

# Exame Prático

Inorgânica-Analítica



Departamento de Química  
9 de Setembro 2006



**Prova Prática N°1**

**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**

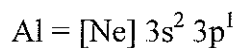
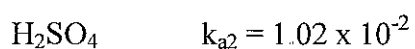
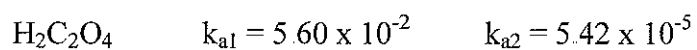
Quando se preparam novos compostos no Laboratório, há uma regra de ouro que tem de ser sempre seguida. Contudo, o Pedro quebrou essa regra e não colocou etiquetas nos frascos onde guardou os compostos que tinha estado a sintetizar. Por azar, colocou-os numa prateleira onde estava outro frasco não rotulado 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 o Pedro e para vocês.

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

Esta prova prática consta de duas partes, a realizar em **2 horas 30 minutos**. Na parte **P1<sub>A</sub>** vais identificar os compostos A, B, C e D. Na parte **P1<sub>B</sub>** vais determinar a concentração de uma solução aquosa de um desses compostos.

**O Procedimento Experimental e a *Folha de Respostas* correspondentes à parte P1<sub>B</sub> só te serão entregues depois de fazeres a parte P1<sub>A</sub> e devolveres a *Folha de Respostas* preenchida. Aconselha-se a que não gastes mais de 30 minutos na parte P1<sub>A</sub>.**

**DADOS:****1. Configurações electrónicas:****2. Constantes de acidez:****3. Lista das cores que podem ser seleccionadas para o preenchimento das Tabela 1 e Tabela 2, da *Folha de Respostas – Parte P1A***

- 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
Esguicho com água destilada	1
Varetas de vidro	2
Pipetas de Pasteur	2
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
Copo/gobelé grande (250-600mL)	1
Copo/gobelé de 50 mL	1
Copo/gobelé de 100 mL	1
Bureta de 25 mL com torneira de Teflon	1
Suporte universal + noz + garra	1
Funil de vidro pequeno	1
Pipeta volumétrica de 25 mL	1
Pompette	1
Balões de Erlenmeyer/matraz de 250 mL	3
Barra magnética	1
Coador de plástico	1
Termómetro	1

## Reagentes

**Sólidos:** A, B, C e D

**Soluções aquosas:** Solução X

KSCN 0,5 mol/L

KMnO<sub>4</sub> 0,009968 mol/L

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 4 mol/L

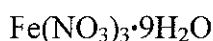
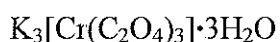
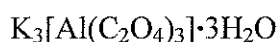
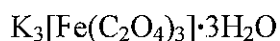
H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 mol/L (1 frasco para 2 alunos)

## Prova Prática Nº1 - Química Inorgânica/Analítica

### Parte P1<sub>A</sub>

#### Identificação de compostos

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



- 1.1 Transfere cada um dos compostos (todo o conteúdo de cada tubo Eppendorf) para um tubo de ensaio previamente rotulado com a letra correspondente, e enche-o até meio com água destilada. Agita com uma vareta para dissolver completamente. Regista na **Tabela 1** da *Folha de Respostas* a cor das soluções aquosas obtidas (utiliza a lista de cores fornecida).

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

- 1.3. À **parte 1** de cada solução adiciona algumas gotas (cerca de 5 ou 6) de solução aquosa de KSCN (fornecida) e agita com uma vareta. Regista na **Tabela 1** da *Folha de Respostas* o que observaste em cada caso:

i) não houve alteração visível

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

- 1.4. À **parte 2** de cada solução adiciona 5 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 4 mol/L, agitando com cuidado e, em seguida, adiciona algumas gotas da solução de KSCN. Regista o que observaste na **Tabela 2** da *Folha de Respostas* e responde às questões 2, 3 e 4.

**Entrega a *Folha de Respostas* P1<sub>A</sub>**

**e receberás a segunda parte desta prova**



**Prova Prática N°1**

**Química Inorgânica/Analítica**

Nome:	Código do Aluno:
	País:

*Folha de Respostas - Parte P1<sub>A</sub>*

1. Registo de observações (Utiliza 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	



# Prova Prática N°1 - Química Inorgânica/Analítica

## Parte P1<sub>B</sub>

### 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, o 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 e fez asneira, mais uma vez, esquecendo-se de registar a massa que pesou. A solução obtida é a solução X que te foi fornecida e que vais usar no procedimento experimental a seguir indicado.

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

- 2.1. Liga a placa de aquecimento (quase no máximo) que tens em cima da bancada e, por uma questão de segurança, coloca sobre ela um copo/gobelé com água (esta água não deverá ser utilizada).
- 2.2. Enche uma bureta de 25,00 mL com a solução padrão de  $KMnO_4$  que te é fornecida. Regista na *Folha de Respostas* o valor exacto da concentração desta solução, indicado no rótulo do frasco.
- 2.3. Retira 25,00 mL da solução X para um balão de Erlenmeyer de 250 mL e regista na *Folha de Respostas* o material que escolheste para medir os 25,00 mL.
- 2.4. Adiciona 150 mL de  $H_2SO_4$  1 mol/L à solução contida no balão de Erlenmeyer.
- 2.5. Ao adicionar ácido à solução, o ião complexo  $[Fe(C_2O_4)_3]^{3-}$  dissocia-se e forma-se  $H_2C_2O_4$ , que vai ser titulado com permanganato ( $MnO_4^-$ ). Responde à questão 7 da *Folha de Respostas*.
- 2.6. Adiciona 15 mL do permanganato contido na bureta (a uma velocidade de cerca de 0,4 mL/s), com agitação. Observarás uma cor rosa na solução.
- 2.7. Deixa repousar até desaparecer essa cor.



2.8. Aquece, na placa de aquecimento, o balão de Erlenmeyer/matraz que contém a solução, até a temperatura desta atingir os 70°C (controla a temperatura com o termómetro fornecido).

2.9. Desliga a placa mas mantém o balão de Erlenmeyer/matraz sobre ela.

2.10. Coloca uma barra magnética no balão de Erlenmeyer e liga a agitação na placa. Conclui a titulação da solução quente, adicionando, gota a gota, a solução de  $\text{KMnO}_4$  até ao aparecimento de uma cor rosa permanente. Regista as leituras da bureta e o volume de titulante gasto, na **Tabela 3** da *Folha de Respostas*.

**Recomendação:** Na fase final da titulação deves esperar que a cor rosa desapareça completamente, antes de adicionares a gota seguinte de titulante.

2.11. Volta a ligar a placa de aquecimento.

2.12. Repete a titulação (passos 2.2 a 2.11) pelo menos mais duas vezes, mas como já sabes quanto esperas gastar de titulante, no passo 2.6. adiciona 90-95% do volume de solução de  $\text{KMnO}_4$  que gastaste no 1º ensaio e depois prossegue com os passos 2.7 a 2.11. Se estes ensaios não forem concordantes, repete mais uma vez a titulação.

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



Olimpíada  
Iberoamericana  
de Química

Setembro 2006  
Aveiro, Portugal

Prova Prática N°1

Química Inorgânica/Analítica

Nome:	Código do Aluno:
	País:

*Folha de Respostas - Parte P1<sub>B</sub>*

5. **Concentração** da solução de  $\text{KMnO}_4$  usada como titulante: ..... mol/L
6. **Material** usado para medir 25,00 mL de solução X, no ponto 2.3 do procedimento experimental .....
7. Escreve a **equação química acertada** que traduz a reacção redox entre o  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  e o  $\text{MnO}_4^-$ , sabendo que o  $\text{CO}_2$  e o  $\text{Mn}^{2+}$  são produtos da reacção. Além da equação global, escreve as **equações das semi-reacções** de oxidação e de redução e **identifica-as**.

--

**8. Tabela 3 - Leituras da bureta e dos volumes de solução aquosa de  $\text{KMnO}_4$  gastos nos ensaios de titulação (Nota: regista os volumes tendo em conta a precisão da bureta)**

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

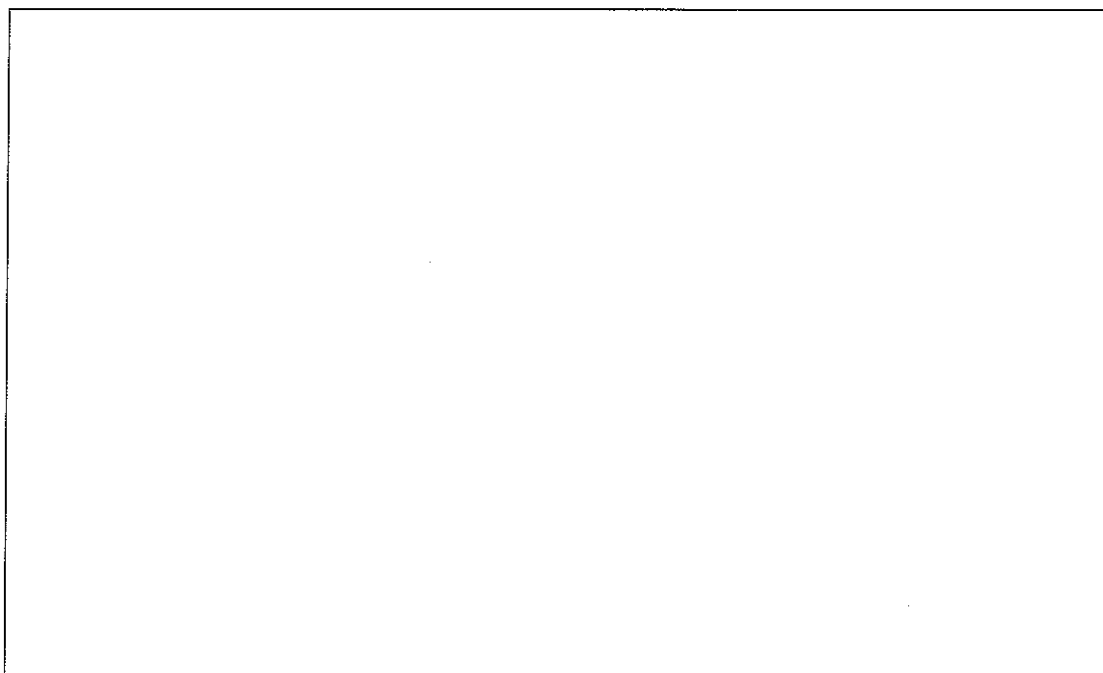
**Volume** de solução de  $\text{KMnO}_4$  que usarás no cálculo da concentração de oxalato na solução X

mL
----

**9. Calcula a concentração de oxalato na solução X e apresenta 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, calcula a **massa  $m$**  de composto que o Pedro dissolveu no balão de 2,000 L e **apresenta os cálculos** de forma clara.



**Massa  $m$**  = ..... g