

Estabilidad Relativa del Estaño(IV) y el Plomo(IV)

Problema:

¿A través de la síntesis de los correspondientes amonio hexacloroderivados y las pruebas de estabilidad propuestas puede inferir cuál de los dos centros metálicos es más oxidante?

Experimento 1: Compuesto con Plomo

Material

3 tapones horadados (para 2 kitsatos de 250 y uno para el de 50 mL)	3 Tubos de vidrio con ángulo (debe ajustar bien los tapones).
2 Kitsatos de 50 mL	1 embudo hirsch
2 Kitsatos de 250 mL	3 mangueras de látex
1 matraz erlenmeyer de 50 mL	Espátula
1 vaso de precipitado de 50 mL	Pipetas de 2 y 10 mL
Trampa (Frasco Dreschel)	Papel Filtro
2 Barras de agitación magnética	3 pinzas de tres dedos
2 Parrilla de agitación magnética	3 Soportes universales
Pipeta Pasteur y bulbo de látex	Recristalizador para baño de hielo
1 nave para pesar	

Reactivos

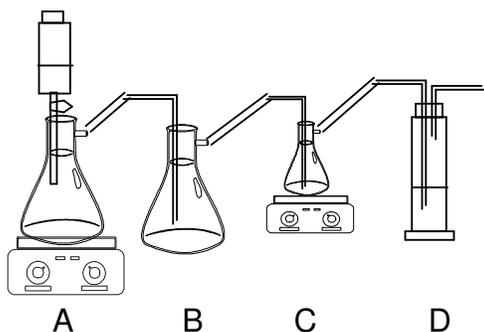
Cloruro de plomo (II)	Cloruro de amonio
Dióxido de manganeso	Ácido Clorhídrico concentrado
Disolución de Sosa 6M	Etanol
Agua destilada	Hexano
Permanganato de potasio	Hielo

.Procedimiento

Trabaje en la campana. En un kitsato de 250 mL coloque dióxido de manganeso (2 espátulas generosas) y una barra de agitación grande. Tape el matraz con un tapón de hule monohoradado. Coloque un embudo de adición en el tapón y conecte una manguera que vaya hacia otro kitsato vacío como se muestra en el diagrama. En el embudo de adición coloque HCl concentrado (~20 mL). Complete siguiendo el diagrama (**todas las conexiones deben ajustar perfectamente para evitar fugas**). En el kitsato de 50 mL, **C**, coloque 500 mg de cloruro de plomo(II), una barra de agitación magnética y adicione 8 mL de HCl comience a agitar y enfríe el matraz utilizando un baño de hielo. **Cuidado:** El tubo de vidrio debe quedar sumergido en esta mezcla de tal manera que el cloro que vamos a producir burbujee dentro.

Para hacer pasar una corriente de cloro a través de la disolución de plomo(II) debe iniciar la producción de Cl_2 adicionando de HCl del embudo de adición gota a gota al dióxido de manganeso; comience a calentar. El exceso de gas debe ser conducido a una trampa de sosa 6M como se indica en el diagrama (**D**). La suspensión se vuelve amarilla conforme se forma y se disuelve el producto. Cuando todo el cloruro de plomo se ha disuelto, se detiene la producción

de Cl_2 . Debe conectar el matraz vacío a la trampa para terminar de recibir el Cl_2 que todavía se produce. Deje de calentar y separe el matraz A de la parrilla caliente. Al matraz C se adiciona una disolución de cloruro de amonio (200 mg) en 1.25 mL de agua mientras se mantiene en baño de hielo. Después de 10 minutos de reposo filtre el precipitado utilizando un embudo Hirsch. Seque en la estufa y determine el rendimiento.



- A: Matraz con MnO_2 y embudo con HCl conc.
 B: Matraz vacío
 C: Disolución de PbCl_2/HCl y baño de hielo (el tubo de vidrio debe sumergirse en la mezcla).
 D: Sosa 6M

Tratamiento de Desechos:

Recuperación y reciclaje de cloruro de plomo

Coloque todos los desechos sólidos de plomo en un matraz erlenmeyer de 50 mL. Caliente la mezcla (en la campana), todo el amonio hexacloroplumbato se descompondrá térmicamente para regenerar el cloruro de plomo. La reacción llega a su fin cuando todo el compuesto amarillo cambia su color a blanco/ o transparente. Evapore agua y filtre el PbCl_2 para que se vuelva a utilizar en próximas prácticas.

Tiempo requerido: 2.2 horas

Experimento 2: Compuesto con estaño

Material

Vaso de precipitados de 50 mL
 Matraz erlenmeyer de 50 mL
 barra de agitación magnética
 Parrilla de agitación magnética
 Pipeta Pasteur y chupón
 Espátula
 6 tubos de ensaye
 Pinzas para tubo de ensaye

Pipeta automática (0 a 500 μL)
 una punta para pipeta
 Kitasato (de 50 o 100 mL)
 Embudo hirsch
 Papel Filtro
 Vaso de precipitados 50 mL
 Vidrio de reloj
 Mechero

Reactivos

Cloruro de estaño(IV) pentahidratado
 Cloruro de amonio
 Disolución de KI

Etanol
 Agua destilada
 Indicador universal

Desarrollo Experimental

Pese 600 mg de cloruro de estaño(IV) pentahidratado en un vaso de precipitados de 50 mL. Introduzca una barra de agitación magnética y ya en agitación agregue 350 μL de agua. Aparte, disuelva 175 mg de cloruro de amonio en 500 μL de agua

y adicione esta disolución a su mezcla en agitación. El producto precipita inmediatamente. Filtre el producto y lave con etanol frío. Seque en la estufa y determine el rendimiento.

Tiempo requerido: 30 minutos

Pruebas de estabilidad relativa de Sn(IV) y Pb(IV)

- Numere 6 tubos de ensaye del 1 al 3 y del 1' al 3'. Coloque una tercera parte de los compuestos que obtuvo en cada tubo (los de estaño en la serie 1 a 3 y los de plomo en la serie 1' a 3').
- Adicione 0.2 mL de agua a los tubos uno y dos (1, 2 y 1', 2'). Observe y asegúrese de registrar cualquier olor. Caliente ligeramente al mechero los tubos 1(1 y 1'). Adicione indicador universal.
- Caliente los tubos dos (2 y 2') en agua hirviendo por 5 minutos y después déjelos reposar por 20 minutos. Anote sus observaciones. Agregue indicador universal.
- Agregue a los tubos tres (3 y 3') una disolución de yoduro de potasio (0.2 mL) en agua y observe los resultados.

Cuestionario

1. Escriba la o las reacciones que llevo a cabo para obtener $(\text{NH}_4)_2\text{SnCl}_6$
2. Escriba la o las reacciones que llevo a cabo para obtener $(\text{NH}_4)_2\text{PbCl}_6$
3. El $(\text{NH}_4)_2\text{SnCl}_6$ se prepara por medio de una reacción simple de complejación, mientras que el $(\text{NH}_4)_2\text{PbCl}_6$ requiere de una reacción redox de 2 pasos. ¿Por qué?
4. El cloro que no reaccionó con la disolución que contiene plomo reacciona con el NaOH de la trampa ¿Qué productos se forman en la trampa?
5. En un cuadro comparativo anote las observaciones que hizo para cada prueba de estabilidad relativa realizada.

Prueba	$(\text{NH}_4)_2\text{SnCl}_6$			$(\text{NH}_4)_2\text{PbCl}_6$		
	1	2	3	1'	2'	3'
1						
2						
3						

6. ¿Cuál de los compuestos es el más oxidante?
7. Ecológicamente es muy importante reciclar el plomo recobrando, PbCl_2 , para posteriores prácticas. ¿Cuáles son los productos de la descomposición térmica que llevó al cabo?
8. Mientras que todos los halogenuros de estaño, SnX_4 , son sales termodinámicamente estables que puede sintetizar y manejar con relativa facilidad, el PbBr_4 y el PbI_4 no lo son. Proponga una explicación.

Bibliografía

- Z. Szafran, R. M. Pike, M. M. Singh, "Microscale Inorganic Chemistry" Ed 1^o, John Wiley and Sons, INC., NY (1991) pp. 181-186.

- D M P Mingos, "Essential Trends in Inorganic Chemistry", Oxford University P, NY 1998, Cap 2 p78,
- ❖ Hojas de seguridad HSM (MSDS): Se recomienda buscar el número de producto (sigma-aldrich) o el CAS para facilitar la búsqueda en páginas web como <http://www.sigmaaldrich.com/mexico.html> que proporciona hojas de seguridad en español de sus productos. Una vez encontrado el reactivo debe ir a la página de este pulsando el número aldrich del mismo y en esta página en el costado derecho podrá encontrar la MSDS que busca. Para realizar búsquedas en otras páginas es recomendable buscar primero el número CAS y con este la MSDS para facilitar su búsqueda. Algunas páginas que puede consultar son: <http://www.gfschemicals.com/> (ir a Search); <http://www.mallbaker.com/Default.asp> (seleccionar México e ir a msds en Quick links); <http://www2.hazard.com/msds/index.php>; <http://www.msds.com/>; <http://www.chemexper.com/> (buscar compuesto y después msds); <http://www.msdsonline.com/> (ir a msds search arriba a la derecha).

Trabajo Previo

- Busque la Hoja de Seguridad del Material (HSM, en inglés MSDS) de reactivos, disolventes y productos (o la información equivalente). Escriba y Estudie cada uno de los apartados para: los peligros, primeros auxilios, acciones por incendios, liberación accidental, manipulación y almacenamiento, protección personal, información toxicológica e información ecológicas de cada una de las sustancias.