

## Estado de Oxidación del Sn: Yoduros de Estaño

### Problema

Asigne el estado de oxidación del Sn para cada uno de los compuestos sintetizados.

¿Cómo se relaciona el estado de oxidación del átomo de Sn con la acidez relativa de los compuestos sintetizados?

### Preparación del compuesto I:

#### Material:

Matraz bola de 100 mL

Refrigerante

Espátula

Soporte

Canastilla de calentamiento

Parrilla de agitación magnética

Pipeta graduada de 10 mL

Kitasato

6 Tubos de ensaye

Propipeta

Por grupo\*: Bomba de vacío para filtrara

Grasa silicón para juntas\*

Papel filtro

2 Manguera

vidrio de reloj

Pinzas de tres dedos

Reóstato

Barra de agitación magnética

vaso de precipitados 100mL

Embudo hirsch

Gradilla para tubos

Aparato para ptos. de fusión\*

#### Reactivos:

Yodo.

Estaño en viruta

Hexano

Hielo

Tolueno

Agua destilada

HCl

Para las pruebas cualitativas\*:

Piridina, acetona, trietilamina, dimetilsulfoxido, KI

### Procedimiento

En un matraz bola de dos bocas de 100 mL con una barra de agitación magnética se coloca 0.25 g de estaño (en viruta), 1 g de yodo (reactivo analítico 99.8%), adicione 8 mL de tolueno y coloque un refrigerante. Comience a calentar a reflujo la mezcla hasta que todo el yodo haya reaccionado (cuando no haya vapores de color violeta en comienzo del condensador (máximo 1 hora).

Decante la disolución por gravedad mientras está todavía caliente sobre un vaso de precipitados para eliminar al estaño que no ha reaccionado. Los cristales se forman enfriando en baño de hielo, coléctelos por filtración al vacío y lave con agua fría (3 mL) y después con n-hexano. Determine el punto de fusión del compuesto y el rendimiento.

Tiempo requerido: 1 h 45 min.

## Preparación del compuesto II:

### **Material:**

Papel filtro  
vidrio de reloj  
2 Parrilla de agitación magnética  
Kitasato  
2 vasos de precipitados de 50 mL  
6 Tubos de ensaye  
2 Pipetas pasteur  
Por grupo: Bomba de vacío para filtrara

Espátula  
vaso de precipitados 100mL  
2 Barra de agitación magnética  
Embudo hirsch  
Gradilla para tubos  
Pipeta graduada de 5 mL  
Propipeta  
Aparato para pto. de fusión

### **Reactivos:**

Yodo.  
Estaño en viruta  
Hexano  
Zn granalla  
Hielo

$\text{CuSO}_4$  0.1M  
Agua destilada  
HCl  
Algodón

Para las pruebas cualitativas\*:

Piridina, acetona, trietilamina, dimetilsulfoxido, KI

### **Procedimiento**

1. Trabaje en la campana. Coloque 0.25 g de estaño (en viruta) en un vaso de precipitados que contiene una barra de agitación magnética y adicione 3 mL de HCl concentrado y unas gotas de una disolución de  $\text{CuSO}_4$  0.1M. Cubra el vaso con un vidrio de reloj y comience a agitar y a calentar lentamente hasta justo antes de que comience la ebullición. Note la evolución de  $\text{H}_2$ .
2. En un vaso de precipitado de 50 mL coloque 0.3 g de zinc, 3 mL de agua destilada y una barra magnética. Adicione 0.3 g de yodo al vaso. Enfrie la mezcla usando un baño de hielo y agite lentamente. La reacción comienza lentamente, pero es muy exotérmica así que requiere de enfriamiento. El color café que aparece cuando comienza a disolverse el yodo desaparece lentamente cuando la reacción se completa y la disolución queda amarilla clara. Transfiera esta disolución a otro matraz para eliminar el sobrenadante, lave el vaso con 1 mL de agua para recuperar todo el  $\text{ZnI}_2$  formado.
3. Revise la mezcla de Sn-HCl, si todavía hay estaño metálico agregue unas gotas más de HCl concentrado y continúe calentando (al término de la reacción permanecerán algunas partículas negras suspendidas). Filtre la disolución gota a gota a través de una pipeta pasteur con algodón vertiendo directamente sobre la disolución de  $\text{ZnCl}_2$ . Tan pronto ambas disoluciones estén en contacto se formará un precipitado anaranjado. Enfrie para completar la precipitación y filtre posteriormente para obtener su producto. Determine el punto de fusión y el rendimiento.

Tiempo requerido: 1 h 45 min.

### Pruebas cualitativas de acidez relativa:

Prepare 4 tubos de ensaye con cada uno de los compuestos sintetizados y agregue diferentes bases de Lewis (piridina, DMSO, trietilamina, acetona, etc.). Divida en dos la disolución en acetona (sólo en el caso de comp. solubles) y agregue agua a una de ellas y a la otra KI. Observe y registre los cambios en la apariencia de la mezcla, formación de precipitados y velocidad del cambio.

### **Cuestionario**

1. ¿Cuáles son los puntos de fusión de I y II y a que compuesto corresponde cada uno?
2. Organicé los resultados de las pruebas cualitativas de acidez relativa que realizo en el siguiente cuadro

Compuesto	Bases de Lewis adicionadas				
	Piridina	DMSO	Trietilamina	Acetona	
				+ H <sub>2</sub> O	+KI
I					
II					

3. De acuerdo con las observaciones hechas durante las pruebas cualitativas que realizó ¿Qué compuesto reacciona más rápida y notoriamente con las bases probadas?
4. Indique que compuestos son I y II y que estado de oxidación tiene el Sn en cada uno.
5. ¿Podría relacionar la acidez de Lewis de los compuestos con su estado de oxidación? Explique
6. Sugiera otras pruebas (una para cada caso) que podría realizar para complementar las conclusiones a las que llegó en cuanto a la identificación y la acidez relativa de los compuesto. Especifique que esperaría en cada una de sus propuestas.
7. Mientras que el SnI<sub>4</sub> es una sal de estaño(IV) estable que pueden sintetizarse y manejarse con facilidad, el Pbl<sub>4</sub> y el PbBr<sub>4</sub> no existen como compuestos estables. Proponga una explicación.

### **Bibliografía**

- ❖ Z. Szafran, R. M. Pike, M. M. Singh, "Microscale Inorganic Chemistry" Ed 1<sup>o</sup>, John Wiley and Sons, INC. 1991 N.Y. pp. 181-186
- ❖ Schaeffer, R. W.; Chan, B.; Molinaro, M.; Yoder, C. H.; Yoder, C. S. y Shenk, S.; *J. Chem Educ.*, **74**, 1997, 575.

### **Trabajo Previo**

- Investigue la toxicidad de reactivos y productos.
- Investigue el punto de fusión de los compuestos que va a obtener.