

Universidade Federal da Paraíba
Centro de Ciências Exatas e da Natureza
Departamento de Química

Disciplina: Síntese Inorgânica

Período: 02/2020

Professor: Ercules Epaminondas de Sousa Teotonio

Experimento N^o x: Determinação do parâmetro de desdobramento do campo cristalino em complexos do íon Cr(III)

Objetivos: Sintetizar os complexos $[\text{Cr}(\text{acac})_3]\text{Cl}_3$ e $[\text{Cr}(\text{en})_3]\text{Cl}_3$ e determinar o valor de Δ_o de alguns complexos de crômio(III).

Realizar apenas o experimento C

Tempo requerido: Aproximadamente 3 horas.

Parte Experimental

Materiais

- Chapa de aquecimento com agitador magnético;
- Barra magnética
- Funil de Buchner,
- Balão de fundo redondo de 5 mL;
- Condensador de bolas;
- Kitassato;
- Balança;
- Espátula;
- Vidro de relógio;
- Pissetas (2);
- Frascos para guardar o produto obtido;
- Pipetas graduada
- Presilha
- Pinça metálica

Reagentes e indicadores

- Cloreto de crômio hexahidratado, $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$;
- Etilenodiamina
- Zinco granulado
- Mossy
- Solução aquosa de HCl 6 mol/L;
- Uréia

A) Sintetize do complexo $[\text{Cr}(\text{en})_3]\text{Cl}_3$

- 1) Lave previamente uma pequena quantidade de Zn granulado com uma solução de HCl 6 mol/L;
- 2) Adicione 50-100 mg de mossy, o Zn granulado lavado na etapa anterior e 266 mg de $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ no balão de fundo redondo de 5 mL contendo uma barra magnética;

- 3) Adicione também ao balão de fundo redondo, 1 mL de etilenodiamina e 1 mL de metanol;
- 4) Monte um sistema onde um condensador de bolas está conectado ao balão de fundo redondo;
- 5) O sistema deve ser refluxado durante 1 hora, sob agitação, em um banho de areia, usando uma chapa de aquecimento com agitação magnética;
- 6) Resfrie a mistura até a temperatura ambiente;
- 7) Colete os cristais do produto com filtração a vácuo usando um funil de Buchner ;
- 8) Remova pedaços de Zn que não reagiram com a ajuda de um pinça;
- 9) Lave os cristais com porções de 500 μL de uma solução 10% de etilenodiamina em metanol até que a solução de lavagem esteja incolor;
- 10) Finalmente, lave o produto com 500 μL de éter etílico e deixe-o secar em uma placa de porcelana;
- 11) Guarde o produto em um franco limpo.

B) Sintetize do complexo $[\text{Cr}(\text{acac})_3]\text{Cl}_3$

- 1) Adicione 2,0 mL de água destilada e 130 mg de cloreto de cromo hexahidratado em um erlenmeyer de 10 mL com tampa de vidro;
- 2) Quando todo o cloreto de cromo tiver dissolvido, adicione ao sistema 500 mg de uréia e 400 μL de acetilacetona;
- 3) Coloque o erlenmeyer em um banho de água fervente sob agitação magnética durante 1 h;
- 4) Quando a uréia se decompõe e a solução tornar-se básica, formam-se cristais marrom que resultam em uma crosta na superfície da mistura;
- 5) Esfrie o recipiente até a temperatura ambiente e colete os cristais por filtração a vácuo usando funil de Buchner;
- 6) Lave os cristais com três porções de água destilada e seque o produto em papel de filtro;
- 7) Determine o rendimento da reação;

C) Registro dos espectros de absorção dos complexos

- 1) Prepare soluções dos complexos usando água como solvente, cujos espectros apresentam máximos de absorbância próximas de 0,30. A solução do complexo $[\text{Cr}(\text{acac})_3]\text{Cl}_3$ insolúvel em água deve ser preparada em tolueno.
- 2) Determine o coeficiente de extinção molar para cada composto;
- 3) Determine os valores de Δ_o transformando o comprimento de onda em nanômetros (nm) para cm^{-1} ;
- 4) Arranje os ligantes em ordem crescente de Δ_o e compare esses resultados com a série espectroquímica.
- 5) Se possível, também determine os valores do parâmetro B de Racah

Observações: Organize seus dados na forma de tabelas e gráficos.

O relatório deve apresentar respostas para as seguintes questões:

- a) Por que o espectro do complexo $\text{Cr}(\text{acac})_3$ é significativamente diferente dos espectros dos outros complexos?
- b) A ordem dos ligantes é a mesma estabelecida na série espectroquímica? Explique qualquer desvio.

- c) Bandas fracas, com coeficientes de extinção em torno de 1% daquela observada para a transição de maior comprimento de onda, são observadas. Faça as atribuições destas transições e explique suas baixas intensidades.
- d) Por que os complexos dos íons Mn(II) e Fe(III) geralmente apresentam cores muito fracas, quando comparados com os complexos de outros íons na série?
- e) Ao contrário do que é descrito no item acima, o complexo $\text{Mn}(\text{CN})_4^{2-}$ possui cor intensa. Explique este comportamento.

Referências

- 1-Zvi Szafran, Ronald M. Pike e Mono M. Singh “Microscale Inorganic Chemistry: A Comprehensive Laboratory Experience” John Wiley & Sons, INC. New York, 1991.
- 2- Robert J. Angelici “Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry”. W.B. Saunders Company
- 3- Skoog, D.A. “Principle of Instrumental Analysis” 3^a ed, Saunders: Philadelphia, 1985.
- 4- Peter Atkins, Tina Overton, Jonathan Rourke, Mark Weller e Fraser Armstrong, 4^a edição, Bookman.