

## Aula 1 - Síntese do OxalatoCromato(III) de Potássio.

**OBJETIVO:** Preparar complexos cujas propriedades possam ilustrar aspectos importantes da química de coordenação. Executar métodos usuais de preparação e purificação desses compostos.

**Fundamentação teórica:** Grande parte das reações químicas realizadas em laboratórios necessita de uma etapa posterior para a separação e purificação adequadas do produto sintetizado. A purificação de compostos cristalinos impuros é geralmente feita por cristalização a partir de um solvente ou de misturas de solventes. Esta técnica é conhecida por recristalização, e baseia-se na diferença de solubilidade que pode existir entre um composto cristalino e as impurezas presentes no produto da reação.

Um solvente apropriado para a recristalização de uma determinada substância deve preencher os seguintes requisitos:

- a) Deve proporcionar uma fácil dissolução da substância a altas temperaturas;
- b) Deve proporcionar pouca solubilidade da substância a baixas temperaturas;
- c) Deve ser quimicamente inerte (ou seja, não deve reagir com a substância);
- d) Deve possuir um ponto de ebulição relativamente baixo (para que possa ser facilmente removido da substância recristalizada);
- e) Deve solubilizar mais facilmente as impurezas que a substância.

O resfriamento, durante o processo de recristalização, deve ser feito lentamente para que se permita a disposição das moléculas em retículos cristalinos, com formação de cristais grandes e puros. Caso se descubra que a substância é muito solúvel em um dado solvente para permitir uma recristalização satisfatória, mas é insolúvel em outro, combinações de solventes podem ser empregadas. Os pares de solventes devem ser completamente miscíveis (exemplos: metanol e água; etanol e clorofórmio; clorofórmio e hexano, etc.)

**Materiais:** Espátula, pinça, 6 tubos de ensaio, suporte para tubos, 2 béqueres 100 mL, béquer de 250 mL, 2 pipetas graduadas de 10 mL, pêra de sucção, funil de Buchner, kitassato, papel filtro, banho de gelo, vidro de relógio, bomba a vácuo, agitador magnético, barra de agitação, bastão de vidro, suporte universal, funil de vidro, .

**Reagentes:** Cloreto de Cromo(III) hexahidratado, hidróxido de Sódio  $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ , ácido oxálico, dicromato de potássio pa., oxalato de potássio, Etanol gelado, água destilada.

### PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL:

#### Preparação do trioxalocromato(III) de potássio – $\{K_3[Cr(C_2O_4)_3]\} \cdot 3H_2O$

Adicione 1,12 g de ácido oxálico, a 5,0 ml de água na temperatura de cerca de 70 °C. Agite bem até dissolver e adicione então, em pequenas porções, 0,38 g de dicromato de potássio. Se o dicromato estiver impuro, dissolva-o antes num mínimo de água quente e filtre a quente. Junte então o filtrado à solução da reação. Ao adicionar o dicromato ocorre forte efervescência. Após a reação (efervescência) ter se processado, ferva a solução resultante por

10 min. Adicione então, 0,45 g de oxalato de potássio. Deixe até que este se dissolva e depois esfrie a mistura à temperatura ambiente. Adicione depois 2 ml de etanol e continue o resfriamento em banho de gelo. Cristais azuis esverdeados se separarão da solução bem escura. Um pequeno volume adicional de álcool pode ser adicionado se houver dificuldade em iniciar a cristalização. Após 15 min, em banho de gelo, filtre os cristais em funil de Büchner e lave com pequeno volume da mistura água-etanol (1:1) e finalmente com etanol puro e gelado. Faça a equação da reação e calcule o rendimento.

• **Propriedades:**

- 1) Ferva uma pequena quantidade do produto obtido com solução de NaOH 0,1 mol/l. Identifique a solução e o sólido formado.
- 2) Em um béquer dissolva uma pequena porção de  $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  e adicione gota a gota NaOH 0,1 mol/l até a precipitação. Compare com o resultado obtido no item anterior. Os cristais do composto, quando bem formados, apresentam-se como prismas azuis monoclônicos e são fortemente dicróicos - sua solução aquosa parece azul esverdeada à luz solar difusa, mas se apresenta vermelho sob luz artificial.