

OSTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO COMPLEXO $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6][\text{FeCl}_6] \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
 À PARTIR DA LIMALHA DE FERRO COMO UM DOS REAGENTES.

Pinto. M. M., Bicalho. S. M. C., Rezende. J. M. - Depto. Química - ICEX, UFMS

ABSTRACT

The iron(III) chloride was obtained by reacting iron filings with concentrated hydrochloric acid. The iron (II) chloride was converted in iron (III) chloride. Hexaamminocobalt(III) hexachloroferrate(III) complex was prepared from hexaamminocobalt(III) chloride and iron (III) chloride 6-hydrate.

INTRODUÇÃO

Os ânions hexaclorometalato(III) para os elementos da primeira série de transição, são instáveis em solução aquosa⁽¹⁻³⁾. É claro que estes ions podem ser estabilizados no estado sólido uma vez que a estabilização destes ions está relacionado à grande energia de rede cristalina de seus sais com cátions trivalentes de tamanho apropriado⁽⁴⁾.

Síntese de complexos de Co(III) ocorrem geralmente a partir do ion $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$, que é estável, em solução aquosa. A formação do complexo $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ ocorre através de uma reação inicial de substituição das moléculas de água, em seguida, o complexo formado é oxidado pelo oxigênio do ar⁽⁵⁻⁸⁾.

O estudo de complexos octaédricos dos elementos da primeira série de transição podem acrescentar informações no estudo de seus potenciais de ionização.

EXPERIMENTAL

1- CLORETO FÉRRICO- A 5,0g de limalha de ferro, previamente analisada por fluorescência de raios-x, adicionar 50ml de ácido clorídrico (1:1), aquecer até dissolução completa da amostra. Nesta solução contendo cloreto ferroso e cloreto férrico, passa-se uma corrente de Cl_2 à quente. Reduzir o volume e deixar em repouso em banho de gelo para que ocorra a cristalização do $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

2-CLORETO DE HEXAAMINOCOBALTO(III)- Foi obtido segundo Jannik Bjerrum and J. P. Mc Reynolds⁽⁹⁾.

3-Hexaamminocobalto(III) hexacloroferrato(III)⁽¹⁰⁾
 Em 0,43g de cloreto de hexaamminocobalto(III) obtido em (2) adiciona-se 70ml de ácido clorídrico 3,4 M e aquecer até 70°C. A esta solução adiciona-se lentamente e sob agitação constante uma solução de cloreto férrico hexahidratado obtido em (1) 0,60M. A solução resultante é deixada em digestão a quente para que ocorra a formação de cristais. Os cristais obtidos são filtrados e lavados com álcool, éter e secos em presença de pentóxido de fósforo.

FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X

Tabela I- Dosagem de Co e Fe do- $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6][\text{FeCl}_6] \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

ELEMENTO	RENDIMENTO TEÓRICO	%PRÁTICA	CONC ppm
Fe	10,38	10,09	417
Co	10,95	10,84	368

Estes valores foram encontrados após o preparo dos padrões de cobalto e ferro, e ter sido feita a contagem destes padrões. Em seguida traça-se a curva padrão, determinando o valor da concentração dos elementos dosados em ppm.

ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO

Tabela II- Principais Absorções do $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6][\text{FeCl}_6] \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Frequências(cm^{-1})	Atribuição(%)	Intensidade
3300-3030	L	def axial de N-H, O-H
1710	f	def axial de N-H
1620	f	def angular de N-H
1340	m	def angular de NH_3
820	F	def angular de NH_3
520	f	lig metal-N (Co-N)
300	f	lig (Co-N) e metal-Cl

m: forte, f: fraca, m: média, L: larga. Nakamoto⁽¹¹⁾

ESTUDO DO CRISTAL SIMPLES DE RAIOS-X

Tabela III- Difração de raios-x para $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6][\text{FeCl}_6]$

d_{hkl}	I/I_0	d_{hkl}	I/I_0
5,56	10	2,52	1
3,95	5	2,40	6
3,73	1	2,30	6
3,37	1	2,21	2
3,24	2	2,00	5
3,00	7	1,88	4
2,82	1	1,78	2
2,65	5	1,77	1

Estudo de difração de raios-x mostrou resultado semelhante ao obtido por W.E. Hatfield⁽¹²⁾.

DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

O cloreto férrico e o hexaamminocobalto(III) foram analisados por difração de raios-x e IV, sendo estas técnicas que mais ajudaram na caracterização do mesmos.

Tabela IV- Difração de Raios-X para $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

d_{hkl}	6,00	4,40	4,00	3,50	3,14	3,00	2,76	2,54	2,42
I/I_0	100	38	20	38	75	03	50	31	38

d_{hkl}	2,19	2,04	1,99	1,94	1,90	1,84
I/I_0	25	03	03	38	20	03

Tabela V- Difração de Raios-X para $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$

d_{hkl}	5,88	5,27	3,64	3,46	2,94	2,63	2,47	2,10	2,01
I/I_0	100	30	100	50	10	56	50	20	40

Para esta técnica fez-se a varredura de $(2-32)\theta$ no cristal LiF usando o tubo de (w) Tungstênio.

O estudo voltamétrico da limalha de ferro foi bastante satisfatório para a obtenção do FeCl_3 por oxidação eletroquímica do FeCl_2 em ácido clorídrico diluído. Isto ocorre quando aplica-se um potencial de 0,700v e usa-se como eletrodo de trabalho uma rede de platina e eletrodo de referência o de Ag/AgCl .

CONCLUSÃO

O presente trabalho tem a finalidade de sintetizar e caracterizar o complexo de ferro e cobalto à partir da limalha de ferro. Este objetivo tem sido alcançado.

As sínteses utilizaram aparelhagens simples e os métodos bastantes confiáveis tais como: UV, IV, AA, Fluorescência e difração de Raios-X. Estudos complementares por voltametria cíclica para o complexo de cobalto e ferro serão feitos posteriormente.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1- N. S. Gill and R. Snyholm, J. Chem. Soc. 3997(1959).
- 2- M. Mori, Bull. Chem. Soc. Japan, 32, 985(1959).
- 3- G. Neuman, Ann. 244, 329(1898).
- 4- P. T. Walden, Am. J. Sci. [3] 148, 283(1894), Z. Anorg. u. allg. Chem. 7, 332(1894).
- 5- C. E. Schauger and C. K. Jorgensen, J. Inorg. Nuclear Chem. 9, 143(1958).
- 6- By. William E. Hatfield, Robert C. Fay, C. E. Pfluger and T. S. Piper, J. Am. Chem. Soc., 83, 265(1961).
- 7- Leslie E. Orgel Introdução à Química dos Metais de Transição. Editora Edgar Blucher Ltda. pág. 76-93.
- 8- Leslie E. Orgel Introdução à Química dos Metais de Transição. Editora Edgar Blucher Ltda. pág. 2-4.
- 9- W. C. Fernelius Vol II. Inorganic Syntheses M. C. Grawill New York, 1946. Pág. 217-218.
- 10- By. G. F. Svatos, Columba Curran and J. V. Gugliano Received July 18, 1955 Vol 77, Pág. 6159-6160.
- 11- Nakamoto, K. Infrared Spectra of Inorganic and Coordination Compounds, John Wiley & Sons New York, 1963.