

## Trabalho Prático nº 1

### Introdução à oxidação-redução e pilhas electroquímicas

#### 1. Introdução

##### 1.1. Reacções redox

Num processo electroquímico ocorre a transferência de um electrão de uma substância para outra, daí ser chamada uma reacção redox, uma vez que o electrão perdido na oxidação de um elemento está associado ao ganho de um electrão na redução de outro elemento.

Assim, a oxidação e a redução ocorrem simultaneamente, não podendo haver uma sem a outra. No entanto, podemos pensar num processo redox como sendo constituído por duas reacções separadas, designadas semi-reacções ou reacções parciais, uma representando a reacção de oxidação e a outra a de redução.

##### 1.2. Pilhas electroquímicas

Normalmente, uma reacção redox ocorre quando o agente oxidante está em contacto com o agente redutor: há transferência directa dos electrões do agente redutor para o oxidante. No entanto, se separarmos fisicamente o agente redutor do oxidante e estabelecermos uma ligação externa condutora, então haverá passagem de electrões, ou seja, passagem de corrente: a este dispositivo dá-se o nome de pilha electroquímica ou célula galvânica.

Uma pilha electroquímica é constituída por dois eléctrodos: o eléctrodo onde ocorre a oxidação chama-se ânodo, ao passo que o eléctrodo onde ocorre a redução é o cátodo. À diferença de potencial entre os dois eléctrodos dá-se o nome de força electromotriz e é expressa em volt (V), e é devida às reacções de oxidação e de redução, designadas por reacções de meia-pilha. Uma reacção redox espontânea resulta numa pilha com uma diferença de potencial positiva. Para permitir a passagem de corrente eléctrica é necessário fechar o circuito, o que é feito colocando uma ponte salina a ligar as duas células, em que esta é geralmente uma solução concentrada de um electrólito forte, o que permite o fluxo de iões de e para o interior das soluções.

É impossível medir o potencial absoluto de um eléctrodo, mas sim medir diferenças de potencial entre eléctrodos. Assim, é necessário um eléctrodo padrão, a partir do qual se determina o potencial de todos os outros. Esse eléctrodo é o eléctrodo padrão de hidrogénio, que consiste numa barra de platina mergulhada numa solução 1 M em hidrogénio, onde é borbulhado hidrogénio gasoso a 1 atm. Por convenção, o potencial de redução padrão para a reacção de redução do hidrogénio a 25°C é zero.

Assim, pode-se estabelecer uma série de potenciais de redução padrão que medem a maior ou menor tendência de uma dada espécie para aceitar electrões. Esta série é designada série electroquímica. Na tabela I encontram-se os potenciais de redução padrão a 25°C. As condições padrão são a concentração 1 M das espécies em solução e a pressão de 1 atm para as espécies gasosas. Quanto mais positivo o valor de  $E^\circ$  maior a tendência da espécie para sofrer redução, e logo maior o poder oxidante. Quanto mais negativo, maior a tendência para sofrer oxidação. Testando diferentes pares de metais/solução, podemos estabelecer uma série electroquímica dos metais.

## 2. Procedimento experimental

### 2.1. Reacções redox

- 2.1.1. Prepare pequenas placas de zinco, cobre e chumbo, limpando-as com uma lixa.
- 2.1.2. Prepare 100 ml das seguintes soluções:
  - a) nitrato de chumbo 0.1 M,  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
  - b) nitrato de cobre 0.1 M,  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$
  - c) nitrato de zinco 0.1 M,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$
  - d) nitrato de prata 0.1 M,  $\text{AgNO}_3$ .
- 2.1.3. Coloque uma pequena porção da solução a) em três gobelets, e mergulhe em cada um deles uma placa de zinco, de chumbo e de cobre.
- 2.1.4. Observe se há ou não reacção em cada caso, referindo o aspecto do metal e da solução.
- 2.1.5. Repita a operação para as restantes soluções, tendo o cuidado de limpar e lixar as placas metálicas antes de as mergulhar nas soluções.

### 2.2. Pilhas electroquímicas

- 2.2.1. Coloque a solução de nitrato de cobre 0.1 M num gobelet de 100 ml, e mergulhe na solução uma lâmina de cobre previamente limpa. Ligue o eléctrodo de cobre ao terminal positivo de um voltímetro.
- 2.2.2. Coloque a solução de nitrato de zinco 0.1 M num copo semelhante e introduza a barra de zinco. Ligue este eléctrodo ao terminal negativo do voltímetro.
- 2.2.3. Estabeleça o contacto entre as duas soluções, com uma ponte salina, e faça a leitura de voltagem, registando-a.
- 2.2.4. Repita o procedimento com a solução de nitrato de chumbo 0.1M.
- 2.2.5. Terminado o trabalho, lavar e arrumar todo o material de laboratório e guardar as soluções em frasco de vidro para posterior utilização.

## 3. Bibliografia

- 3.1. M. L. S. S. Gonçalves, *Métodos Instrumentais para Análise de Soluções – Análise Quantitativa*, 4ª Edição, Fundação Calouste Gulbenkian, 2001
- 3.2. R. Chang, *Química*, 5ª Edição, McGraw-Hill, Lisboa, 1995
- 3.3. A. M. O. Brett e C. A. M. A. Brett, *Electroquímica: Princípios, Métodos e Aplicações*, Almedina, 1996

**Ficha nº 1:** Introdução à oxidação-redução e pilhas electroquímicas

Turma: ..... Grupo: ..... Data: ...../ ...../ .....

**4. Cálculos prévios**

*4.1. Solução de  $Pb(NO_3)_2$*

Concentração: 0.1 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Pb(NO_3)_2$ : .....

Massa de  $Pb(NO_3)_2$  : a pesar .....                      pesada: .....

*4.2. Solução de  $Cu(NO_3)_2$*

Concentração: 0.1 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Cu(NO_3)_2$ : .....

Massa de  $Cu(NO_3)_2$ : a pesar .....                      pesada: .....

*4.3. Solução de  $Zn(NO_3)_2$*

Concentração: 0.1 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Zn(NO_3)_2$ : .....

Massa de  $Zn(NO_3)_2$  : a pesar .....                      pesada: .....

*4.4. Solução de  $AgNO_3$*

Concentração: 0.1 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $AgNO_3$ : .....

Massa de  $AgNO_3$  : a pesar .....                      pesada: .....

## 5. Resultados experimentais

### 5.1. Reacções redox

Gobelet	Composição	Observação
1	Zn/Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	
2	Pb/Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	
3	Cu/Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	
4	Zn/Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	
5	Pb/Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	
6	Cu/Cu (NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	
7	Zn/Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	
8	Pb/AgNO <sub>3</sub>	
9	Cu/Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	
10	Zn/AgNO <sub>3</sub>	
11	Pb/AgNO <sub>3</sub>	
12	Cu/AgNO <sub>3</sub>	

### 5.2. Pilhas electroquímicas

Pilha	Diferença de potencial / mV
Chumbo / Zinco	
Chumbo / Cobre	
Zinco / Cobre	

**6. Questões pós-laboratoriais**

- 6.1. Escreva as equações químicas nos casos em houve reacção espontânea.
- 6.2. Ordene por ordem decrescente o carácter redutor dos diversos metais estudados. Justifique.
- 6.3. Escreva os diagramas da pilhas construídas. Explique o funcionamento das mesmas e discuta os valores de força electromotriz obtidos.

## Trabalho Prático nº 2

### Extracção do chumbo a partir do óxido de chumbo

#### 1. *Introdução*

A maior parte dos metais são obtidos a partir de minerais, ou seja, substâncias de ocorrência natural cuja composição química varia entre determinados limites. O minério é assim um depósito mineral com uma concentração que permite a extracção do metal desejado de um modo economicamente viável.

A produção de um metal pode ser realizada por redução do metal, a qual pode ser levada a cabo de duas formas: a elevada temperatura, processo metalúrgico designado de pirometalurgia, ou por redução electrolítica.

#### 2. *Procedimento experimental*

##### 2.1. Obtenção do cobre

2.1.1. Preparar 100 ml de uma solução 0.1 M de sulfato de cobre (II).

2.1.2. Num gobelet com a solução do sulfato de cobre coloque palha d' aço.

Observe.

2.1.3. Observe novamente no final da aula.

2.1.4. Repetir o procedimento usando folha de alumínio.

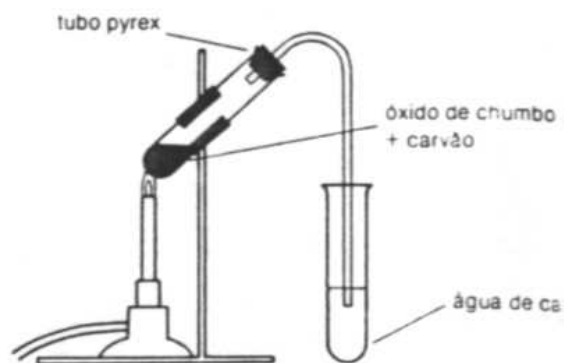
##### 2.2. Obtenção do chumbo

2.2.1. Pesar cerca de 2 g de óxido de chumbo e igual quantidade de carvão, ambos em pó.

2.2.2. Misturar os sólidos num almofariz até ficarem bem homogéneos.

Colocar a mistura num tubo de ensaio.

2.2.3. Montar o seguinte esquema experimental de acordo com a figura:



- 2.2.4. Ligar o bico de Bunsen e deixar aquecer o tubo, primeiro de forma suave e depois fortemente. Observar o tubo (ou gobelet) com a água de cal.
- 2.2.5. Deixar arrefecer o tubo e despejar num gobelet cheio de água. Arrastar o carvão em excesso com água.
- 2.2.6. Observar o gobelet com água e o tubo de ensaio.

### 3. Bibliografia

- 3.1. R. Chang, *Química*, 5ª edição, McGraw-Hill, 1995

**Ficha nº 2:** Extracção do chumbo a partir do óxido de chumbo

Turma: ..... Grupo: ..... Data: ...../ ...../ .....

**4. Cálculos prévios**

4.1. *Obtenção do cobre*

4.1.1. *Solução de CuSO<sub>4</sub>*

Concentração: 0.1 M

Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M CuSO<sub>4</sub>: .....

Massa de CuSO<sub>4</sub> : a pesar ..... pesada: .....

4.2. *Obtenção do chumbo*

4.2.1. *Massa de óxido de chumbo*

Massa de PbO: a pesar ..... pesada: .....

M PbO: .....

Nº moles: .....

4.2.2. *Massa de carvão*

Massa de carvão: a pesar ..... pesada: .....

M C: .....

Nº moles: .....

**5. Resultados experimentais**

5.1. *Obtenção do cobre*

Gobelet	Composição	Observação
1	Aço/CuSO <sub>4</sub>	
2	Al/CuSO <sub>4</sub>	



5.2. *Obtenção do chumbo*

Observações relativas à obtenção do chumbo

6. *Questões pós-laboratoriais*

- 6.1. Interprete as reacções que ocorreram com o sulfato de cobre.
- 6.2. Interprete a formação do chumbo metálico.
- 6.3. Porque razão é utilizada água de cal?

## Trabalho Prático nº 3

### Metais, cor de chamas e solubilidade de sais

#### 1. *Introdução*

A cor de uma chama é afectada pela presença de um metal, uma vez que o átomo metálico é excitado, e essa cor é característica de cada metal, constituindo assim um método para detectarmos a presença desse metal.

Por outro lado, os elementos do 2º Grupo da Tabela Periódica têm normalmente apenas dois estados de oxidação, 0 e +2, e as propriedades químicas destes elementos são tão parecidas que é difícil separá-los. Apesar de muitos dos seus compostos serem pouco solúveis, é possível, pela escolha de um anião conveniente, encontrar diferenças na solubilidade que permitam a separação dos catiões destes metais. Depois de um estudo sistemático das solubilidades relativas dos seus carbonatos, cromatos, sulfatos, oxalatos e hidróxidos, poderemos fazer uma análise qualitativa de uma solução desconhecida que contenha um ou mais destes catiões.

#### 2. *Procedimento experimental*

##### 2.1. *A cor das chamas*

- 2.1.1. Preparar soluções aquosas saturadas dos seguintes sais: cloreto de sódio, brometo de potássio, carbonato de potássio, nitrato de bário, cloreto de bário, carbonato de cálcio, sulfato de cobre (II) e nitrato de cobre (II).
- 2.1.2. Mergulhar uma ponta de cada pavio de madeira em cada solução durante alguns minutos, incluindo a solução de sal desconhecido.
- 2.1.3. Acender um bico de Bunsen e ajustar a entrada de ar de modo a que a chama tenha a cor azul.
- 2.1.4. Introduzir cada pavio impregnado de solução na extremidade da chama. Repetir com um pavio não impregnado

2.1.5. Decidir qual é o sal desconhecido.

## 2.2. Solubilidade relativa de alguns metais

2.2.1. Preparar as seguintes soluções:

2.2.1.1. Soluções: nitrato de bário, de cálcio e de magnésio 0.1M.

2.2.1.2. Reagentes: carbonato de amónio 2M, cromato de potássio 0.5M, oxalato de amónio 0.2M, sulfato de amónio 1M e amoníaco 6M.

2.2.2. Em tubos de ensaio rigorosamente limpos, adicionar 1 ml de cada uma das soluções dos nitratos dos metais. Em seguida, adicionar 1 ml de cada uma das soluções dos reagentes.

2.2.3. Nos casos em que se formarem precipitados dos carbonatos, aquecer o tubo de ensaio num banho de água fervente para ajudar a precipitação. Arrefecer o tubo de ensaio e deixar assentar o precipitado. Decantar o líquido sobrenadante, desprezá-lo e juntar HCl 6M, gota a gota, até total dissolução.

2.2.4. Usar estas amostras para os ensaios de chama, procedendo de igual modo como em 2.1..

## 3. Bibliografia

3.1. R. Chang, *Química*, 5ª Edição, McGraw-Hill, Lisboa, 1995

3.2. R. B. Heslop e H. Jones, *Química Inorgânica*, 2ª Edição, Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, 1988

3.3. A. L. McClellan, *Química Uma Ciência Experimental*, Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, 1984

**Ficha nº 3: Metais, cor de chamas e solubilidade de sais**

Turma: ..... Grupo: ..... Data: ...../ ...../ .....

**4. Cálculos prévios**

*4.1. Solução de  $Ba(NO_3)_2$*

Concentração: 0.1 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Ba(NO_3)_2$ : .....

Massa de  $Ba(NO_3)_2$  : a pesar .....                      pesada: .....

*4.2. Solução de  $Ca(NO_3)_2$*

Concentração: 0.1 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Ca(NO_3)_2$ : .....

Massa de  $Ca(NO_3)_2$ : a pesar .....                      pesada: .....

*4.3. Solução de  $Mg(NO_3)_2$*

Concentração: 0.1 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Mg(NO_3)_2$ : .....

Massa de  $Mg(NO_3)_2$  : a pesar .....                      pesada: .....

*4.4. Solução de  $(NH_4)_2CO_3$*

Concentração: 2.0 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $(NH_4)_2CO_3$  : .....

Massa de  $(NH_4)_2CO_3$  : a pesar .....                      pesada: .....

4.5. Solução de  $K_2CrO_4$

Concentração: 0.5 M

Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $K_2CrO_4$  : .....

Massa de  $K_2CrO_4$  : a pesar ..... pesada: .....

4.6. Solução de  $(NH_4)_2C_2O_4$

Concentração: 0.2 M

Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $(NH_4)_2C_2O_4$  : .....

Massa de  $(NH_4)_2C_2O_4$  : a pesar ..... pesada: .....

4.7. Solução de  $(NH_4)_2SO_4$

Concentração: 1.0 M

Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $(NH_4)_2SO_4$  : .....

Massa de  $(NH_4)_2SO_4$  : a pesar ..... pesada: .....

5. Resultados experimentais

5.1. A cor das chamas

Sal	Cor da chama
NaCl	
KBr	
$K_2CO_3$	
$Ba(NO_3)_2$	
$BaCl_2$	
$CaCO_3$	
$CuSO_4$	
$Cu(NO_3)_2$	
desconhecido	

5.2. Solubilidade relativa de alguns metais

Ião	$\text{CO}_3^{2-}$	$\text{CrO}_4^{2-}$	$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	$\text{SO}_4^{2-}$	$\text{NH}_3$
$\text{Ba}^{2+}$					
$\text{Ca}^{2+}$					
$\text{Mg}^{2+}$					

6. Questões pós-laboratoriais

6.1. Como explica que algumas das soluções de NaCl e KCl tenham cores diferentes, ao passo que as das soluções de  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  e  $\text{BaCl}_2$  tenham cores iguais. Preveja a cor da solução do LiCl. Interprete todos os resultados obtidos.

6.2. Elabore um esquema para analisar uma solução desconhecida que contenha os três metais utilizados em 2.2..

## Trabalho Prático nº 4

### Complexos de metais de transição

#### 1. *Introdução*

Um ião complexo pode ser definido como um ião que contém um átomo 'central' ao qual se ligam outros átomos, os ligandos, em que na maior parte dos casos esse átomo central é um elemento metálico. As forças responsáveis por estas ligações são diferentes das encontradas noutra tipo de compostos, mas são devidas à sobreposição de orbitais e emparelhamento de electrões como no caso de compostos mais simples. Os metais de transição estabelecem ligações através das orbitais d com diversos ligandos de modo a estabilizarem as suas cargas positivas. Iremos neste trabalho observar algumas dessas reacções.

#### 2. *Procedimento experimental*

##### 2.1. *Reacções de precipitação e complexação de vários catiões com NaOH e NH<sub>3</sub>*

Juntar a cerca de 2 ml de cada solução dos catiões (ver quadro), solução de NaOH 2M, gota a gota. Observar as cores dos precipitados e verificar quais se dissolvem em excesso de NaOH (anfotéricos).

Juntar a cerca de 2 ml de cada solução dos catiões, solução de NH<sub>3</sub> 2M, gota a gota. Observar as cores dos precipitados e verificar quais se dissolvem em excesso de NH<sub>3</sub>, para dar complexos amoniacaais [M(NH<sub>3</sub>)<sub>n</sub><sup>x+</sup>].

##### 2.2. *Reacções de complexação*

### 2.2.1. *Complexo de tiocianato com cobalto (II)*

Adicionar a 2 ml de solução contendo Co(II) um pouco de tiocianato de amónio sólido, agitar e observar a alteração de cor. Adicionar, em seguida, cerca de 2ml de éter etílico, deixar separar as fases e observar as respectivas cores.

### 2.2.2. *Complexo de tiocianato com ferro(III)*

Adicionar a 2 ml de solução contendo Fe(III) um pouco de solução de tiocianato de amónio 0.1 M. Agitar e observar as cores.

### 2.2.3. *Complexo de oxalato com ferro (III)*

Adicionar a 2 ml de solução contendo Fe(III) duas gotas de solução de tiocianato de amónio. Adicionar, lentamente e com agitação, a essa solução, oxalato de sódio sólido e observar a cor final da solução. Que acontece se voltar a adicionar mais umas gotas de solução de tiocianato de amónio?

### 2.2.4. *Complexo de EDTA com cobalto (II)*

Colocar cerca de 2 ml de solução contendo Co(II) num tubo de ensaio e medir o pH com papel indicador. Adicionar 2ml de solução aquosa de EDTA (sal dissódico). Medir de novo o pH. Medir ainda o pH da solução de EDTA utilizada. Observar a cor da solução e comparar com o valor inicial.

## 2.3. *Reacção catalítica entre iões iodeto e iões persulfato em solução aquosa*

Coloque, num Erlenmeyer de 100 ml, 10 ml de solução de iodeto de potássio 0.2 M, 5 ml de solução de tiosulfato de sódio 0.01 M e solução de amido a 5%. Em seguida, junte 20 ml de solução saturada de persulfato de potássio e inicie



imediatamente a contagem de tempo com um cronómetro. Registe o tempo quando aparecer uma cor escura devida à formação de iodo.

Repita a experiência anterior, mas desta vez juntando 5 gotas de uma solução de Fe(III) 0.1 M aos 20 ml de solução de persulfato, antes de a juntar à solução de iodeto. Registe novamente o tempo necessário para o aparecimento de uma cor escura.

Compare os tempos de reacção e interprete os resultados.

### **3. Bibliografia**

3.1. R. Chang, *Química*, 5ª Edição, McGraw-Hill, Lisboa, 1995

3.2. R. B. Heslop e H. Jones, *Química Inorgânica*, 2ª Edição, Fundação Calouste

3.3. Gulbenkian, Lisboa, 1988

3.4. A. L. McClellan, *Química Uma Ciência Experimental*, Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, 1984

### Ficha nº 4: Complexos de metais de transição

Turma: ..... Grupo: ..... Data: ...../ ...../ .....

#### 4. Cálculos prévios

##### 4.1. Solução de $Cu(NO_3)_2$

Concentração: 0.1 M

Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Cu(NO_3)_2$  : .....

Massa de  $Cu(NO_3)_2$  : a pesar ..... pesada: .....

##### 4.2. Solução de $Fe(NO_3)_2$

Concentração: 0.1 M

Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Fe(NO_3)_2$  : .....

Massa de  $Fe(NO_3)_2$  : a pesar ..... pesada: .....

##### 4.3. Solução de $Fe(NO_3)_3$

Concentração: 0.1 M

Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Fe(NO_3)_3$  : .....

Massa de  $Fe(NO_3)_3$  : a pesar ..... pesada: .....

##### 4.4. Solução de $Co(NO_3)_2$

Concentração: 0.1 M

Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Co(NO_3)_2$  : .....

Massa de  $Co(NO_3)_2$  : a pesar ..... pesada: .....

4.5. Solução de  $Zn(NO_3)_2$

Concentração: 0.1 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Zn(NO_3)_2$  : .....

Massa de  $Zn(NO_3)_2$  : a pesar ..... pesada: .....

4.6. Solução de  $NH_4SCN$

Concentração: 0.1 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $NH_4SCN$  : .....

Massa de  $NH_4SCN$  : a pesar ..... pesada: .....

4.7. Solução de  $Na_2EDTA$

Concentração: 0.1 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Na_2EDTA$  : .....

Massa de  $Na_2EDTA$  : a pesar ..... pesada: .....

4.8. Solução de  $KI$

Concentração: 0.2 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $KI$  : .....

Massa de  $KI$  : a pesar ..... pesada: .....

4.9. Solução de  $Na_2S_2O_3$

Concentração: 0.01 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Na_2S_2O_3$  : .....

Massa de  $Na_2S_2O_3$  : a pesar ..... pesada: .....

## 5. Resultados experimentais

### 5.1. Reacções de precipitação e complexação de vários catiões com NaOH e $NH_3$

Ião	Cor	NaOH	Exc. NaOH	$NH_3$	Exc. $NH_3$
Cu(II)					
Fe(II)					
Fe(III)					
Co(II)					
Zn(II)					

### 5.2. Reacções de complexação

Ião	Cor	$NH_4SCN$ (s)	Éter etílico
Co(II)			

Ião	Cor	$NH_4SCN$ 0.1 M
Fe(III)		

Ião	Cor	$NH_4SCN$ 0.1 M	$Na_2C_2O_4$ (s)	$NH_4SCN$ 0.1 M
Fe(III)				

Ião	Cor	pH	EDTA (pH = _____)	pH
Co(II)				

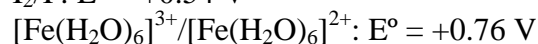
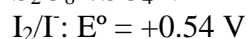
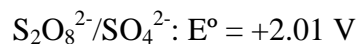
### 5.3. Reacção catalítica entre iões iodeto e iões persulfato em solução aquosa

	Tempo /s
--	----------

Sem Fe(III)	
Com Fe(III)	

**6. Questões pós-laboratoriais**

- 6.1. Escreva as reacções dos iões com NaOH ou com NH<sub>3</sub>, responsáveis pelas mudanças de cor observadas (2.1.).
- 6.2. Escreva as reacções a) com ácidos b) com bases, dos hidróxidos anfotéricos (2.1.).
- 6.3. Qual ou quais os complexos formados em 2.2.? Escreva as respectivas equações. Como justifica o que ocorreu quando adicionou éter etílico (2.2.1.)? E a variação de pH (2.2.4.)?
- 6.4. Escreva a equação entre o iodeto e o persulfato. O ferro (III) catalisa a reacção? De acordo com os seguintes potenciais redox, poderá escrever duas reacções que possam explicar esta catálise?



## Trabalho Prático nº 5

### Cor e espectros de absorção no visível

#### 1. *Introdução*

Se uma determinada substância absorver radiação electromagnética numa determinada gama de comprimentos de onda compreendida na zona do espectro visível, então ela apresenta cor. Deste modo, o seu espectro apresentará uma banda de absorção máxima ao comprimento de onda responsável pelo sua coloração.

Nos casos em que um metal possa formar complexos, a absorção de radiação depende não só do metal mas também do próprio ligando, uma vez que este afecta o desdobramento da energia das orbitais *d*.

#### 2. *Procedimento experimental*

- 2.1. Prepare 100 ml de cada solução 0.02 M em cloreto de: Cu(II), Fe(II), Fe(III), Co(II), Zn(II) e Al(III).
- 2.2. Prepare 50 ml de cada solução 0.5 M em iodeto, brometo, cloreto, hidróxido, fluoreto, cianeto, carbonato e oxalato de sódio ou potássio.
- 2.3. Coloque em doze tubos de ensaio, numerados, cerca de 2 ml de uma das soluções em 2.1..
- 2.4. Adicione aos tubos de ensaio 2 a 9 algumas gotas de cada uma das soluções em 2.2., de acordo com o quadro de resultados. Adicione ao tubo 10 algumas gotas de  $\text{NH}_3$  0.5 M, e aos tubos 11 e 12 uma pequena quantidade de etilenodiamina e 1,10-fenantrolina, respectivamente.
- 2.5. Trace o espectro de absorção no espectrofotómetro para cada uma das 12 soluções.
- 2.6. Repita o procedimento para os outros metais.

### **3. Bibliografia**

3.1. R. Chang, *Química*, 5ª edição, McGraw-Hill, 1995

3.2. V. M. S. Gil e A. C. Cardoso, *Química*, Almedina Editora

### Ficha nº 5: Cor e espectros de absorção no visível

Turma: ..... Grupo: ..... Data: ...../...../.....

#### 4. Cálculos prévios

##### 4.1. Solução de $KMnO_4$

Concentração: 0.1 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $KMnO_4$  : .....

Massa de  $KMnO_4$  : a pesar .....                      pesada: .....

##### 4.2. Solução de $Cu(NO_3)_2$

Concentração: 0.1 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Cu(NO_3)_2$ : .....

Massa de  $Cu(NO_3)_2$ : a pesar .....                      pesada: .....

##### 4.3. Solução de $Co(NO_3)_2$

Concentração: 0.1 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Co(NO_3)_2$ : .....

Massa de  $Co(NO_3)_2$  : a pesar .....                      pesada: .....

##### 4.4. Solução de $Fe(NO_3)_2$

Concentração: 0.1 M                      Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Fe(NO_3)_2$  : .....

Massa de  $Fe(NO_3)_2$  : a pesar .....                      pesada: .....



4.5. Solução de KI

Concentração: 0.5 M

Volume: 50 mL

Nº moles: .....

M KI : .....

Massa de KI : a pesar .....

pesada: .....

4.6. Solução de KBr

Concentração: 0.5 M

Volume: 50 mL

Nº moles: .....

M KBr : .....

Massa de KBr : a pesar .....

pesada: .....

4.7. Solução de KCl

Concentração: 0.5 M

Volume: 50 mL

Nº moles: .....

M KCl : .....

Massa de KCl : a pesar .....

pesada: .....

4.8. Solução de KOH

Concentração: 0.5 M

Volume: 50 mL

Nº moles: .....

M KOH : .....

Massa de KOH : a pesar .....

pesada: .....

4.9. Solução de KF

Concentração: 0.5 M

Volume: 50 mL

Nº moles: .....

M  $KF$  : .....

Massa de  $KF$  : a pesar ..... pesada: .....

4.10. Solução de  $KCN$

Concentração: 0.5 M                      Volume: 50 mL

Nº moles: .....

M  $KCN$  : .....

Massa de  $KCN$  : a pesar ..... pesada: .....

4.11. Solução de  $K_2CO_3$

Concentração: 0.5 M                      Volume: 50 mL

Nº moles: .....

M  $K_2CO_3$  : .....

Massa de  $K_2CO_3$  : a pesar ..... pesada: .....

4.12. Solução de  $K_2C_2O_4$

Concentração: 0.5 M                      Volume: 50 mL

Nº moles: .....

M  $K_2C_2O_4$  : .....

Massa de  $K_2C_2O_4$  : a pesar ..... pesada: .....

### 5. Resultados experimentais

Metal Ligando	Cu(II)		Fe(II)		Fe(III)		Co(II)		Zn(II)		Al(III)	
	$\lambda_{\max}$	$\Delta$	$\lambda_{\max}$	$\Delta$	$\lambda_{\max}$	$\Delta$	$\lambda_{\max}$	$\Delta$	$\lambda_{\max}$	$\Delta$	$\lambda_{\max}$	$\Delta$
H <sub>2</sub> O												
I <sup>-</sup>												
Br <sup>-</sup>												
Cl <sup>-</sup>												
OH <sup>-</sup>												
F <sup>-</sup>												
CN <sup>-</sup>												
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>												
C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup>												
NH <sub>3</sub>												
en												
pen												

### 6. Questões pós-laboratoriais

- 6.1. Calcule a concentração da solução de cobre (II) desconhecida.
- 6.2. Interprete todos os resultados obtidos.
- 6.3. Como será o espectro de absorção da clorofila, sabendo que as plantas têm a cor verde?

## Trabalho Prático nº 6

### Determinação da percentagem de hipoclorito de sódio numa lixívia comercial

#### 1. Introdução

O agente branqueador nas lixívias comerciais é o hipoclorito de sódio, o qual é produzido pela reacção do cloro com o hidróxido de sódio. Em solução aquosa, o hipoclorito de sódio dissocia-se em ião sódio e em ião hipoclorito, sendo este último o agente branqueador, através de uma reacção de oxidação-redução entre o ião hipoclorito (o agente oxidante) e a mancha colorida ou nódoa a remover (agente redutor).

A quantidade de hipoclorito presente numa solução pode ser determinada pela reacção com uma quantidade em excesso, conhecida, de um agente redutor, tal como o ião iodeto. Como neste processo é formado  $I_2$ , este pode ser determinado por uma titulação com o ião tiosulfato, que é um reagente que reage quantitativamente com o iodo: à medida que a titulação se desenvolve, a concentração de iodo na solução diminui e a solução passa de uma cor castanha para uma cor amarelo pálido próximo do final da reacção, a qual está completa quando a solução fica totalmente incolor. Como esta transição de cor é muito difícil de detectar, adiciona-se uma pequena quantidade de solução de cozimento de amido quando a solução se torna amarelo pálido, onde então o iodo livre forma um complexo azul de cor intensa. A detecção do ponto final da titulação é atingido pela adição de ião tiosulfato até ao desaparecimento da cor azul.

#### 2. Procedimento experimental

- 2.1. Prepare 200 ml de solução aquosa aproximadamente 0.01 M  $Na_2SO_3$ , tomando nota da massa de tiosulfato de sódio utilizada. Prepare 50 ml de solução KI a 10%.
- 2.2. Para um Erlenmeyer seco de 150 ml, medir com uma proveta 50 ml da lixívia a analisar. Rolhe o Erlenmeyer.
- 2.3. Preparar convenientemente uma bureta com a solução titulante de  $Na_2SO_3$ .
- 2.4. Lavar uma pipeta volumétrica de 10 ml com vários ml da lixívia a analisar. Medir com esta pipeta 10.0 ml de lixívia e transferir para um balão volumétrico de 100 ml. Perfaça o volume com água destilada.
- 2.5. Transferir para um Erlenmeyer de 250 ml, 100.0 ml de água destilada e 10.0 ml de solução KI a 10%.
- 2.6. Lavar uma pipeta volumétrica de 25 ml com vários ml da lixívia diluída. Medir com esta pipeta 25.0 ml de lixívia diluída e transferir para o Erlenmeyer.

- 2.7. Adicione 4.0 ml de HCl 6M. Agitar a solução e iniciar imediatamente a titulação!
- 2.8. Titular a amostra, adicionando a solução de  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  de modo relativamente rápido até a solução adquirir uma tom amarelo suave. Adicione 1 ml de solução de cozimento de amido e adicione o titulante gota-a-gota, até desaparecer a cor azul.
- 2.9. Repetir o ensaio para confirmação do resultado.
- 2.10. Terminado o ensaio, lavar convenientemente a bureta e restante material de laboratório.

### **3. Bibliografia**

- 3.1. R. Chang, *Química*, 5ª Edição, McGraw-Hill, Lisboa, 1995

**Ficha nº 6:** Determinação da percentagem de hipoclorito de sódio numa lixívia comercial

Turma: ..... Grupo: ..... Data: ...../...../.....

**4. Cálculos prévios**

4.1. Solução de  $Na_2S_2O_3$

Concentração: 0.1 M

Volume: 100 mL

Nº moles: .....

M  $Na_2S_2O_3$  : .....

Massa de  $Na_2S_2O_3$  : a pesar ..... pesada: .....

4.2. Solução de KI

Concentração: 10%

Volume: 50 mL

Densidade = 1.0 g ml<sup>-1</sup>

Massa de KI : a pesar ..... pesada: .....

Ensaio	Volume titulante / ml
1	
2	
Média	

**5. Questões pós-laboratoriais**

5.1. Escreva as equações químicas envolvidas no processo.

5.2. Calcule:

- 5.2.1. O volume gasto médio da solução titulante.
- 5.2.2. A concentração exacta da solução titulante.
- 5.2.3. O número de moles de ião tiosulfato consumidas na titulação.
- 5.2.4. O número de moles de I<sub>2</sub> produzidas na titulação.
- 5.2.5. O número de moles de ião hipoclorito presente na lixívia diluída.
- 5.2.6. O número de moles de ião hipoclorito presente na lixívia.
- 5.2.7. A massa de hipoclorito de sódio presente na lixívia.
- 5.2.8. A percentagem em massa de hipoclorito de sódio na lixívia.

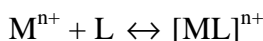
5.3. Refira-se às titulações redox e ao indicador utilizado neste trabalho.

## Trabalho Prático nº 7

### Determinação da dureza total de uma água

#### 1. Introdução

Se representarmos por  $M^{n+}$  um catião metálico e por L um ligando, podemos escrever a reacção de complexação da seguinte forma:



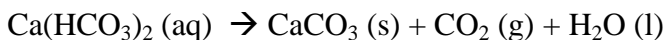
Estes ligandos podem unir-se ao átomo central por uma única ligação coordenada ou por mais do que uma ligação. Neste caso, os complexos formados são designados *quelatos*, os quais são geralmente mais estáveis.

São conhecidos bastantes reagentes orgânicos capazes de formar quelatos. De entre estes, convém salientar o ácido etilenodiaminotetraacético, EDTA, um ácido tetraprótico. O EDTA forma complexos estáveis com um grande número de catiões, como por exemplo  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Ba^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ , etc., sempre na proporção 1:1.

Por razões de simplicidade, representa-se por vezes o EDTA por  $H_4Y$ . Em solução aquosa o ião predominante é o  $H_2Y^{2-}$ . Por esse motivo, o sal dissódico do EDTA, que origina o mesmo ião, é muitas vezes utilizado para preparar as soluções padrão de EDTA. Além disso, tem a vantagem de ser um *padrão primário*, pois é bastante estável e prontamente solúvel.

Uma das aplicações da volumetria de complexação é a determinação da dureza de uma água. A dureza de uma água deve-se essencialmente à presença de iões  $Mg^{2+}$  e  $Ca^{2+}$ , os quais reagem com iões negativos existentes nos sabões e detergentes, originando sais insolúveis de cálcio e magnésio (daí que para águas duras se tenha de utilizar mais detergente nas lavagens).

Os sais existentes numa *água dura* são principalmente os hidrogenocarbonatos, os cloratos e os sulfatos de cálcio e magnésio. Contudo, quando uma água em ebulição os hidrogenocarbonatos decompõem-se, precipitando o carbonato de cálcio (o calcário), segundo a seguinte reacção química:



Esta dureza, dita *temporária*, diminui pois com o aumento de temperatura. Este processo contudo pode ser extremamente prejudicial em caldeiras e canalizações.

#### 2. Procedimento experimental

2.1. Para preparar uma solução aproximadamente 0.01 M EDTA, pesam-se cerca de 1 g de sal dissódico do EDTA e dissolvem-se em água destilada de modo a perfazer 250 ml.

2.2. Para um Erlenmeyer de 200 ml, previamente lavado com água destilada, medir com uma pipeta volumétrica 100 ml da água a analisar.

- 2.3. Adicionar à amostra 5 ml de uma solução tampão de  $\text{NH}_4^+/\text{NH}_3$  com  $\text{pH}=10$  e 6 gotas de indicador Negro de Eriocromo T (estas soluções estão preparadas). Pode ser necessário adicionar alguns ml de uma solução  $\text{MgCl}_2$  a 1%.
- 2.4. Preparar convenientemente uma bureta com a solução titulante de EDTA.
- 2.5. Titular a amostra, adicionando a solução de EDTA gota-a-gota até viragem da cor do indicador. A cor azul final deve ser persistente mesmo após forte agitação.
- 2.6. Repetir o ensaio para confirmação do resultado.
- 2.7. Terminado o ensaio, lavar convenientemente a bureta e restante material de laboratório.

### **3. Bibliografia**

- 3.1. R. Chang, *Química*, 5ª Edição, McGraw-Hill, Lisboa, 1995



**Ficha nº 7:** Determinação da dureza total de uma água

Turma: ..... Grupo: ..... Data: ...../ ...../ .....

**4. Resultados experimentais**

*4.1. Solução de Na<sub>2</sub>EDTA*

Massa de Na<sub>2</sub>EDTA : a pesar ..... pesada: .....

M Na<sub>2</sub>EDTA : ..... Nº moles: .....

Volume: 250 mL Concentração: .....

*4.2. Solução de MgCl<sub>2</sub>*

Concentração: 1% Volume: 50 mL

Densidade = 1.0 g ml<sup>-1</sup>

Massa de MgCl<sub>2</sub> : a pesar ..... pesada: .....

Ensaio	Volume titulante / ml
1	
2	
Média	

**5. Questões pós-laboratoriais**

5.1. Escreva as equações químicas envolvidas no processo.

5.2. Calcule:

- 5.2.1. O volume gasto médio da solução titulante.
- 5.2.2. A concentração exacta da solução titulante.
- 5.2.3. O número de moles de EDTA consumidas na titulação.
- 5.2.4. O número de moles de ião cálcio presente na água.
- 5.2.5. O número de moles de ião hipoclorito presente na lixívia.
- 5.2.6. A massa de carbonato de cálcio presente na água.
- 5.2.7. A concentração de carbonato de cálcio na água, em ppm.

5.3. Explique o que é uma volumetria de complexação. Apresente a estrutura do EDTA.

5.4. Refira-se aos indicadores utilizados em volumetria de complexação.

5.5. Comente os resultados obtidos.