

NHT – 4052-15 - Química de Coordenação

Experimento: Preparação de alguns compostos de coordenação

Objetivos

Preparar alguns compostos de íons metálicos com ligantes polidentados, que apresentem algum interesse do ponto de vista sintético, estrutural ou de aplicação. Ilustrar alguns métodos de preparação desses compostos.

Procedimentos

a. Síntese do *tris*-oxalato ferrato de potássio triidratado - $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$

Todo o procedimento deverá ser realizado ao abrigo da luz direta. Dissolva 12,2g de oxalato de potássio mono-hidratado (0,08 mol) no menor volume de água destilada (10 a 20 mL), a 55°C. A essa solução adicione, sob agitação vigorosa, uma solução de 6,0 g de cloreto férrico hexa-hidratado (0,022 mol) dissolvidos em 2 mL de água destilada. Verifica-se a precipitação imediata de um sólido esverdeado finamente dividido. Agite a mistura, usando agitador magnético, por 30 minutos a 45°C. Deixe depois a solução esfriar lentamente, coloque em banho de gelo e água para cristalização. Filtre a pressão reduzida, em funil de placa porosa. Lave os cristais obtidos com aproximadamente 3mL de água destilada gelada, e em seguida coloque em dessecador, contendo cloreto de cálcio anidro.

O composto poderá ser purificado por recristalização (1 vez), a partir do menor volume de água, a 65 °C. Antes da cada etapa de recristalização pese e calcule o rendimento final. Mantenha sempre o produto ao abrigo da luz.

Ref.: C.G. Hatchard, C.A. Park, Proc. Royal Soc., Sec. A, 1958, 235, pg. 518.

Pergunte para seu professor qual das sínteses a seguir seu grupo deverá fazer

b. Síntese do *tris*-(oxalato)cromato(III) de potássio tri-hidratado- $K_3[Cr(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$

Adicione lentamente à 50 mL da solução preparada com 1,5 g de oxalato de potássio mono-hidratado e 3,5 g de ácido oxálico di-hidratado em água destilada; 1,25 g de dicromato de potássio, sob agitação contínua. Quando cessar o desprendimento de gás, evapore a solução até quase a secura, inicialmente em bico de Bunsen ou chapa de aquecimento e mais no final em banho-maria, e espere a cristalização do produto. Filtre o precipitado obtido em filtro de placa porosa (macerando-o primeiro), lave com acetona e seque na estufa. Guarde em dessecador.

Ref.: E. Bushra e C.H. Johnson; J. Chem. Soc., 1939, 1937.

c. Síntese do tetratiocianatocobaltato(II) de mercúrio(II) - $Hg[Co(SCN)_4]$

A uma solução de 3,4 g de cloreto de mercúrio(II) em 40 mL de água e em ebulição, adiciona-se cuidadosamente, sob agitação, uma solução em ebulição de 3,7 g de nitrato de cobalto(II) hexa-hidratado e 3,8 g de NH_4SCN em 6 mL de água. A mistura é levada à ebulição e

agitada vigorosamente por 2 minutos. Esperar esfriar e filtrar em filtro de placa porosa. Lavar com água os cristais azuis obtidos por decantação e secá-los em estufa.

Ref.: B.N Figgis e R.S. Nyholm; J. Chem. Soc., 1958, 4190.

d. Síntese do tiosulfato de *tris*-(etilenodiamina)níquel(II) - $[\text{Ni}(\text{en})_3]\text{S}_2\text{O}_3$

Prepare em um béquer de 250 mL uma solução contendo 2,5 g de nitrato de níquel hexa-hidratado em 50 mL de água destilada e adicione, na capela, 2 mL de etilenodiamina. Aqueça à ebulição (vigorosa) e adicione uma solução contendo 2,0 g de tiosulfato de sódio penta-hidratado em 20 mL de água, que também deve estar em ebulição. Mantenha a solução final em ebulição e agitação por um minuto, e posteriormente com agitação vigorosa à medida que se resfria em banho de água. Filtre a mistura em filtro de placa porosa e lave os cristais violetas obtidos com água fria e depois com etanol. Seque-os em estufa por 30 minutos. Guarde-os em dessecador.

Ref.: N.F. Curtis; J. Chem. Soc., 1961,3147.

Bibliografia

1. Livros indicados para a disciplina

Orientações para atividades pós laboratório:

O grupo deverá entregar um Relatório simplificado que consiste em mostrar as observações/resultados obtidos pelo grupo no laboratório e responder as seguintes questões.

1. Foi possível verificar a coordenação do ligante ao metal nas sínteses realizadas? Explique.
2. Equacione todas as reações que ocorreram durante as sínteses.
3. Calcule (mostre os cálculos) o rendimento do produto obtido de cada síntese realizada (pergunte para os outros grupos a respeito das sínteses que vocês não realizaram). Comente e explique os rendimentos obtidos nas sínteses que seu grupo realizou.
4. Desenhe as estruturas dos compostos de cada síntese do roteiro.