

ANALISIS CUALITATIVO ELEMENTAL ORGANICO

I. OBJETIVOS

- a) Conocer algunas pruebas sencillas de laboratorio en las que se basa el análisis cualitativo elemental orgánico.
- b) Identificar, a través de reacciones específicas, los elementos más comunes que constituyen a los compuestos orgánicos.
- c) Adiestrarse en el manejo de pequeñas cantidades de sustancias que requiere este tipo de trabajo analítico.

II. MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Vidrio de reloj	1
Pipeta de 5 ml *	1	Frascos "viales"	3
Vaso de pp. de 250 ml *	2	Espátula	1
Vaso de pp. de 100 ml *	1	Pinzas para tubo de ensayo	1
Tubos de ensayo de 16 x 150 mm.	9	Pinzas de tres dedos con nuez	1
Tubo de desprendimiento	1	Mechero con manguera	1
Embudo de vidrio	1	Gradilla	1
* graduado			

III. SUSTANCIAS

Sodio metálico	Acido sulfúrico conc.
Etanol	Acido clorhídrico conc.
Oxido cúprico (CuO)	Acetato de plomo
Nitroprusiato de sodio	Hipoclorito de sodio, sol. comercial
Nitrato de plata	Tetracloruro de carbono
Hidróxido de bario	Acido nítrico conc.
Sulfato ferroso	Hidróxido de amonio
Acido acético	Dióxido de plomo

Para las muestras problema, utilizar diversas sustancias que contengan C, H, O, N, S, Cl, Br, I.

IV. INFORMACION

- a) Los elementos más comunes que se encuentran en los compuestos orgánicos son C, H, O, N, S, y X (halógenos).
- b) La identificación de carbono e hidrógeno se logra si el compuesto problema se hace reaccionar con óxido de cobre (CuO) a alta

temperatura para formar productos de oxidación característicos.

c) La identificación de nitrógeno, azufre y los halógenos, se basa en la conversión de ellos a sales solubles en agua y así poder reaccionar con reactivos específicos.

d) Uno de los métodos para esta conversión es la fusión alcalina de los compuestos orgánicos en presencia de sodio metálico.

V. PROCEDIMIENTO

1).- Identificación de carbono e hidrógeno por oxidación.

En un tubo de ensayo limpio y seco provisto de tapón con tubo de desprendimiento, coloque una mezcla de 0.2 g de muestra problema

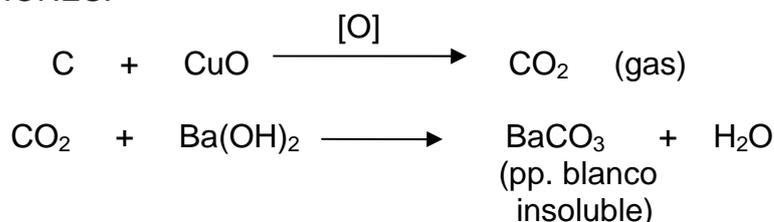
y 0.4 g de óxido cúprico .

En otro tubo de ensayo coloque 5 ml aproximadamente de solución acuosa de hidróxido de bario (nota 1).

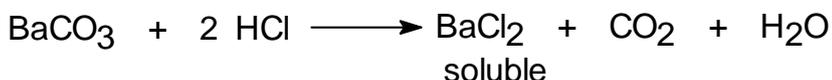
Caliente entonces el primer tubo y reciba, en el segundo tubo, el gas que se desprenda, haciéndolo burbujear dentro de la solución de hidróxido de bario.

Si hay presencia de carbono, éste deberá desprenderse en forma de dióxido de carbono que al contacto con el hidróxido de bario formará un precipitado blanco de carbonato de bario. Si hay presencia de hidrógeno, éste formará pequeñas gotas de agua que se condensarán en la parte superior de las paredes del tubo de ensayo.

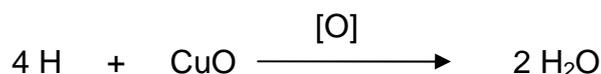
REACCIONES:



Este precipitado se disuelve en medio ácido:



El hidrógeno forma gotitas de agua:



2).- Identificación de nitrógeno, azufre y halógenos.

Método de la fusión alcalina (Prueba de Lassaigne).

En un tubo de ensayo limpio y seco, coloque 200 mg de sodio metálico en trozos pequeños (nota 2). Con las pinzas lleve el tubo a la flama del mechero (Fisher) y caliéntelo moderadamente hasta

que funda el sodio (se forma un glóbulo metálico). En ese momento y fuera de la flama, agregue 100 mg de la muestra problema. Caliente el tubo de manera uniforme para que todo el contenido se carbonice y manténgalo en la flama hasta que alcance el rojo vivo; continúe así durante 10 a 15 minutos.

Retírelo entonces de la flama y déjelo enfriar.

Agregue luego 1 ml de etanol gota a gota y agitando con el fin de disolver el sodio que no reaccionó. Esta disolución origina desprendimiento de burbujas. Remueva el fondo del tubo con el agitador y si es necesario agregue más etanol, hasta 3 ml.

Al terminar el burbujeo agregue 10 ml, aproximadamente, de agua destilada y vuelva a calentar (ahora con el mechero Bunsen) a fin de solubilizar completamente las sales de sodio formadas.

Filtre, por filtración rápida, el contenido del tubo (primero humedezca el filtro con agua destilada); el filtrado deberá ser transparente y traslúcido y de pH alcalino.

REACCION



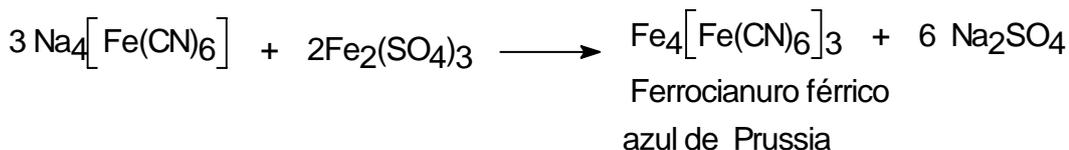
Con el filtrado se harán las siguientes pruebas:

a) Identificación de nitrógeno:

En un tubo de ensayo coloque 100 mg de sulfato ferroso y agregue 1 ml del filtrado. Caliente con cuidado y agitación continua hasta ebullición durante 1 ó 2 minutos, inmediatamente agregue con precaución gotas de ácido sulfúrico diluido (1:1) con el fin de disolver los hidróxidos, ferroso y férrico, que se hubieran formado por la oxidación con el aire durante la ebullición. El pH deberá ser ácido.

Deje reposar el tubo durante 5 ó 10 minutos. La aparición de un precipitado o coloración azul de Prussia indica la presencia de nitrógeno.

REACCION:

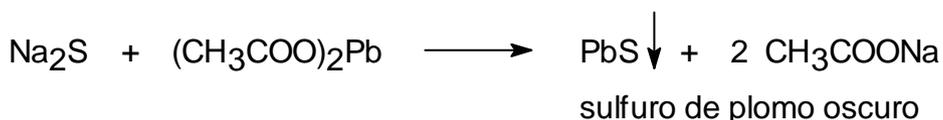


b).- Identificación de azufre.

Pueden hacerse las dos pruebas siguientes:

b₁) En un tubo de ensayo coloque 1 ml del filtrado, acidule con gotas de ácido acético diluido (1:1) agregue gotas de solución de acetato de plomo y caliente. La aparición de un precipitado oscuro indica la presencia de azufre en forma de ion sulfuro.

REACCION:



b₂) En un tubo de ensayo coloque 1 ml del filtrado y agregue gotas de solución de nitroprusiato de sodio. La aparición de una coloración púrpura indica la presencia de azufre en forma de ion sulfuro.

REACCION:



c).- Identificación de halógenos.

En un tubo de ensayo coloque 1 ml del filtrado, acidule con ácido nítrico diluido (1:1) y caliente hasta ebullición para eliminar a los sulfuros en forma de ácido sulfhídrico y a los cianuros como ácido cianhídrico (nota 3). Añada entonces gotas de solución de nitrato de plata hasta la aparición de un precipitado de halogenuro(s) de plata.

Si la muestra contiene solamente uno de los halógenos, se podrán observar los siguientes precipitados:

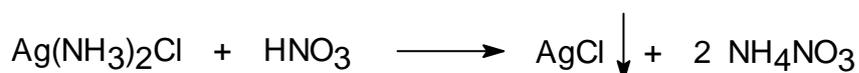
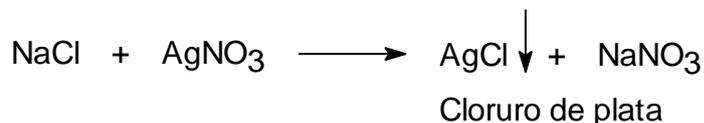
Cloruro.- El cloruro de plata es un precipitado blanco caseoso que por

Este

acción de la luz o el calor toma un color violeta oscuro.

precipitado es soluble en hidróxido de amonio y vuelve a precipitar si se agrega ácido nítrico.

REACCION:



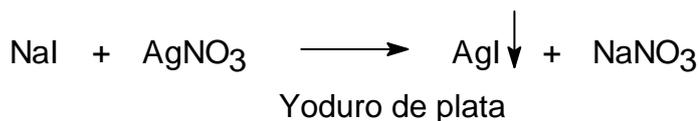
Bromuro.- El bromuro de plata es un precipitado amarillo crema. Es parcialmente soluble en hidróxido de amonio.

REACCION:



Yoduro.- El yoduro de plata es un precipitado amarillo que es insoluble en hidróxido de amonio.

REACCION:



d).- Cloro, bromo, yodo. Determinación conjunta.

Si en el filtrado se encuentran los tres aniones, se procede de la siguiente manera para su identificación:

En un tubo de ensayo coloque 1 ml del filtrado, acidule con gotas de ácido sulfúrico diluido (1:1), enfríe y añada 1 ml de tetracloruro de carbono. Añada lentamente una gota de agua de cloro y agite (nota 4).

Si el yoduro está presente, éste se oxida rápidamente por el agua de cloro y pasa a yodo elemental que se deposita en el tetracloruro, impartándole una coloración violeta rojizo o

púrpura.

A medida que se sigue agregando agua de cloro y agitando, el color púrpura desaparece, pues el yodo se oxida a yodato y si el bromuro está presente, éste a su vez se oxida a bromo e imparte ahora una coloración café rojizo o ámbar al tetracloruro de carbono.

REACCION:



Finalmente, para identificar el cloro, tome en un tubo de ensayo 1 ml del filtrado alcalino y acidúlelo con gotas de ácido acético, añada 300 mg aproximadamente de dióxido de plomo y caliente a ebullición para eliminar el bromo y el yodo.

Agregue 4 ml de agua destilada y filtre el residuo de dióxido de plomo.

En el filtrado se hace la prueba para cloruro con nitrate de plata, en medio nítrico diluido (gotas).

NOTAS

- 1) Prepare la solución mezclando 300 mg de hidróxido de bario con 8 ó 10 ml de agua destilada. También se pueden emplear hidróxido de calcio.
- 2) Extreme los cuidados al trabajar con sodio. Use las gafas de protección, use las pinzas para tubo, evite el contacto del sodio con la piel ya que puede ocasionarle quemaduras. No lo ponga en contacto con el agua, pues reacciona violentamente.
- 3) Verifique la eliminación de sulfuros, colocando en la boca del tubo un papel filtro humedecido con gotas de solución de acetato de plomo. La eliminación ha sido completa cuando el papel filtro no se oscurece por la formación de PbS.
- 4) Para preparar el agua de cloro se puede seguir cualquiera de los dos procedimientos siguientes:
 - a).- Mezcle 5 ml de solución de hipoclorito de sodio comercial y 2 ml de ácido clorhídrico concentrado (en la campana).

El gas cloro se desprende en forma de pequeñas burbujas.

b).-Pese 0.3 g de clorato de potasio (KClO_3), disuelva con 5 ml de agua destilada y agregue 5 ml de HCl concentrado, poco a poco y con agitación (en la campana).

VI. ANTECEDENTES.

- a) Pruebas generales de identificación en el análisis cualitativo elemental orgánico.
- b) Pruebas de identificación de carbono e hidrógeno.
- c) Método de la fusión alcalina. Identificación de nitrógeno, azufre, cloro, bromo, yodo.
- d) Reacciones que se efectúan en cada caso.
- e) Interferencias más comunes en estas pruebas de identificación.
- f) Otros métodos de análisis elemental.

VII. CUESTIONARIO

- a) ¿Cuál es el principio en el que se basa el análisis cualitativo elemental orgánico por el método de fusión alcalina?.
- b) ¿Cuál es el principio en el que basa la determinación cualitativa de carbono e hidrógeno en estas pruebas de laboratorio?.
- c) ¿Cuál es el principio en el que se basa el análisis conjunto de yodo y bromo en presencia de agua de cloro y tetracloruro de carbono?.
- d) Mencione 5 propiedades y/o características de las sustancias, que contribuyan a su identificación cualitativa elemental.
- e) ¿Qué otro tipo de análisis podría realizarse para confirmar la información obtenida en estas pruebas de laboratorio?.
- f) ¿Cuál es la forma correcta de eliminar desechos de ácido sulfúrico, ácido nítrico y ácido acético?.
- g). ¿Cómo se eliminan desechos de sales inorgánicas? Como por ejemplo carbonato de bario, cloruro de bario, ferrocianuro férrico, sulfuro de plomo o haluros de plata.

VIII. BIBLIOGRAFIA

- a) Vogel A.I.
A Textbook of Practical Organic Chemistry
Third Edition
Longmans
London, 1962.

- b) Shriner R.L., Fuson, R.C. y Curtin D.Y.
Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos
Limusa
México, 1977.

- c) Brewster R.Q., Vander Werf C.A. y Mc Ewen W.E.
Curso Práctico de Química Orgánica
2^a. Edición
Madrid, 1979.

- d) Pavia D.L., Lampman, G.M. and Kriz G.S.
Introduction to Organic Laboratory Techniques
W.B. Saunders Co. Piladelphia, 1976.