



Final

5 de Maio de 2012

Prova Prática

Nome:

Escola:



	Total
Classificação prática	

Síntese de um complexo de ferro(III) com oxalato e determinação da sua estrutura tridimensional, a partir da análise da sua composição quantitativa

1. Introdução

O ferro é um dos mais “importantes” metais de transição, quer pela sua utilização a nível industrial (produção de aço, por exemplo), quer pelo seu papel biológico (é, também por exemplo, o centro metálico da metalo-proteína hemoglobina, estando, por isso, associado ao transporte do oxigénio nos mamíferos).

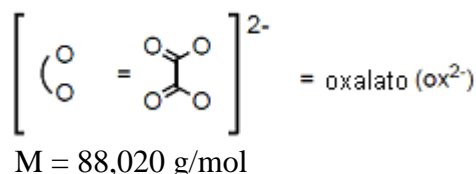
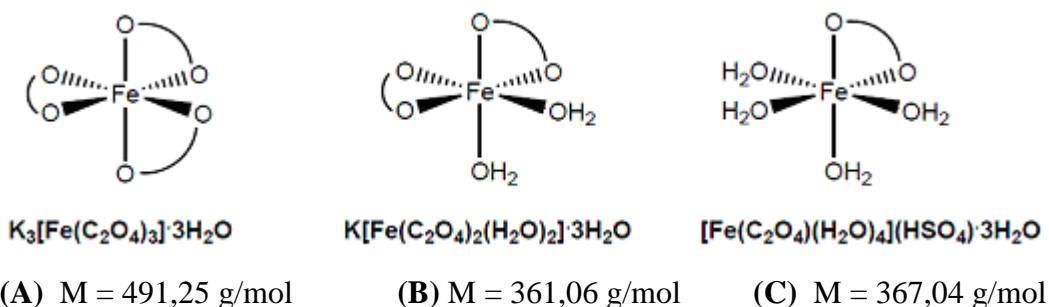
Os estados de oxidação mais comuns do ferro são o Fe^{2+} e o Fe^{3+} . A sua capacidade para mudar facilmente de estado de oxidação (entre Fe^{2+} e Fe^{3+}) torna-o fundamental nos processos biológicos de oxidação-redução. Em qualquer destes estados de oxidação o ferro pode estabelecer ligações químicas, em geral 6, com diversos tipos de átomos, tais como átomos de N de grupos amina (grupos NH_2 de aminoácidos), átomos de O (de moléculas de H_2O ou de OH^- , ou de grupos carboxilato), ou ainda com outras moléculas ou aniões semelhantes.

Na actividade experimental que irão realizar, vão preparar um composto de ferro(III), ao qual se irá(ião) ligar grupo(s) oxalato (ox^{2-}). Este composto de ferro(III)-oxalato é particularmente interessante pois é “foto-sensível”, isto é, sofre transformações se exposto à luz solar (radiação das regiões visível e ultra-violeta do espectro electromagnético). Esta propriedade permite-lhe que seja utilizado em “actinometria”, isto é, na medição do número de fotões que incidem numa dada substância.

2. Princípio do método

A síntese deste composto irá ser feita em dois passos: (**1º passo**) - preparação de um primeiro composto de ferro(II) (o chamado precursor) por reação de um sal de ferro(II) com o anião oxalato, que a seguir (**2º passo**) será “transformado”, por oxidação na presença de um excesso de oxalato, no composto final de ferro(III) com oxalato.

Desta síntese podem obter-se três compostos possíveis, como se indica na figura a seguir:



O nº de grupos (ou ligandos) oxalato constituintes do composto de ferro(III) que sintetizarem nesta actividade experimental vai ser determinado por titulação com solução de permanganato de potássio (KMnO_4). Desta forma vão poder identificar qual das três estruturas acima indicadas corresponde ao “vosso” composto.

3. Material e reagentes

Reagentes

- Sulfato de ferro(II) e amónio, hexahidratado (sólido), $(\text{NH}_4)_2[\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- $\text{H}_2\text{SO}_4(\text{aq})$ 6 mol L^{-1}
- Ácido oxálico 1 mol L^{-1} ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$): solução aquosa
- Oxalato de potássio 2 mol L^{-1} , $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$: em solução aquosa
- Peróxido de hidrogénio, H_2O_2 (10 volumes): solução aquosa
- Etanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$
- Água destilada

Material e equipamento

- Placa de aquecimento com agitação e barra magnética - 1
- Espátula - 1
- Copos de 50 mL - 3
- Vidros de relógio - 2
- Vareta - 1
- Pipetas de Pasteur e tetinas - 3
- Proveta (5-10) mL - 2
- Copo de 250 mL ou tina (para banho de água; banho de gelo; “Restos”) - 3
- Termómetro - 1 (até 150 °C)
- Funil pequeno (para filtrar por gravidade) - 1
- Kitasato - 1
- Funil de Büchner, placa porosa de filtração e adaptador de borracha (filtração a vácuo) - 1
- Papel de filtro - 4
- Etiquetas - 4

4. Segurança

- **Cuidados a ter na manipulação experimental:**

Usar bata, óculos de protecção e luvas.

Cuidado não se queime na placa de aquecimento; **Use papel higiénico** para pegar nos recipientes quentes

Cuidado: A solução de H_2SO_4 6 mol L^{-1} que vai usar tem 1/3 da concentração do ácido concentrado. É portanto bastante concentrada e pode causar queimaduras.

Se cair alguma solução nas luvas, vá lavá-las. Nunca passe as luvas não lavadas pela cara (por exemplo para afastar o cabelo).

- **Riscos para a Saúde:**

Reagente	Riscos
Sulfato de ferro(II) e amónio, hexahidratado (sólido), $(\text{NH}_4)_2[\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	R36/37/38 Irritante para os olhos, sistema respiratório e pele
Ácido oxálico sólido, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$	R21/22 Perigoso em contacto com a pele ou por ingestão
Oxalato de potássio sólido, $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$	R21/22 Perigoso em contacto com a pele ou por ingestão
H_2SO_4 concentrado (95-99%)	R35 Provoca queimaduras graves

5. Método experimental

PARTE A – SÍNTESE DO COMPLEXO

1º Passo

- a) Adicione 6 gotas de H_2SO_4 6 molL^{-1} a cerca de 3 mL de água no copo de 50 mL que tem em cima da sua bancada. Pese, entretanto, 1,0 g de sulfato ferroso amoniacal, hexahidratado, $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, e dissolva-o na solução ácida anterior.
- b) Introduza uma barra magnética dentro do copo e coloque-o numa placa de aquecimento e agitação. Agitando contínua e vigorosamente, adicione à solução anterior 5,0 mL de solução aquosa de ácido oxálico 1 molL^{-1} ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$). Aqueça a solução resultante muito lentamente, mas sempre com agitação, até à ebulição. Retire o copo da placa de agitação (CUIDADO – está quente!) e deixe depositar o precipitado formado (amarelo).
- c) Entretanto ponha 10-20 mL de água a aquecer até 80°C dentro de outro copo de 50 mL.
- d) Separe o sólido amarelo formado na etapa b) retirando o líquido sobrenadante com uma pipeta de Pasteur para um copo, etiquetado de “Restos”, para no final da experiência ser despejado no “Bidão de Restos”. Não perturbe o sólido depositado no fundo.
- e) Lave o sólido amarelo com cerca de 3 mL de água quente (entretanto aquecida a 80°C) agitando a mistura. Deixe novamente depositar o sólido, devagar e, com a ajuda de uma pipeta de Pasteur, retire novamente o líquido sobrenadante para o copo de “Restos”. Repita a lavagem mais uma vez.

2º Passo

- f) Ao sólido amarelo lavado, oxalato ferroso, adicione cerca de 2 mL de solução aquosa de $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 2 molL^{-1} .
- g) Aqueça a mistura num banho de água, mantendo a temperatura a cerca de 40°C e, com agitação contínua, adicione-lhe, gota a gota, 4 mL de H_2O_2 a 10 volumes. Lentamente, adicione-lhe mais 1,5 mL de solução aquosa de ácido oxálico 1 molL^{-1} ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$). Aumente a temperatura para próximo da ebulição. Deixe ferver 1 minuto. Para garantir que não ocorre evaporação da solução, coloque um vidro de relógio sobre o copo. A solução deverá ficar verde-alface.
- h) Retire o copo da placa de aquecimento (use papel para agarrar no copo, pois este está muito QUENTE).
- i) Se já não existir sólido no copo, passe esta etapa à frente. Se ainda existir algum sólido no copo, remova-o, filtrando a solução quente para um novo copo, usando um funil cónico com papel de filtro.
- h) Deixe arrefecer a solução verde-alface no copo. Quando já não estiver muito quente, de forma a poder pegar-lhe, use um banho de gelo para acelerar o arrefecimento.
- i) Adicione lentamente 8 mL de etanol agitando sempre o copo.
- j) Filtre o novo sólido obtido a vácuo (use um Kitasato e um funil de Büchner ligados a uma trompa de água).
- k) Se necessário, use um pouco de etanol para arrastar todo o sólido do copo.
- l) Mantenha a sucção durante algum tempo para secar o precipitado no papel de filtro o mais possível.
- m) Seque os cristais entre 2 folhas de papel de filtro (ou ao ar, se tiver tempo para tal).
- l) Transfira o sólido para um vidro de relógio PRÉ-PESADO e determine a massa do oxalato de ferro(III) cristalino obtido.

PARTE B – ANÁLISE DO COMPLEXO

Dado o tempo reduzido de que dispõe para fazer o trabalho este passo foi feito por um técnico de laboratório que, após sintetizar e secar o composto segundo o procedimento indicado nos passos 1 e 2, procedeu do seguinte modo:

- a) pesou rigorosamente **0,1754 g** do composto para um erlenmeyer de 25 mL
- b) adicionou ao sólido pesado 20 mL de água destilada e 5 mL de H_2SO_4 6 molL^{-1} e aqueceu a solução obtida num banho de água a aproximadamente 80°C .
- c) Titulou a solução quente com uma solução de KMnO_4 $0,0200 \text{ molL}^{-1}$ e gastou **21,40 mL** até ao aparecimento de uma cor levemente rosa no erlenmeyer (ponto de equivalência).

FOLHA DE RESULTADOS

Nome: _____

Escola: _____

1. **Registe a massa do composto de partida**, $(\text{NH}_4)_2[\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

m = _____

2. **Registe a massa do composto sintetizado, obtida no final**

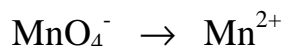
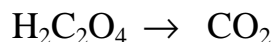
m = _____

NOTA: caso não tenha conseguido obter o seu composto de ferro na forma sólida (isto é, o composto ficou em solução) assuma que a massa que obteve foi 0,900 g

3. **Determinação da estrutura do complexo obtido**

3.1. **Reação de titulação**

Escreva as equações químicas que traduzem as semi-reações de oxidação e de redução, e a reação global, acertada, que traduz a reação de titulação do $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ (que está na forma de $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, devido ao meio muito ácido) com MnO_4^- , em meio ácido, descrita na Parte B do procedimento experimental.



3.2. **Determinação da percentagem de oxalato no composto sintetizado**

A partir dos dados da titulação descrita na Parte B do procedimento, calcule a percentagem de oxalato no composto sintetizado (consulte os dados da secção 2 do enunciado, “Princípio do Método”).

3.3. Identificação do composto sintetizado: A, B, ou C?

Identifique qual dos compostos A, B ou C (Figura, página 4), corresponde ao composto que sintetizou. Assinale com uma cruz (X) a resposta certa:

____ **A** ____ **B** ____ **C**

No espaço a seguir, apresente os cálculos necessários para justificar esta resposta. Esta resposta **não será cotada sem justificação**. Se não conseguir identificar o composto, coloque um **X** num deles e considere esse para a resolução do ponto 4 (Determinação do rendimento da síntese).

4. Determinação do rendimento da síntese efectuada

Calcule o rendimento da síntese efectuada. $(\text{NH}_4)_2[\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: $M=392,14 \text{ g/mol}$