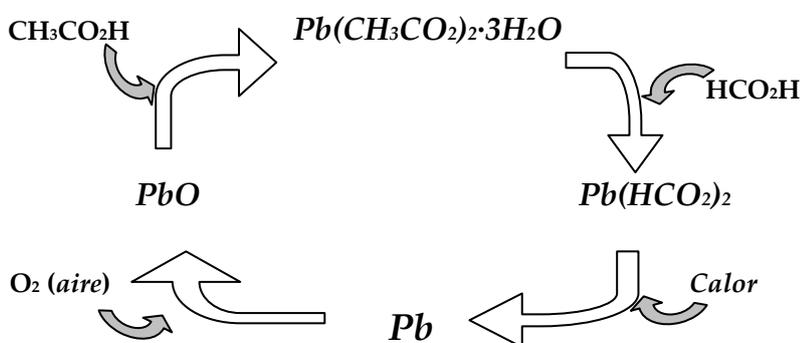


TRANSFORMACIONES EN MICROESCALA DE ALGUNOS COMPUESTOS DE PLOMO.
UN CICLO PARA MINIMIZAR LA PRODUCCIÓN DE RESÍDUOS.

El plomo y sus compuestos se han utilizado durante mucho tiempo para realizar experimentos relacionados con diagramas de fases, solubilidad, deposición química y equilibrios en disolución. Asimismo sus compuestos son de interés en diferentes aplicaciones: baterías ácidas de plomo tipo, pinturas y pigmentos, fabricación de vidrios ópticos, etc.

Aunque se trata de un elemento tóxico, la tendencia aplicada en otros sistemas de buscar un sustituto cuyos productos tengan propiedades similares y sean menos contaminantes no es posible. Por esta razón se aconseja el desarrollo de procesos cíclicos que minimicen la producción de residuos. En este sentido, la totalidad de las baterías de plomo que se almacenan en los centros de recogida son procesadas para la recuperación del plomo, de tal manera que una batería nueva se fabrica a partir del plomo reciclado. En esta práctica se propone un ciclo de reacciones químicas para la regeneración del Pb, que implica la transformación consecutiva de acetato de Pb(II) a formiato de Pb(II), plomo metal, y óxido de Pb(II), este último a su vez se utiliza para producir el acetato de partida, de acuerdo con el esquema representado debajo.



En este conjunto de ensayos se pone énfasis en que los compuestos tóxicos pueden estudiarse de manera adecuada utilizando una combinación de las técnicas de microescala y un esquema simple para reciclar los residuos. *Por esta razón todos los residuos procedentes de las distintas preparaciones deben recogerse en recipientes debidamente etiquetados. Consultar con el Profesor Encargado de la práctica.*

1. Preparación de Formiato de Plomo

Precauciones. Los compuestos de Plomo son tóxicos si se inhalan. El ácido fórmico concentrado es tóxico y corrosivo. La acetona es muy volátil e inflamable. Utilizar campana o realizar las medidas en el laboratorio bien ventilado.

Procedimiento

En un tubo de ensayo coloque 1 g de acetato de plomo, $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ y 3 mL de agua destilada. El tubo de ensayo se introduce en un baño de agua a 60-80 °C y la mezcla se agita con una varilla. La disolución resultante (generalmente no se requiere filtrar) se trata con 2 mL de ácido fórmico comercial del 99 %. Inmediatamente se forma un precipitado blanco de $\text{Pb}(\text{HCO}_2)_2$. El vaso se enfría en un baño de hielo durante unos diez minutos. Para recuperar los cristales el líquido se decanta y se lava con acetona también por decantación (3 porciones de 4 mL). Es aconsejable agitar el precipitado durante los lavados para eliminar completamente los ácidos carboxílicos y el agua.

El producto se seca en una estufa a 60-80 °C durante 20 minutos colocado en un tubo horizontal situado en el interior de otro tubo de mayor tamaño para evitar la proyección de las partículas durante la evaporación de la acetona. Pese el producto seco y calcule el rendimiento de la reacción que ha tenido lugar.

Caracterización del Producto

Preparar previamente 50 mL de cada una de las siguientes disoluciones:

CH_3COOH	4 M	KMnO_4	0.1 M	KI	1 M
H_2SO_4	1 M	$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	0.1 M	NaOH	4 M

La presencia de formiato se realizará mediante métodos físicos y químicos. Como método físico de identificación del compuesto se utilizará la técnica de difracción de Rayos X (XRD). Registre el espectro XRD consultando con el profesor.

Para la identificación química del formiato se colocarán dos gotas de ácido acético 4 M y una gota de KMnO_4 0.1 M en un vidrio reloj. Añada unos cristales del formiato y agite. Anote los cambios observados y escriba la reacción que ha tenido lugar. Para confirmar la presencia de Pb^{2+} se puede utilizar una disolución de alrededor de 10 mg de formiato de plomo en 1 mL de H_2O con una disolución 1 M de KI y 1 M de H_2SO_4 . Anote los cambios observados y escriba las reacciones que han tenido lugar.

NO TIRAR las disoluciones sobrantes, pues se utilizarán por el siguiente grupo.

2. Preparación de Pb metal.

Procedimiento

En un pequeño tubo de cuarzo (4-6 cm de longitud y 4-6 mm de diámetro), se colocan 100-200 mg de formiato de plomo y se pesa por diferencia. Coloque lana de vidrio en el extremo del tubo para reducir la circulación del aire y evitar la oxidación del producto mientras ocurre la reacción. El tubo se calienta en un horno a 300 °C durante 5 minutos, se deja que se enfríe y se vuelve a pesar. Evite que supere la temperatura de 300 °C ya que el Pb funde a 327 °C. Anote los cambios observados. De nuevo, los productos formados se identificarán mediante XRD.

3. Preparación de Monóxido de Plomo.

Procedimiento

El resto del formiato de Pb se pesa en un vidrio reloj y se calienta en el horno a 300 °C durante una hora. Se observa un claro cambio en el color, de negro grisáceo a rojo-marrón. El plomo inicialmente formado se transforma lentamente en óxido por la acción del oxígeno atmosférico. Escriba la reacción que ha tenido lugar y calcule su rendimiento.

Si el aire caliente es insuficiente, el producto formado puede contener plomo metal. Como método de caracterización del producto se utilizará la técnica XRD. Tras la identificación del producto, caliente de nuevo durante una hora a 600 °C. Después de enfriar, pese el producto formado y registre el espectro XRD. Anote y discuta los cambios observados.

4. Reciclado de los productos.

El PbO obtenido se puede tratar con ácido acético. La mezcla se calienta suavemente para obtener una disolución clara, que si es necesario se puede filtrar, y se cristaliza a sequedad en un desecador con lentejas de KOH. El acetato resultante puede almacenarse para su reutilización.

5. Obtención y Caracterización de Glóbulos de Pb

La fácil obtención de Pb de sus sales es un proceso bien conocido y numerosos experimentos se han descrito para ilustrar el crecimiento de cristales de Pb a partir de estas disoluciones. El método empleado en la práctica permite obtener grandes glóbulos de Pb en apenas un minuto. Los glóbulos de 1-3 cm de diámetro permanecen flotando durante un tiempo prolongado.

Disponga 25 mL de una disolución 0.1 M de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ en un vaso de precipitado de 100 mL. Añada 25 mL de NaOH 4 M; el precipitado de $\text{Pb}(\text{OH})_2$ formado se disuelve en el exceso de NaOH. La disolución resultante se calienta a 60-80 °C y se añaden gránulos de Al (40-60 mg). Inmediatamente se forma un glóbulo esferoidal flotante de color gris que eventualmente puede sumergirse. Sucesiva adición de trozos de aluminio conduce a la formación de nuevos glóbulos hasta que la mayoría del plomo de la disolución se consume.

Explique los hechos observados utilizando los diagramas de *Latimer* para las especies de Pb y Al.

Cuestiones adicionales

- 1.- Discuta la estabilidad de los estados de valencia del Pb.
- 2.- Analice las formas de conversión de los sistemas PbO , Pb_3O_4 y PbO_2 .
- 3.- Describa algunas aplicaciones del Pb y sus compuestos.
- 4.- Explique por qué el plomo es un elemento tóxico.