

ANALISIS ELEMENTAL ORGANICO

OBJETIVOS:

- Reconocer los elementos orgánicos como el carbono , hidrógenos , oxígenos y nitrógenos.
- Diferenciar un compuesto orgánico de un inorgánicos
- Utilizar los diferentes métodos del análisis (organoléptico, pirognostico).
- Reconocer la presencia de halógenos, azufre, nitrógeno y fósforo, cianuros, fosfatos en los compuestos a trabajar.
- Propiciar la conversión de los elementos de un compuesto orgánico en sales iónicas.

FUNDAMENTO TEORICO:

El análisis elemental podemos definirlo como el conjunto de operaciones que permiten conocer cuales son los elementos y en que proporción se encuentran un compuesto químico, se desarrollo en dos etapas:

- **ANÁLISIS ELEMENTAL CUALITATIVO:** si se propone determinar cuales son los elementos que constituye la sustancia orgánica o la sustancia de estudio.
- **ANÁLISIS ELEMENTAL CUALITATIVO:** si se propone determinar la proporción en que se hallan combinados dichos elementos en la sustancia.

Los elementos que se encuentran comúnmente en los compuestos orgánicos: Carbono , hidrógeno , oxígeno , nitrógeno , si al calentarse cierta cantidad de una muestra desconocida con la llama luminosa ; dejando un pequeño residuo es casi seguro que es un compuesto orgánico , que contiene carbono con excepciones estables , por ejemplo el tetracloruro de carbono (CCl_4) los compuestos orgánicos son combustibles en tanto que los inorgánicos no los son .

De hecho, esta propiedad puede emplearse como un sencillo estado experimental para determinar si un compuesto es orgánico o inorgánico.

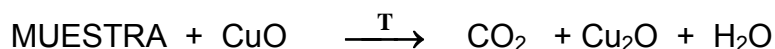
El conocimiento de los elementos que constituyen los compuestos orgánicos

Es esencial al tratar de caracterizarlos. sin embargo, y antes de poder realizar los ensayos cualitativos pertinentes, hay que transformar los elementos de forma covalente, en el que interviene normalmente los compuestos sencillos, para los que existe análisis cualitativos de rutina. Los elementos que suelen existir corrientemente en los compuestos orgánicos, además del carbono, hidrógeno y oxígeno son el nitrógeno, azufre y los halógenos, siendo estos los que nos concierne.

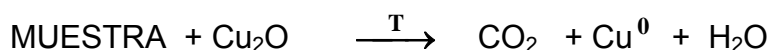
2.1 IDENTIFICACION DEL CARBONO, HIDROGENO Y AZUFRE

Método del óxido cuprico: el principio del método consiste en la reducción del óxido cuprico o cuproso y cobre metálico y la transformación del carbono en anhídrido carbónico y el hidrógeno en agua.

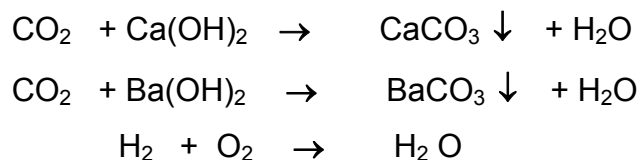
El CO_2 es recibido en la solución de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ o de $\text{Ba}(\text{OH})_2$, con las cuales reaccionan dando precipitados de CaCO_3 y BaCO_3 , que precipita en la solución de color blanco. El agua que se forma se condensa en las paredes del tubo de ensayo.



en exceso de muestras el óxido cuproso formado puede continuar su acción oxidante hasta reducirse a cobre metálico.



La formación de un residuo rojo metálico de cobre comprueba efectivamente que ha existido una oxidación.

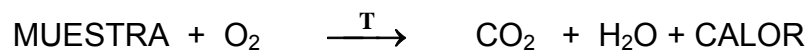


Si la sustancia no presenta carbono (sustancia orgánica) la reacción hubiera sido negativa.

Prueba de combustión: En esta prueba debe observarse los fenómenos siguientes: fusión carácter de la llama, formándose de residuos, formación de gotitas de agua.

Reacciones químicas:

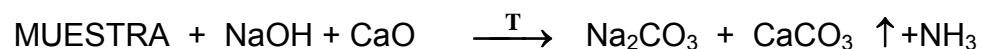
En el caso de combustión completa (llama azul)



En el caso de combustión incompleta (llama amarilla)



Método de la cal sodada: este método nos muestra si la sustancia estudiada contiene nitrógeno que al ser calentado en presencia de la cal sodada (NaOH y Ca(OH)_2) se obtiene amoníaco NH_3 .



2.2 IDENTIFICACION DE NITROGENOS, HALOGENOS Y AZUFRE

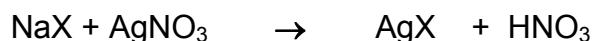
METODO DE LASSAIGNE: para las investigaciones cualitativas del nitrógeno, halógenos, fósforos y azufre en los compuestos orgánicos, estos se transforman en sales orgánicas. Uno de los procedimientos que se emplea con este fin, consiste en la fusión de la sustancia orgánica con sodio metálico que convierte el azufre en sulfuro de sodio (Na_2S) el nitrógeno en cianuro de sodio (NaCN), los halógenos en halogenuros, el fósforo en fosfatos.



1. **HALOGENOS:** (halogenuros-x): el nombre de halógeno significa “producto de sales”. la familia de los halógenos comprende el fluor, cloro, bromo, yodo. La electronegatividad de los halógenos decrece de fluor al yodo, con el H forman hidrácidos y con los metales sales, la investigación de halógenos se puede realizar mediante ensayo de BEILSTEN o la solución procedente de la fusión con Na.

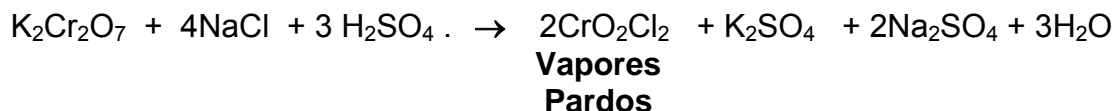
A.- IDENTIFICACION DEL CLORO:

A.1- Con el nitrato de plata: la investigación de halógenos en los compuestos orgánicos se puede realizar transformando el derivado halógeno en halogenuro sodico. El Ion haluro se reconoce por la formación del halogenuro de plata, en el caso del cloro nos dará un precipitado blanco AgCl , con el Br nos dará un precipitado amarillento AgBr y con el yodo nos dará un precipitado amarillo AgI .



A.2- Con dicromato de potasio: solamente los cloruros pueden formar cloruros de cromilo (vapores parduscos) cuando es tratado con dicromato y H_2SO_4 .

1ml. de muestra + 1ml. de dicromato de potasio + 0.5 ml. de H₂ SO₄ .



B.- IDENTIFICACION DEL YODO:

B.1- con cloruro ferrico: una pequeña porción de la solución se agrega gotas de HCl y FeCl₃ consiguiendo libera al yodo en forma libre. Que luego tratado con almidón o solventes no polares (benceno, tolueno, cloroformo, sulfuro de carbono) permite su identificación.

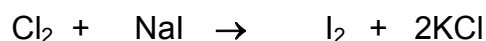


Solución

Azul

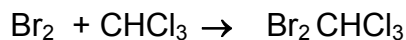
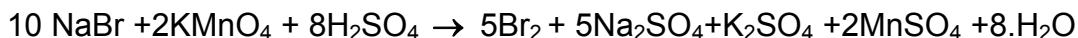


B.2- Con agua clorada: en forma idéntica al anterior, si agregamos a la muestra gotas de agua clorada, esta libera al yodo en forma molecular cuya identificación será empleada los mismos reactivos de la anterior.



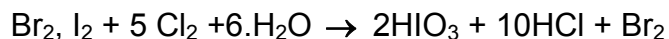
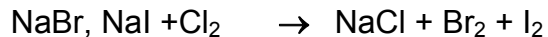
C.- IDENTIFICACION DEL BROMO:

C.1- Con permanganato de potasio: una pequeña porción de la solución se agrega gotas de ácido sulfúrico concentrado y gotas de permanganato de potasio, consiguiendo liberar el Br en forma molecular (Br₂), luego añadir cloroformo; permite su identificación.

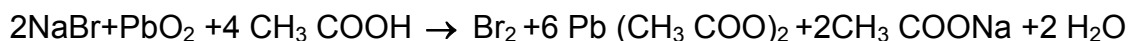


Rojo marron

C.2- Con agua clorada: También el bromo se le identifica por el desplazamiento con agua clorada, eliminando previamente al yodo con exceso de cloro, por formación del ácido yódico, quedando en la solución el bromo libre, cuya identificación es semejante a la anterior.



C.3- Con fluorescencia: la presencia de bromo puede identificarse con este reactivo específico, con la cual una coloración roja intensa forma la eosina (tetrabromo fluoresceína). Primero se separa el yodo por extracción con tetracloruro de carbono, luego se libera el bromo y se identifica con la fluoresceína.



C.4- Ensayo de beilstein: es un método rápido para investigar halógenos se emplea un alambre de cobre y calor que con la muestra halogenada produce un halogenuro volátil que a la llama da un color verde azulada.



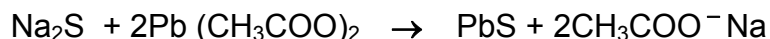
2.- AZUFRE : el azufre se encuentra en un estado nativo en los volcanes , de color amarillento limón insípido , soluble en sulfuro de carbono , es mal conductor del calor y la electricidad , por el frote electriza negativamente los estados

alotrópicos del azufre son dos formas cristalizadas por fusión y dos formas amorfas, la soluble y la insoluble.

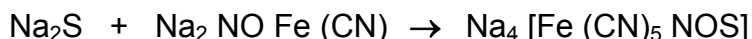
El azufre es combustible, arde con el oxígeno o en el aire con una llama azul, es un reductor, con el hidrógeno bajo la acción del calor da SH_2 , se combina con la mayoría de los no metales dando sulfuros, se combina con los metales a más o menos temperaturas elevadas, dando sulfuros metálicos. Usando para su obtención de anhídrido sulfurado y ácido sulfúrico se puede preparar sulfuros de carbono, hiposulfitos, pólvora negra, vulcanizar el caucho, preparar la ebanita.

D.- IDENTIFICACION DE SULFUROS:

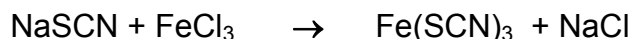
D.1- Con acetato de plomo: el azufre en los compuestos orgánicos se investiga en la solución procedente de la fusión con sodio metálico. El ion se reconoce como sulfuros de plomo.



D.2 - Con nitroprusiato de sodio: el ion se puede reconocer, se puede formar sulfocianuro de sodio, se hace según la reacción.



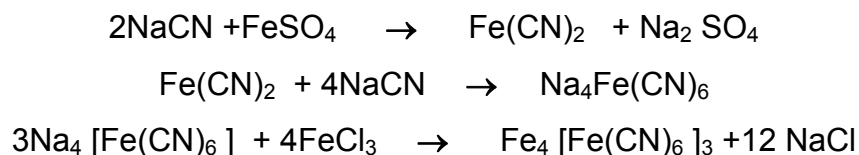
D.3- Con cloruro ferrico: en el caso de que la muestra contenga azufre y nitrógeno, se puede formar sulfocianuro de sodio, que al ser calentado con cloruro ferrico da una coloración rojo sangre.



3.- NITROGENO (cianuros CN): el nitrógeno se puede investigar por formación de ferrocianuro ferrico de “azul de Prusia” o por fusión de cal sodada. Algunas sustancias orgánicas nitrogenadas al ser quemadas desprenden un olor a pelo quemado.

E. IDENTIFICACION DEL CIANURO I

E.1- Formación del azul de Prusia: la sustancia orgánica por fusión de sodio da el cianuro sodico. El cual se convierte en ferrocianuro de sodio que con el Fe_3Cl produce un precipitado de ferrocianuro insoluble de azul de Prusia.



E.2- formación del azul de benedecida : el Ion cianuro también puede ser reconocido con la benedecida.

4.- FOSFORO (fosfato PO_4^{3-}): el fósforo existe en la naturaleza en estado de fosfato de hierro , magnesio, plomo y principalmente de calcio , hay existencia de fósforo en la orina , en el sistema nervioso, presenta varios estados alotrópicos como el ordinario o blanco y el rojo.

Es oxidable al aire seco fosforescente, soluble en sulfuro de carbono.

F- IDENTIFICACION DEL FOSFORO: a la muestra se le agrega solución de molibdato de amonio y acido nítrico diluido. Se calienta la solución a 50°C por 2 minutos y después se deja en reposo. Si en un periodo de 30 minutos aparecerá un precipitado amarillento, indicara la presencia del fósforo.



III- PARTE EXPERIMENTAL:

IDENTIFICACION DEL CARBONO, HIDROGENO Y AZUFRE

Materiales:

- Tubos de ensayo.
- Gradilla.
- Mechero de bunsen.
- Vasos precipitados .
- Pinzas.
- Embudo.
- Bagueta.
- Pisceta .
- Papel de filtro.
- Tubo de desprendimiento.
- Papel de tornasol.

Reactivos:

- Acido benzoico.
- Acido oftalico.
- Oxido de cobre.
- Hidróxido de calcio.
- Urea.
- Acetato de plomo.
- Cisteina.

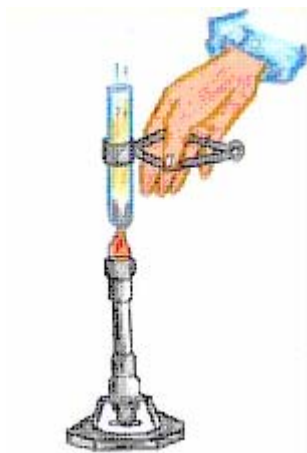
Experimento 1.- reconocimiento del carbono.

- Agregamos en un tubo de ensayo mg. de ácido benzoico, luego sometemos al calor por 3 a 5 minutos aproximadamente; hasta observar que libere gases y en que la parte interna quede residuos color negro y en las paredes del tubo quede vapor de agua.



RESULTADOS:

- Los residuos negro se dan por la presencia de carbono en dicha sustancia.
- El carbono se reconoce directamente quemando la sustancia. Si la sustancia no es volátil deja un residuo negrozco constituido por carbono.

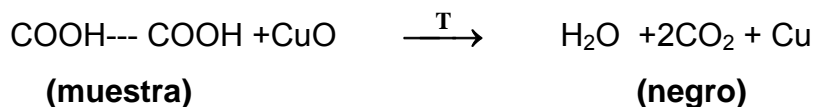


Experimento 2.- reconocimiento del carbono y del hidrogeno simultáneamente, por oxidación mediante el CuO.

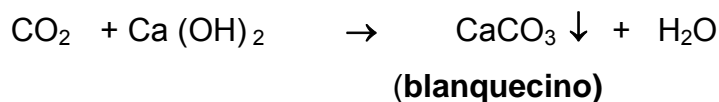
- Agregamos en tubo de ensayo mg. de ácido oftálico (muestra) previamente desecado al cual le agregamos óxido cuprico que actúa como catalizador. Adaptar tubo de desprendimiento, introducir la extremidad libre del tubo

dentro de un tubo de ensayo que contenga agua de cal filtrada y someter al fuego.

(En el primer tubo de ensayo)



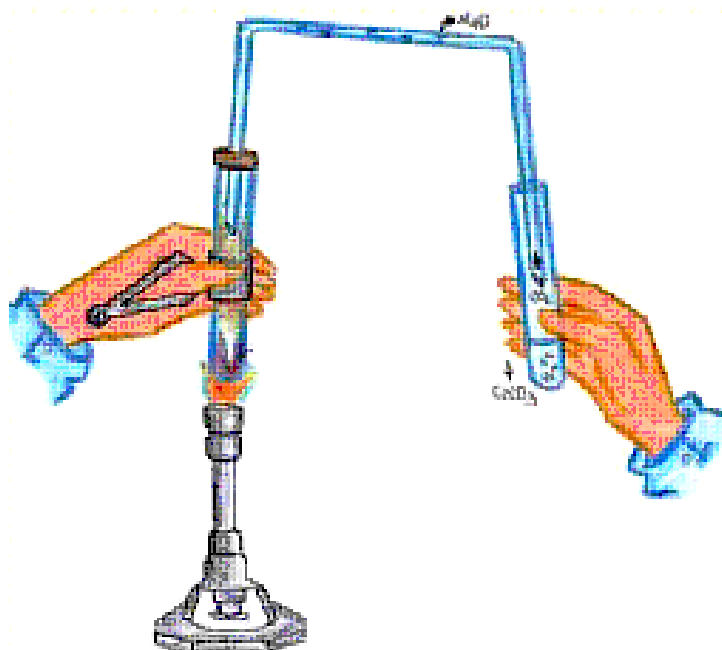
(En el segundo tubo de ensayo)



RESULTADO:

- El carbono de la sustancia se combina con el oxígeno del óxido de cobre, formando CO_2 ; el hidrógeno forma agua, quedando cobre metálico en el fondo del tubo de prueba.
- El agua de cal se prepara tratando un fragmento de óxido de calcio o cal viva por el agua destilada y filtrando.
- El agua que se forma a expensas del hidrógeno reductor de la sustancia y del oxígeno del óxido de cobre, se acumula en forma de finas gotas que empañan las paredes del tubo de prueba.

- Al final del análisis se puede comprobar en el fondo del tubo de prueba un espejo de cobre metálico.
- El CO se reconoce porque enturbia el agua de cal



Experimento 3.- reconocimiento del nitrógeno

- Agregar a un tubo de ensayo mg. de urea, se somete a la acción del calor y los vapores (NH_3) se recogen en papel de tornasol.



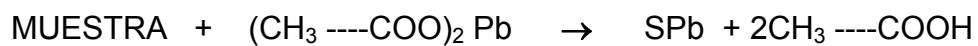
Resultados:

Esta prueba nos ayuda a la identificación del amoniacó NH_3 ya que es una base y el papel de tornasol rojo se torna de color azul.



Experimento 4.- reconocimiento del azufre

- Humedecer el papel de filtro con acetato de plomo y colocar en la secadora hasta que este seco.
- agregar en un tubo de ensayo cisterna (muestra problema) someter al calor y los vapores se recoge con el papel de acetato de plomo .



Resultados:

- El papel de acetato de plomo se torna marron .

IDENTIFICACION DE NITROGENOS, HALOGENOS Y AZUFRE

Materiales:

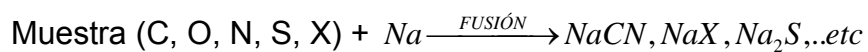
- tubo de ensayo.
- Mechero bunsen
- Gradilla.
- Vasos precipitados .
- Pinzas.
- Embudo.
- Bagueta.
- Pisceta .
- Papel de filtro.
- Matraz de erlenmeyer.

Reactivos:

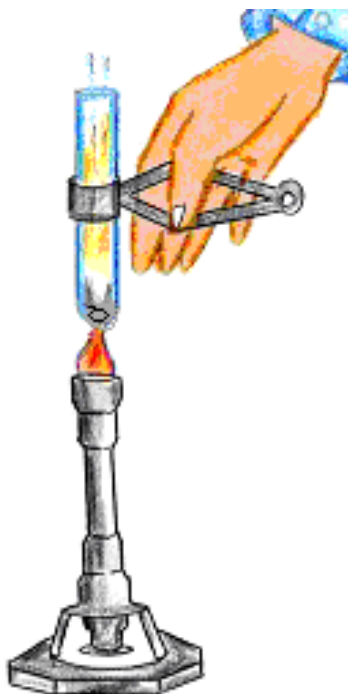
- Sodio.
- Muestra problema (Ca,N,S,Cl,Br,I).
- Alcohol etílico.
- Agua estilada.
- Acido acético.
- Sulfato ferroso.
- Tricloruro ferrico.
- Acido nítrico.
- Acetato de plomo.
- Nitrato de plata.
- Hidróxido de amonio.

1. Fusión con Sodio

- Cortar con un espátula un pequeño trozo de sodio metálico, colocar en un tubo de ensayo pirex bien seco.
- Calentar el tubo manteniéndolo en posición vertical, con llama directa y suave en parte inferior. Cuando el empiece a fundir y sus vapores se eleven serpuela de la llama inmediatamente, con cuidado. Se agrega 0.2 g de muestra de tal manera que caiga al fondo del tubo.
- Continuar calentando hasta que se encuentre al rojo vivo (rojo cereza) y luego se deja enfriar.
- Agregar en el tubo 3ml de Alcohol etílico para evitar un explosivo luego echar 8 ml agua destilada, mezclar con la vaqueta.
- Filtra en caliente (filtración simple), es filtración tiene que ser translucida.
- En la solución filtrada se investiga la presencia de Nitrógeno, azufre, Halógeno, fósforo.
- Dividir lo filtrado en 3 tubos de ensayo.



Δ

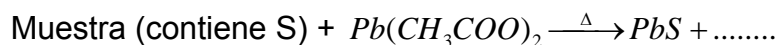


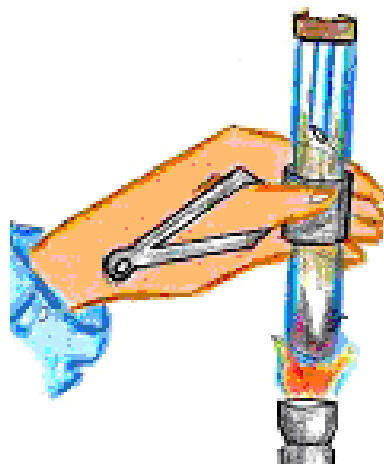
2. Determinación del Nitrógeno (Cianuro CN)

- A 3 ml del filtrado se agrega 3 gotas de solución de sulfato ferroso al 5% (recién preparada) y se agita.
- Posteriormente se agrega 3 gotas de solución ácido acético (inoloro) y sol de sida ferrosa.
- Calentar el tubo suavemente (procurando que no hierva saltos) por aprox. 30 segundos dejar enfriar y agregar 2 gotas de solución de cloruro férrico al 5%.
- La aparición de una coloración azul intensa (azul de prusia) indica la presencia de nitrógeno. Escribir la reacción.
- Si la coloración obtenida es azul- verdosa, esto indica que hay nitrógeno, pero que la fusión alcalina fue incompleta.
- Se puede observar que no existe ningún cambio.
- Como no existió ningún cambio se trato con otros compuesto a la muestra filtrada como: $FeSO_4, HCl, FeCl_3$.
- Tampoco se aprecia ningún cambio.

3. Determinación del Azufre (Sulfuros S)

- Tomar 2 ml de filtrado y colocarlos en un tubo de ensayo.
- Agregar 3 gotas de acetato de plomo al 5%, a uno de los tubos calentándolos. La aparición de un precipitado indica la presencia de sulfuro de plomo. Escriba la Reacción.
- Se puede apreciar la presencia de ppdo marrón.



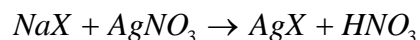


4. Identificación de Halógenos X⁻

A 3 ml. del filtrado agregar 2-3 gotas de ácido nítrico concentrado (HNO₃(cc)).

Agotar por unos segundos.

- a. Calentar suavemente (procurando que no hierva a saltos) para aproximadamente 60 segundos, con el fin de eliminar el azufre y el nitrógeno que contiene la muestra, observándose un cambio amarillo.
- b. En caliente, agregar 3 gotas de solución de nitrato de plata (AgNO₃). Como resultado se puede obtener.
 - Un precipitado blanco. Si se disuelve al agregar amoníaco concentrado, se trata de cloruro de plata.
 - Un precipitado amarillo. Si este es parcialmente soluble en amoníaco concentrado, se trata de bromuro de plata.
 - Un precipitado amarillos mas oscuro. Si este es difícilmente soluble o insoluble de amoníaco concentrado, será yoduro de plata.
- c. Reacción química de un precipitado para Mn(OH)₂(cc)
El cloruro es soluble, los bromuros poco soluble, yoduro insoluble.
Se obtiene precipitado color.



CONCLUSION:

- En la primera experiencia con Ácido Benzoico la sustancia es no volátil debido a que encontramos presencia de carbono (compuesto orgánicos) que es de color marrón negrusco.
- Para obtener carbono también se puede apreciar la presencia de Hidrógeno de una muestra de ácido oftálmico y CuO (actúa como catalizador). Obteniéndose es carbono cuando el CO₂ viaja a través del tubo de desprendimiento y lo capta el Ca(OH)₂. de esta reacción se obtiene ppdo blanquecino.
- Se puede apreciar que el papel de tornasol cambia de viraje a azul debido a que la urea mas el color libera gases que son bases, según la composición contiene nitrógeno. Se puede observar que la cistina al calentarse libera gases que contienen azufre, el cual reacciona con el acetato de Pb que es de color marrón oscura liberando un olor desagradable.
- No se aprecio la presencia de cianuro.
- Se obtiene por vía humedad la presencia de sulfatos, debido al ppdo marrón obtenido.
- En la muestra también existe un halógeno por el ppdo obtenido.
- En algunos no se aprecia ningún cambio, la causa puede ser la poca entidad de muestra o los reactivos utilizados tienen impurezas.

RECOMENDACIONES:

- Lavar los tubos y secarlos bien.
- Utilizar una cantidad apreciable de muestra para reconocer la existencia de C, H, O, N, S, cianuro, etc.
- Colocar bien los tubos de ensayo sobre el mechero para apreciar una buena combustión, al calentar tener cuidado debido a que en algunas reacciones saltan al ser calentados.
- Filtrar la muestra hasta obtener la translúcida, evidencia la pureza de la muestra.

BIBLIOGRAFIA

- ALEJANDRO TAPIA GUIAS DE PRACTICA DE QUIMICA ORGANICA
- LUIS CARRASCO VENEGAS QUIMICA EXPERIMENTAL