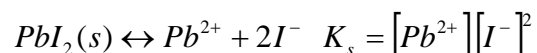


Síntesis de ioduro de plomo

1. Introducción

La reacción de precipitación es un tipo común de reacción en disolución acuosa que se caracteriza por la formación de un producto insoluble o precipitado. Un precipitado es un sólido insoluble que se separa de la disolución. En las reacciones de precipitación por lo general participan compuestos iónicos. Este tipo de reacciones tiene lugar cuando se combinan determinados cationes y aniones. Una disolución está saturada a una temperatura dada cuando contiene la máxima cantidad de soluto que puede disolverse. En este sentido, se denomina solubilidad de una sal como la cantidad máxima de soluto que puede disolverse en una cantidad determinada de disolvente a una temperatura dada.

La reacción de formación de un precipitado la podemos ver como un equilibrio entre la formación de un sólido y la presencia de los iones en disolución. En el caso de la formación del ioduro de plomo se puede escribir el equilibrio de la siguiente manera:



Siendo K_s el producto de solubilidad de la sal a una temperatura dada. Cuando la concentración de los iones en el equilibrio supera el producto de solubilidad se produce la formación del precipitado, pero si la concentración de iones no supera el producto de solubilidad, entonces los iones se mantienen en disolución. Valores de K_s elevados indican una gran solubilidad de la sal, mientras que valores pequeños indican una baja solubilidad. La solubilidad de una sal o el producto de solubilidad de una sal varían con la temperatura. En general, las sales suelen aumentar la solubilidad conforme aumenta la temperatura.

Cuando el proceso de separación del sólido de la disolución ocurre de manera rápida, se forma un sólido con una estructura desordenada de baja cristalinidad, denominada precipitado. Sin embargo, si el proceso de formación del sólido ocurre más despacio, da tiempo a que se forme una estructura más ordenada, denominada cristal. El hecho de que se forme un precipitado o un cristal depende de la velocidad de formación de los núcleos de sólido y de la velocidad de difusión de los iones en el medio.

Existen diferentes métodos para el crecimiento de cristales en disoluciones entre los que puede destacar: enfriamiento de una disolución concentrada, cambio de disolvente,

evaporación del disolvente, crecimiento de un cristal en disolución saturada, enfriamiento de sólidos fundidos, crecimiento de cristales en geles, etc. En esta práctica se va a preparar PbI_2 mediante precipitación en disolución acuosa, mediante formación de cristales con enfriamiento de una disolución concentrada (ambos procedimientos descritos en la parte a) de la sección 2) y mediante el crecimiento de cristales en gel de sílice (parte b)).

El crecimiento de cristales en gel, es una técnica muy utilizada para obtener cristales de gran tamaño. Un gel se puede definir como un sistema bi-componente que es semisólido donde el sólido forma una estructura tridimensional en la que está embebido el disolvente. Los geles más utilizados para el crecimiento de cristales suelen ser hidrogeles, por lo que la cantidad de agua que contienen suele ser bastante elevada. Se ha estimado que, aunque estos hidrogeles aparentemente parecen sólidos y poseen propiedades parecidas a la de los sólidos, están formados por más de un 90% de agua. Cuando una disolución de silicato sódico se acidifica se puede formar ácido monosilícico que reacciona dando reacciones de polimerización, formando puentes Si-O-Si y agua, este tipo de reacciones llevan a la formación del hidrogel de sílice. El control de las condiciones de síntesis permite preparar no sólo hidrogeles, sino también soles o geles. El crecimiento de cristales en gel de sílice permite obtener cristales de tamaño elevado debido a la lenta difusión de los iones en el medio.

2. Procedimiento experimental

a) Obtención de cristales de ioduro de plomo (II) en disolución acuosa

Se toman 0,15g de ioduro potásico y se disuelven en 4 mL de agua destilada en un vaso de precipitados para preparar una disolución de ioduro potásico. Por otra parte se prepara una disolución de acetato plomo (II) disolviendo 0,3 g de acetato de plomo en 10 mL de agua en un vaso de precipitados. Posteriormente se mezclan las dos disoluciones añadiendo la disolución de ioduro potásico a la de acetato de plomo observándose la formación de un precipitado amarillo. A continuación se deja reposar el precipitado durante unos minutos para a continuación proceder a la decantación de la disolución sobrenadante. A la vez que se preparan las anteriores disoluciones, se calientan 150 mL de agua destilada hasta ebullición en un matraz erlenmeyer de 250 mL. Cuando el agua ya está hirviendo, se añaden 2mL de ácido acético glacial y posteriormente se añade el precipitado amarillo, que se disuelve.

La disolución resultante se enfría en un cristizador con agua fría. Se observa la precipitación de cristales de ioduro de plomo (II). Para una mejor observación de los cristales se agita la disolución para poner los cristales en suspensión.

b) Crecimiento de cristales de ioduro de plomo (II) en gel de sílice

En primer lugar se procede a la preparación del hidrogel de sílice. Primero se toma una muestra de silicato sódico de 7,5 mL. Se utilizará una probeta de plástico, ya que el silicato sódico concentrado ataca al vidrio. A continuación se mezclan en un vaso de precipitados los 7,5 mL de silicato sódico con 7,5 mL de agua destilada, para preparar una disolución diluida de silicato sódico. Por otra parte, se prepara una disolución de ácido acético añadiendo 3 mL de ácido acético glacial sobre 12 mL de agua (Precaución: añadir el ácido sobre el agua y no al revés). Una vez preparada la disolución de ácido acético se le añaden 0,4 g de acetato de plomo (II). Sobre esta mezcla se añade rápidamente la disolución de silicato sódico diluido, obteniéndose un sol de sílice. Rápidamente se pasa el sol de sílice a un tubo de ensayo. Si la adición del silicato sódico es muy rápida la formación de hidrogel va a ser muy rápida, en apenas 10-15 minutos. Si no se formara en ese tiempo el hidrogel, se puede acelerar la formación calentando ligeramente a la llama. Cuando el hidrogel ya está duro, se añade sobre él una disolución preparada con 1 g de ioduro potásico en 5 mL de agua destilada. La formación de cristales de ioduro de plomo dorados ocurre lentamente.

Datos de interés:

Solubilidades de las sales:

KI (frío): 127 g/100 cm³ disolución

KI (caliente): 208 g/100 cm³ disolución

Pb(AcO)₂·3H₂O (frío) 45 g/100 cm³ disolución

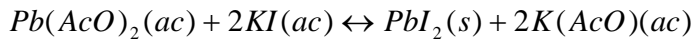
Pb(AcO)₂·3H₂O (caliente) 200 g/100 cm³ disolución

PbI₂ (frío) 0,044 g/100 cm³ disolución

PbI₂ (caliente) 0,41 g/100 cm³ disolución

Cuestiones

Escribe la reacción de formación del ioduro de plomo en disolución acuosa en frío



¿Por qué se disuelve el precipitado de ioduro de plomo en agua caliente?

Porque la solubilidad es mayor y con las cantidades añadidas la disolución no está saturada.

¿Por qué se forman cristales de ioduro de plomo al enfriar la disolución?

Porque disminuye la solubilidad y, como el enfriamiento es lento, la nucleación es baja y permite el crecimiento de los cristales.

¿Qué papel tiene el hidrogel de sílice en la formación de los cristales?

Actúa como disolvente ya que contiene además del sólido (sílice) elevada cantidad de agua.

¿Con qué método se obtienen los cristales de mayor tamaño? ¿Por qué creéis que ha ocurrido así?

Los mayores cristales se forman en el gel de sílice. Los siguientes serían los formados enfriando la disolución y los más pequeños ocurren en la precipitación a temperatura ambiente. Ocurre porque la difusión de iones en el gel (casi sólido) es más lenta que en disolución acuosa.