será amarrado num fio de náilon fino e fixado num pedaço de papel perfurado. O gérmen é então mergulhado na solução já morna, de modo a ficar aproximadamente no centro da mesma conforme ilustra a [Figura 4](#). O sistema será deixado em repouso por uma semana, obtendo-se um cristal de forma octaédrica. Após o experimento, a solução sobrenadante pode ser concentrada por evaporação do solvente para recuperar parte do sal de alúmen dissolvido. Cuidados devem ser tomados na evaporação da água por aquecimento prolongado, uma vez que pode ocorrer a hidrólise do íon Al^{3+} .

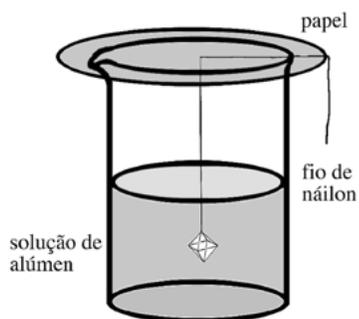


Figura 4. Esquema do sistema utilizado para crescimento de cristal de alúmen

4. Observações:

- (1) Caso não disponha de alumínio no laboratório, lembre-se que existe uma fonte de fácil acesso: latas de refrigerante.
- (2) CUIDADO no manuseio do hidróxido de potássio, que nessa concentração poderá causar graves lesões se em contato com olhos.
- (3) CUIDADO no manuseio do ácido sulfúrico, que nessa concentração poderá causar graves lesões se em contato com a pele ou olhos.
- (4) Verificar na literatura as principais propriedades e reações de identificação e caracterização do composto.
- (5) Os cristais devem ser isolados para posterior prática de crescimento de monocristais.
- (6) Os alúmens são facilmente produzidos por precipitação a partir de uma solução que contenha os íons necessários.
- (7) O processo de preparação corresponde a uma reação de oxido-redução. O dicromato de potássio inicial contém Cr^{6+} que é reduzido para Cr^{3+} . O etanol é inicialmente oxidado a acetaldeído, parte do qual se desprende como gás. O restante prossegue sendo oxidado a ácido acético.
- (8) O alúmen de crômio é apenas ligeiramente solúvel em água e, assim, o volume de água usado para a cristalização deve ser mínimo.
- (9) A solução não deverá ser evaporada e sim mantida abaixo de 65°C a fim de evitar a formação de complexos de sulfato de crômio III.

5. Interpretação dos resultados

1. Escreva passo a passo as equações balanceadas envolvidas no processo de preparação do alúmen de potássio.
2. Descreva procedimentos que poderiam ser utilizados de identificação e caracterização do composto, explicando-os e justificando-os.

6. Bibliografia

- 1) J. V. Quagliano e L. W. Vallarino, Chemistry 3^a ed., Prentice-Hall, 1969, p. 635 (preparação de dióxido de enxofre).
- 2) O. A. Ohlweiller, Química Inorgânica V.1, Edgard Blucher, 1971, p. 107 e 112 (óxidos e oxiácidos de enxofre).
- 3) J. D. Lee, Química Inorgânica – Um novo texto conciso. Editora Edgard Blucher . 1980.
- 4) F. A. Cotton and G. Wilkinson, Química Inorgânica. Livros Técnicos e Científicos Ltda. 1978, Rio de Janeiro.
- 5) A. I. Vogel, Química Analítica Qualitativa, Ed. Kapelusz, 1969, Buenos Aires.
- 6) Vera R. Leopoldo Constantino*, Koiti Araki, Denise de Oliveira Silva e Wanda de Oliveira , Quím. Nova vol.25 no.3 São Paulo Maio 2002.