

Exame Prático

Inorgânica-Analítica



Departamento de Química
9 de Setembro 2006



Prova Prática Nº1

Química Inorgânica/Analítica

Identificação de compostos de coordenação com fórmula geral

$K_3[M(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ e determinação da concentração de um deles em solução

Introdução

Quando novos compostos são preparados no Laboratório, há uma regra de ouro que tem de ser sempre seguida. Contudo, Pedro quebrou essa regra e não colocou etiquetas nos frascos onde guardou os compostos que havia sintetizado. Por azar, colocou-os numa prateleira onde estava outro frasco não rotulado que continha $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$.

No dia seguinte, ao saber o que tinha acontecido, o professor do Pedro teve uma ideia para identificar os compostos e resolveu transformá-la num exercício de descoberta para Pedro e para vocês.

Sabemos que os compostos que Pedro sintetizou eram compostos de coordenação de três metais diferentes (alumínio, crómio e ferro) e que a fórmula geral desses compostos é: $K_3[M(ox)_3] \cdot 3H_2O$ ($ox = \text{ânion oxalato} = C_2O_4^{2-}$). Identifique os compostos contidos nos frascos A, B, C e D.

Esta prova prática consta de duas partes, a ser realizada em **2 horas 30 minutos**. Na parte **P1_A** você vai identificar os compostos A, B, C e D. Na parte **P1_B** você vai determinar a concentração de uma solução aquosa de um desses compostos.

O Procedimento Experimental e a *Folha de Respostas* correspondentes à parte P1_B só lhe serão entregues depois que você fizer a parte P1_A e devolver a *Folha de Respostas* preenchida. Aconselha-se que não gaste mais de 30 minutos na parte P1_A.

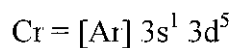
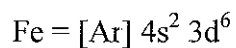
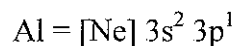
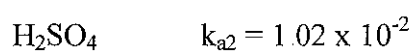
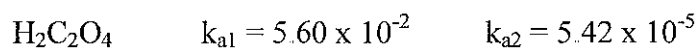
DADOS:**1. Configurações eletrônicas:****2. Constantes de acidez:****3. Lista das cores que podem ser selecionadas para o preenchimento das Tabela 1 e**

Tabela 2, da *Folha de Respostas* – Parte P1_A

- Incolor
- Branco
- Verde claro
- Amarelo acastanhado
- Avermelhado
- Azul esverdeado
- Azul acinzentado

Material para a prova prática de Q. Inorgânica - Q. Analítica

Material	Quantidade por aluno
Tubos Eppendorf	4 com amostras A, B, C e D
Tubos de ensaio	8
Suporte para tubos de ensaio	1
Caneta de acetato	1
Pisseta com água destilada	1
Varetas (bastões) de vidro	2
Pipetas de Pasteur	2
Tetinhas de borracha para a pipeta de Pasteur	1
Proveta de 10 mL	1
Proveta de 25 mL	1
Proveta de 250 mL	1
Placa de aquecimento e agitação	1
Béquer grande (250-600mL)	1
Béquer de 50 mL	1
Béquer de 100 mL	1
Bureta de 25 mL com torneira de Teflon	1
Suporte universal + conector + garra	1
Funil de vidro pequeno	1
Pipeta volumétrica de 25 mL	1
Pera de borracha	1
Erlenmeyer de 250 mL	3
Barra magnética	1
Coador de plástico	1
Termômetro	1

Reagentes

Sólidos: A, B, C e D

Soluções aquosas: Solução X

KSCN 0,5 mol/L

KMnO₄ 0,009968 mol/L

H₂SO₄ 4 mol/L

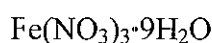
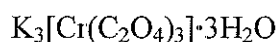
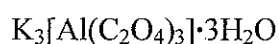
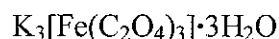
H₂SO₄ 1 mol/L (1 frasco para 2 alunos)

Prova Prática Nº1 - Química Inorgânica/Analítica

Parte P1_A

Identificação de compostos

1. São fornecidos 4 tubos Eppendorf (A, B, C e D) contendo as amostras. O objetivo do seu trabalho é fazer corresponder as letras aos compostos:



- 1.1. Transfira cada um dos compostos (todo o conteúdo de cada tubo Eppendorf) para um tubo de ensaio previamente rotulado com a letra correspondente, e encha-o até o meio com água destilada. Agite com um bastão para dissolver completamente. Registre na **Tabela 1** da *Folha de Respostas* a cor das soluções aquosas obtidas (utilize a lista de cores fornecida).

- 1.2. Divida cada uma das soluções em duas partes: **parte 1** e **parte 2**.

- 1.3. À **parte 1** de cada solução adicione algumas gotas (cerca de 5 ou 6) da solução aquosa de KSCN (fornecida) e agite com um bastão. Registre na **Tabela 1** da *Folha de Respostas* o que observar em cada caso:

i) não houve alteração visível

ii) mudou de cor para (**indicar nova cor**)

- 1.4. À **parte 2** de cada solução adicione 5 mL de H₂SO₄ 4 mol/L, agitando com cuidado e, em seguida, adicione algumas gotas da solução de KSCN. Registre suas observações na **Tabela 2** da *Folha de Respostas* e responda às questões 2, 3 e 4.

Entregue a *Folha de Respostas* P1_A

e receberá a segunda parte desta prova



Prova Prática N°1

Química Inorgânica/Analítica

Nome:	Código do Aluno:
	País:

Folha de Respostas - Parte P1_A

1. Registro de observações (Utilize exclusivamente a lista de cores fornecida na Folha de Dados)

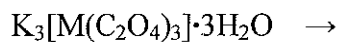
Tabela 1. Soluções aquosas não acidificadas (parte 1 de cada solução)

Composto	Cor inicial da solução	Cor observada após adição de KSCN
A		
B		
C		
D		

Tabela 2. Soluções aquosas acidificadas (parte 2 de cada solução)

Composto	Cor observada após adição de KSCN
A	
B	
C	
D	

2. **Complete e balanceie a equação química geral** que traduz o processo de dissociação dos compostos $K_3[M(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$, quando se dissolvem em água:



(M pode ser Fe, Cr ou Al)

3. **Identifique os compostos**, levando em consideração não apenas o resultado dos testes efetuados, mas também relacionando a cor (ou a sua ausência) das soluções aquosas dos compostos, com a configuração eletrônica dos íons de Fe, Al e Cr.

Quadro de identificação dos compostos

<input type="checkbox"/>	$K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$
<input type="checkbox"/>	$K_3[Al(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$
<input type="checkbox"/>	$K_3[Cr(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$
<input type="checkbox"/>	$Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$

Nota: Antes da fórmula química de cada composto coloque a letra correspondente.

4. Para as soluções dos compostos em que, *após acidificação*, houve uma alteração visível de cor por adição de KSCN (alteração registrada **somente na Tabela 2**) **escreva as equações balanceadas** dos equilíbrios químicos envolvidos que traduzem o **efeito do ácido** e o **efeito do KSCN**.

Efeito do ácido

Efeito do KSCN

Prova Prática N°1 - Química Inorgânica/Analítica

Parte P1_B

Determinação da concentração de uma solução de $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$

Depois de ter identificado cada um dos compostos, Pedro preparou uma solução de $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ dissolvendo uma **massa m** deste composto em água, num balão volumétrico de 2,000 L, porém, esqueceu de registrar a massa que pesou. A solução obtida é a **solução X que lhe foi fornecida** e que você vai usar no procedimento experimental a seguir indicado.

2. Titulação do oxalato existente na solução X com solução padrão de $KMnO_4$

- 2.1. Ligue (quase no máximo) a placa de aquecimento que está em cima da bancada e, por uma questão de segurança, coloque um béquer com água sobre ela (esta água não deverá ser utilizada).
- 2.2. Encha uma bureta de 25,00 mL com a solução padrão de $KMnO_4$ fornecida. Registre na *Folha de Respostas* o valor exato da concentração desta solução, indicado no rótulo do frasco.
- 2.3. Retire 25,00 mL da solução X para um Erlenmeyer de 250 mL e registre na *Folha de Respostas* o material que você escolheu para medir os 25,00 mL.
- 2.4. Adicione 150 mL de H_2SO_4 1 mol/L à solução contida no Erlenmeyer.
- 2.5. Ao adicionar ácido à solução, o ion complexo $[Fe(C_2O_4)_3]^{3-}$ dissocia-se e forma-se $H_2C_2O_4$, que vai ser titulado com permanganato (MnO_4^-). Responda à questão 7 da *Folha de Respostas*.
- 2.6. Adicione 15 mL do permanganato contido na bureta (a uma velocidade de cerca de 0,4 mL/s), com agitação. Você irá observar uma cor rosa na solução.
- 2.7. Deixe em repouso até desaparecer a cor.

2.8. Aqueça, na placa de aquecimento, a solução contida no Erlenmeyer, até a temperatura desta atingir os 70°C (controle a temperatura com o termômetro fornecido).

2.9. Desligue a placa mas mantenha o Erlenmeyer sobre ela.

2.10. Coloque uma barra magnética no Erlenmeyer e ligue a agitação na placa. Finalize a titulação da solução quente, adicionando, gota a gota, a solução de KMnO_4 até o aparecimento de uma cor rosa permanente. Registre, na **Tabela 3** da *Folha de Respostas*, as leituras da bureta e o volume de titulante gasto.

Recomendação: Na fase final da titulação aguarde desaparecer completamente a cor rosa, antes de adicionar uma nova gota do titulante.

2.11. Volte a ligar a placa de aquecimento.

2.12. Repita a titulação (passos 2.2 a 2.11) pelo menos mais duas vezes; mas, como você já sabe quanto espera gastar de titulante (passo 2.6.) adicione 90-95% do volume de solução de KMnO_4 que gastou no 1º ensaio e depois prossiga com os passos 2.7 a 2.11. Se estes ensaios não forem concordantes, repita mais uma vez a titulação.

2.13. Responda às questões 9 e 10 da *Folha de Respostas*



Prova Prática N°1

Química Inorgânica/Analítica

Nome:	Código do Aluno:
	País:

Folha de Respostas - Parte P1_B

5. **Concentração** da solução de KMnO_4 usada como titulante:mol/L
6. **Material** usado para medir 25,00 mL de solução X, no ponto 2.3 do procedimento experimental
7. Escreva a **equação química ajustada** que traduz a reação redox entre o $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ e o MnO_4^- , sabendo que o CO_2 e o Mn^{2+} são produtos da reação. Além da equação global, escreva as **equações das semi-reações** de oxidação e de redução e **identifique-as**.

--

8. Tabela 3 - Leituras da bureta e dos volumes de solução aquosa de KMnO_4 gastos nos ensaios de titulação (Nota: registre os volumes tendo em conta a precisão da bureta)

	Volume inicial (mL)	Volume final (mL)	Volume gasto (mL)
Ensaio 1			
Ensaio 2			
Ensaio 3			

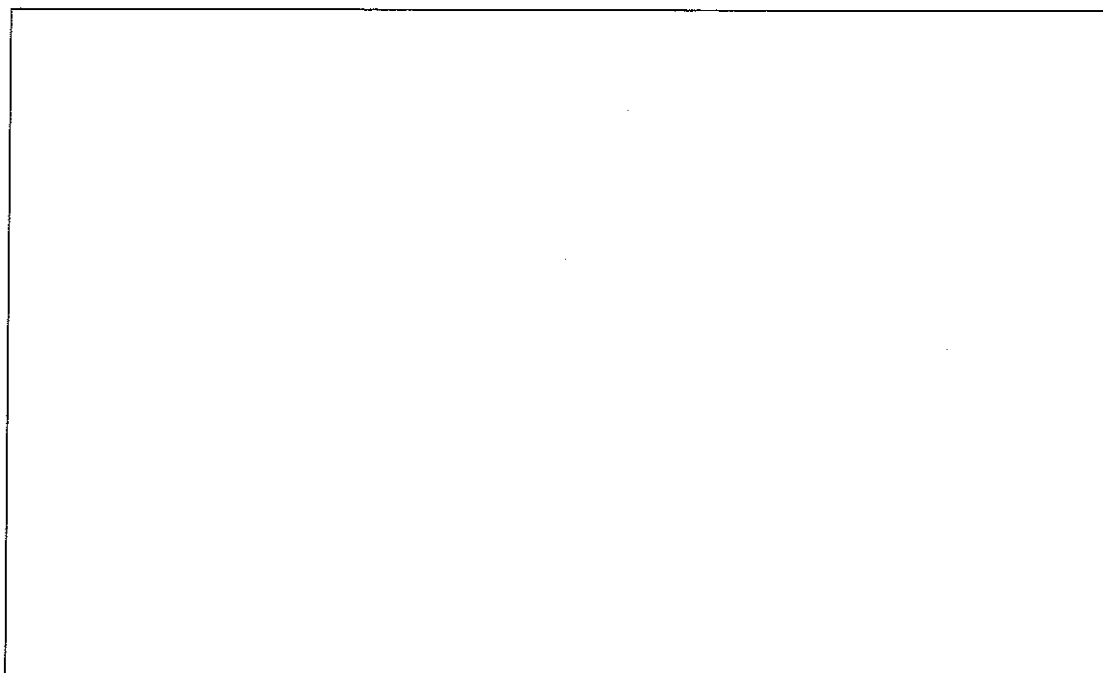
Volume de solução de KMnO_4 que irá usar no cálculo da concentração de oxalato na solução X

mL

9. Calcule a concentração de oxalato na solução X e apresente de forma clara esses cálculos no quadro que se segue utilizando o número devido de algarismos significativos:

Concentração de $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ na solução X = mol/L

10. Admitindo que o composto está puro, calcule a **massa m** de composto que Pedro dissolveu no balão de 2,000 L e **apresente os cálculos** de forma clara.



Massa m = g