**Síntese do cloreto de hexaaminocobalto(III)**

**1-Objetivo:**

Preparação do composto de coordenação cloreto de hexaaminocobalto(III), [Co(NH3)6]Cl3.

**2-Procedimento:**

Em um bécher de 250 mL, dissolva 5 g (20,1 mmol) de cloreto de cobalto(II) hexa hidratado e 3,4 g (64 mmol) de cloreto de amônio em 10 mL de água destilada pré-aquecida. Já na capela, adicione 46 mL (760 mmol) de solução concentrada de hidróxido de amônio. CUIDADO(1). Resfrie a mistura reacional num banho de gelo para próximo de 0 ºC. Junte 3g de carvão ativo. Lentamente e com agitação contínua e vigorosa, acrescente 20 mL de uma solução de peróxido de hidrogênio a 30%(2). Esta etapa é exotérmica; use um termômetro para acompanhar alterações na temperatura e controle a adição para NÃO PERMITIR QUE A TEMPERATURA SUPERE 10 ºC. Após completar a adição do peróxido de hidrogênio, aqueça a mistura reacional para 60 ºC usando um banho termostático. Mantenha nesta temperatura por 30 minutos. Então, faça uma filtração a quente por sucção para remover o carvão ativado usando papel de filtro qualitativo. Colete o filtrado. Então, esfrie o filtrado para próximo de 0 ºC usando um ,banho de gelo e adicione lentamente 2 mL de ácido clorídrico concentrado. Observe a formação de precipitado. Caso necessário, faça uma segunda adição de 2 mL de ácido clorídrico concentrado. Mantenha a mistura no gelo por no mínimo 40 minutos. Após a precipitação do produto amarelo-ocre de cloreto hexaaminocobalto(III), filtre por sucção usando papel de filtro, lave com pequenas porções de etanol 95% ou acetona gelados. Mantenha a sucção por alguns minutos para secar o produto. Pese e transfira o material para um recipiente devidamente rotulado. 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.

**3 Interpretação dos Resultados**

Escreva todas as equações das reações relacionadas para cada etapa da síntese realizada. Avalie o rendimento do produto obtido.

**4 Observações**

1Esta dissolução deve ser feita na capela para evitar os efeitos nocivos dos vapores de amônia. Use óculos e luvas de proteção.

**2** Cuidado: Peróxido de hidrogênio é um oxidante forte. Nesta concentração é um agente corrosivo. Adicione lentamente, com cuidado e use luvas.

**5-Bibliografia:**

1-Nicholls, D.-“Complexes and First-row Transition Elements”.McMillan, London, 1974.

2-Cotton, F.A.; Wilkinson, G.,”Advanced Inorganic Chemistry”.3rd, 4th,5th Edition, John Wiley, Interscience.

3-Shriver,D.F.; Atkins,P.W.; Langford, C.H., “Inorganic Chemistry”, 2nd . Ed.,Oxford University Press, Oxford, 1994.

4-Basolo, F., and Pearson, R.G., “Mechanisms of Inorganic Reactions: A study of metal complexes in solution”, John Wiley, New York, 1967.

5-Angelici, R.J., “Synthesis and Techniques in Inorganic Chemistry”, W.B. Saunders, 1969.

6- Armour, M.A.; “Hazardous Laboratory Chemicals Disposal Guide”, 2nd Ed, Lewis Publishers, Florida, 1996.

**Potenciometria dos complexos cloreto de cloropentamincobalto(III) e cloreto de hexamincobalto(III). Titulação argentométrica dos complexos.**

**3.1. Objetivo**

Determinar o número de íons cloretos nos complexos [CoCl(NH3)5]Cl2 e [Co(NH3)6]Cl3. Determinar o número de íons cloretos como contra-íons ou ligantes no complexo [CoCl(NH3)5]Cl2.

**3.2 Introdução e fundamentação**

Potenciometria é baseada na medida de potencial (voltagem) de células eletroquímicas na ausência de correntes apreciáveis. Se redutor e oxidante são acondicionados em compartimentos diferentes (meia-células, eletrodos), o processo redox pode ser descrito pelas meia-reações que ocorrem em cada um. Se os dois compartimentos são unidos por uma ponte salina e externamente por um condutor, no qual está ligado um voltímetro, o potencial da célula será dado pela diferença de potencial das duas meais reações (E = Ecátodo – Eânodo). O Potencial medido se altera em função do tempo devido ao consumo e alteração das concentrações dos reagentes nos dois compartimentos até atingir a condição de equilíbrio. No entanto, se a composição química de um dos compartimentos é mantida constante e seu o potencial conhecido (digamos do ânodo), o potencial E da célula varia apenas com a alteração da composição química no cátodo. Vários eletrodos podem ser construídos de forma que sua composição química e portanto seu potencial sejam constante ao longo do tempo. Estes são chamados de *eletrodos de referência*. Podemos citar o eletrodo normal de hidrogênio [H+ (s) + e- → ½ H2(g), E0 = 0V por convenção] e o eletrodo de prata/cloreto de prata [ AgCl(s) + e- → Ag(s) + Cl- (aq), E0 = + 0,222 V *vs* ENH em condições padrão, aCl-= 1]. O eletrodo de Ag/AgCl é constituído de cloreto de prata (insolúvel) depositada sobre um fio de prata (condutor) inserido em um vidro contendo uma solução saturada de KCl (neste caso EAg/AgCl = 0,197 V). A concentração de Cl- nesta meia-cela é mantida constante pela solubilidade de KCl. Portanto, quando acoplada a outra meia-cela (*eletrodo indicador*), a voltagem E da célula varia apenas com a mudança das concentrações dos constituintes desta última. Em arranjos elaborados deste tipo o potencial da célula pode ser usado para a determinação da concentração de espécies químicas diretamente.

O objetivo deste experimento é determinar a quantidade de íons cloreto nos complexos de cobalto preparados nas práticas anteriores. Para tanto, faremos uma titulação argentométrica de soluções dos complexos de cobalto usando nitrato de prata (AgNO3). Com a adição sucessiva de AgNO3 o cloreto das soluções dos complexos é precipitado na forma de AgCl. A determinação precisa do ponto final da titulação (remoção de todo cloreto da solução) é fundamental para a quantificação de íons cloreto. Isto poderia ser feito com indicadores colorimétricos, mas como as soluções dos complexos são coloridas, a determinação do ponto final da titulação fica prejudicada. Nestes casos, a potenciometria é mais conveniente para esta finalidade. Usando um eletrodo de Ag/AgCl como eletrodo indicador, o potencial varia da célula varia com a adição sucessiva de AgNO3 devido a remoção de íons Cl- por precipitação. Após a remoção total de Cl-, o potencial varia bruscamente pelo aumento da concentração de íons de Ag+ e o ponto final pode ser determinado em um gráfico de potencial do volume da solução do titulante. Sabendo a concentração do titulante é possível determinar o número de moles e a concentração de íons cloreto em solução inicialmente.

**3.3 Procedimento (duração 1 hora)**

**3.3.1 – Titulação potenciométrica do complexo cloreto de hexamincobalto(III).**

Pese 0,05g do complexo [Co(NH3)6]Cl3 em um Becker de 25 mL e dissolva em 10 mL de água deionizada. Preencha a bureta de 10 mL com uma solução de nitrato de prata (AgNO3) (0,1 mol L-1). Insira o eletrodo combinado de Ag/AgCl na solução do complexo e ajuste o instrumento para a escala de mV. Titule a solução de [Co(NH3)6]Cl3 por adições sucessivas de 0,5 mL da solução de AgNO3. Anote o potencial após cada adição. Após detectar alteração brusca do potencial faça mais 5 adições de 0,5 mL do titulante.

**3.3.2 – Titulação potenciométrica do complexo cloreto de pentamincobalto(III).**

Prepare duas soluções do complexo [CoCl(NH3)5]Cl2 em um Becker de 25 mL como descrito para o cloreto de [Co(NH3)6]Cl3. Em um deles, adicione 8 mL de hidróxido de sódio 1 mol L-1 e observe a mudança de coloração. Neutralize a solução com ácido nítrico 5 mol L-1 (aproximadamente 2 mL), ajustando o pH da solução entre 6 e 7. Repita o procedimento de titulação descrito no item anterior para as duas soluções.

***Obs: Não descarte as soluções tituladas na pia. Um frasco para descarte específico destas soluções estará disponível.***

**3.4 – Interpretação dos Resultados**

3.4.1 – Determine o número de cloretos como contra-íons e como ligantes nos dois complexos.