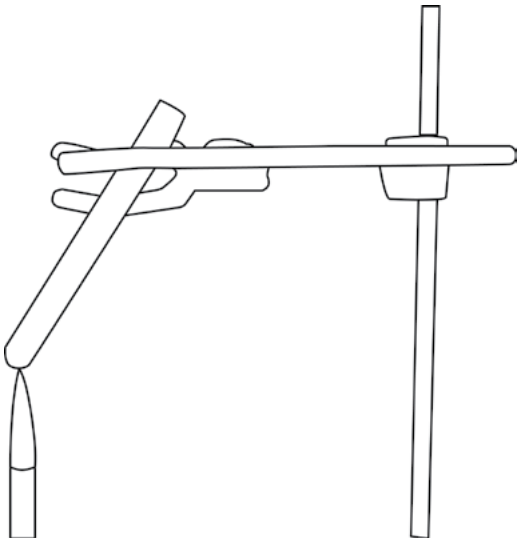
ANÁLISIS ELEMENTAL DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

6

6 ANÁLISIS ELEMENTAL DE COMPUESTOS ORGÁNICOS



INTRODUCCIÓN

Uno de los pasos más importantes para la caracterización de un compuesto orgánico, es el análisis de los elementos químicos que lo forman, los más comunes son: carbono, hidrógeno, oxígeno, nitrógeno, azufre, halógenos (cloro, bromo, yodo, flúor) y el fósforo. En general no se realizan pruebas para determinar la presencia de carbono, hidrógeno y oxígeno, ya que otro tipo de ensayos dará indicios de su presencia o ausencia, como el comportamiento de solubilidad del compuesto, sus propiedades fisicoquímicas, etc.

Debido a que los elementos anteriormente mencionados se encuentran en forma covalente, para poder identificarlos a través de pruebas cualitativas específicas, es necesario transformarlos a iones sencillos, sales inorgánicas solubles en agua.

El método más utilizado para dicha trasformación es la fusión alcalina, la cual se puede llevar a cabo de varias formas, siendo las más utilizadas:

- Fusión con sodio metálico o método de Lassaigne, en este método los compuestos orgánicos se descomponen por fusión con sodio, formando las correspondientes sales: haluros, cianuro, sulfuro, sulfocianuro y fosfato de sodio, (este último después del tratamiento con ácido nítrico).

- Fusión con zinc y óxido de calcio, este método puede ser utilizado, como una alternativa a la fusión con sodio, o sólo para comprobar la presencia de nitrógeno en la muestra, si hay duda en la primera fusión, la ventaja que tiene es que representa un menor riesgo en su realización.

PAPIME PE205917

MÉTODOS PARA EL ANÁLISIS ELEMENTAL DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

FUSIÓN ALCALINA CON SODIO METÁLICO

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

MATERIALES	REACTIVOS	EQUIPO
1 Tubo de ensayo 1 Soporte universal 1 Pinzas de 3 dedos con nuez 1 Pinzas para tubo de ensayo 1 Gotero 1 Mechero Bunsen 1 Vaso de precipitados de 30 mL 2 Tiras reactivas de papel pH 1 Micro espátula 1 Agitador de vidrio 1 Embudo de vidrio 1 Tripié 1 Triángulo de porcelana 1 Vidrio de reloj Papel filtro	Sodio metálico Etanol	Balanza analítica Campana de extracción

$$\text{Muestra (C, H, O, N, S, X)} + \text{Na} \xrightarrow{\text{FUSIÓN}} \text{NaCN, NaX, } Na_2S\text{, NaSCN, } Na_3PO_4$$

- En un tubo de ensayo limpio y seco, colocar un trozo pequeño (aproximadamente 200 mg) de sodio metálico; tener cuidado con el manejo del sodio, tomando las medidas de seguridad pertinentes (uso de goggles y guantes protectores).

- Fijar el tubo de ensayo en forma inclinada a un soporte universal con unas pinzas. Se debe colocar el sistema en una campana de extracción, Fig. 17.

- Calentar a la llama del mechero el tubo de ensayo con el sodio, esperar a que funda hasta rojo vivo, Fig. 17, y que se eleven los vapores de este por el tubo, alejar el tubo de ensayo de la llama y agregar cuidadosamente (sin que toque las paredes) una pequeña cantidad de muestra (aproximadamente 100 mg si es un sólido o de dos a tres gotas en caso de líquidos).

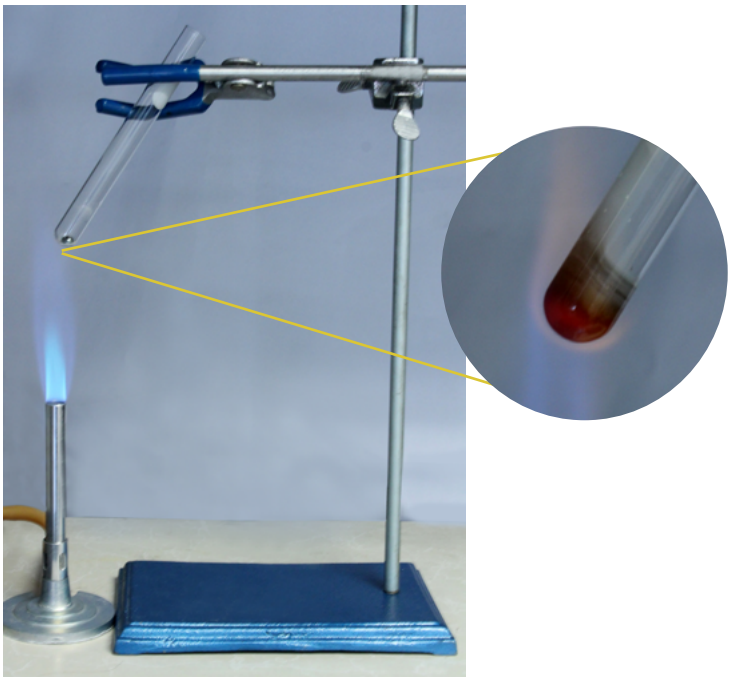


Fig. 17. Montaje para la fusión de sodio.

- Calentar de nuevo el tubo de manera uniforme, hasta rojo vivo y mantener a la llama durante 3 minutos aproximadamente. Retirar el tubo de ensayo de la llama y dejar enfriar, posteriormente agregar 1 mL de etanol gota a gota con el fin de eliminar el sodio que no haya reaccionado, esto origina efervescencia, si es necesario, agregar más etanol hasta que no haya burbujeo. Se debe tener cuidado al agregar el etanol porque puede generar combustión, si esto sucede sofocar la llama tapando el tubo de ensayo con un vidrio de reloj.

- Colocar 15 mL de agua destilada en un vaso de precipitados, tomar el tubo de ensayo con unas pinzas, calentarlo y aún caliente introducirlo dentro del agua fría, el tubo se rompe por choque térmico y con ayuda de un agitador de vidrio, calentar a ebullición y agitar para disolver las sales de sodio.

- Otra forma alterna es agregar 15 mL de agua destilada al tubo y calentar para que se disuelvan completamente las sales de sodio formadas.

- En ambos casos se enfría el líquido y se filtra por gravedad. El filtrado debe ser transparente y de pH alcalino, esta disolución sirve para realizar las pruebas de nitrógeno, azufre, halógenos y fósforo. Un filtrado de color oscuro, indica una descomposición incompleta del compuesto, lo cual sucede generalmente cuando se puso un exceso de compuesto orgánico o poco tiempo de reacción, de ser así, se repite la fusión (Shriner, R.L., 2013).

PRUEBAS DE IDENTIFICACIÓN DE ELEMENTOS

IDENTIFICACIÓN DE NITRÓGENO

MATERIALES	REACTIVOS	EQUIPO
1 Tubo de ensayo 1 Gotero 1 Pinzas para tubo de ensayo 1 Pipeta volumétrica de 2 mL 1 Tira reactiva de pH 1 Microespatula	Sulfato de hierro (II) Hidróxido de sodio al 5% Ácido sulfúrico al 30%	Balanza analítica Campana de extracción

- Formación de azul de Prusia

Colocar 2 mL del filtrado de la fusión en un tubo de ensayo y añadir 0.1g de sulfato de hierro (II) o unas gotas de solución saturada recientemente preparada y 2 gotas de hidróxido de sodio al 5 %, (verificar que el pH sea mayor de 11) para obtener un precipitado de hidróxido ferroso.

Si el precipitado es de color negro indica la presencia de azufre y en este caso se debe añadir un poco más de sulfato ferroso. Calentar la mezcla a ebullición, enfriar y acidificar con ácido sulfúrico al 30%. La aparición de un precipitado o coloración característica del azul de Prusia o un color verde, indica la presencia de nitrógeno, Fig. 18. (Mohan, B., 2003).

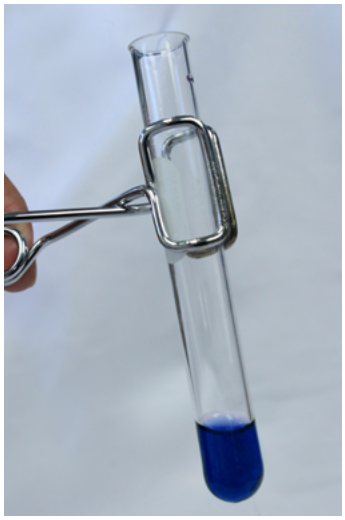


*Fig. 18.Prueba positiva para nitrógeno.

IDENTIFICACIÓN DE AZUFRE

MATERIALES	REACTIVOS	EQUIPO
1 Tubo de ensayo 1 Pipeta volumétrica de 2 mL 1 Gotero 1 Tira reactiva de pH	Ácido acético Acetato de plomo al 1% Hidróxido de sodio al 5% Nitroprusiato de sodio	Campana de extracción



*Fig. 19. Prueba positiva para azufre, con acetato de plomo.

- Prueba con Acetato de plomo

Tomar en un tubo de ensayo 1mL de solución de la fusión alcalina y acidular con ácido acético (comprobar que el pH sea ácido), posteriormente añadir unas gotas de una disolución de acetato de plomo al 1%. Un precipitado negro de sulfuro de plomo, indicará la presencia de azufre, Fig. 19.

- Prueba con Nitroprusiato de sodio

Tomar 2 mL del filtrado de la fusión alcalina y verificar que el pH sea básico, en caso contrario agregar de 1 a 2 gotas de hidróxido de sodio al 5%, posteriormente añadir 1 a 2 gotas de una disolución de nitroprusiato de sodio recientemente preparada. Una coloración violeta rojiza indica la presencia de azufre. Fig. 20. (Shriner, R.L., 2013).



*Fig. 20. Prueba positiva para azufre, con nitroprusiato de sodio.

IDENTIFICACIÓN DE HALÓGENOS.

MATERIALES	REACTIVOS	EQUIPO
2 Tubo de ensayo 2 Gotero 1 Mechero Bunsen 1 Alambre de cobre de 10 cm 1 Pipeta volumétrica de 2 mL 1 Baño María 1 Parrilla	Ácido nítrico Nitrato de plata al 5% Hidróxido de amonio al 5% Ácido acético Cloruro de calcio, disolución saturada.	Campana de extracción

- Prueba con Nitrato de plata

Colocar 2 mL del filtrado de la fusión alcalina en un tubo de ensayo y acidular con ácido nítrico diluido (comprobar que el pH sea ácido), dentro de la campana de extracción, calentar en baño María durante unos minutos para expulsar en caso de que hubiera ácido cianhídrico o sulfhídrico.

Enfriar y añadir 4 o 5 gotas de disolución de nitrato de plata al 5%. Los halogenuros de sodio, excepto el fluoruro de sodio, reaccionan con el nitrato de plata para formar un precipitado denso de halogenuro de plata. El cloruro de plata es blanco, el bromuro de plata es amarillo pálido y el yoduro de plata es amarillo. Fig. 21.

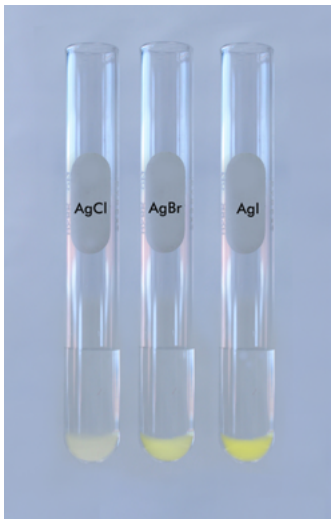


Fig. 21. Prueba positiva para halógenos, izquierda cloro en medio bromo, derecha yodo.

Para diferenciar el tipo de halógeno se pueden realizar la siguiente prueba de solubilidad:

El cloruro de plata, el bromuro de plata y el yoduro de plata poseen diferentes solubilidades en una disolución de hidróxido de amonio al 5%.

Añadir al precipitado 2 mL de hidróxido de amonio al 5%, el cloruro de plata es soluble debido a la formación de $Ag(NH_3)_2Cl$. El bromuro de plata el ligeramente soluble debido a que forma la sal de manera parcial. El yoduro de plata no reacciona con el hidróxido de amonio y por esto permanece insoluble.

- Identificación de flúor

Colocar 2 mL del filtrado de la fusión alcalina, acidular con ácido acético y calentar hasta ebullición. Dejar enfriar la disolución y agregar 4 gotas de una disolución saturada de cloruro de calcio. Si está presente el flúor se formará un precipitado gelatinoso de fluoruro de calcio después de varias horas. (Shriner, R.L., 2013).

- Prueba de Belstein

Formar un anillo pequeño en el extremo de un alambre de cobre limpio, calentar en la llama de un mechero Bunsen hasta que la llama quede incolora y posteriormente enfriar.

Tomar con el anillo un poco del compuesto original y calentar en la orilla de la llama del mechero. Una llama verde puede indicar la presencia de halógenos debido a la formación de halogenuros de cobres volátiles, responsables del color. El flúor no se puede determinar con esta prueba porque el fluoruro de cobre no es volátil a la temperatura de la flama; tampoco se puede diferenciar entre cloro, bromo y yodo. La prueba es muy sensible y da positivo incluso si la muestra contiene trazas de halógeno y su utilidad es para descartar la presencia de halógenos si no da positiva (Haynes, B., 1966).

IDENTIFICACIÓN DE FÓSFORO

Acidular de 1 a 2 mL del filtrado de la fusión alcalina con ácido nítrico concentrado (verificar que el pH sea ácido) y agregar unas gotas de disolución de molibdato de amonio al 5 %; calentar a baño María por dos minutos. La formación de un precipitado amarillo indica la presencia de fósforo (UNAM., 2017).

FUSIÓN ALCALINA CON ZINC Y ÓXIDO DE CALCIO

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

MATERIALES	REACTIVOS	EQUIPO
1 Tubo de ensayo 1 Soporte universal 1 Pinzas de 3 dedos con nuez 1 Pinzas para tubo de ensayo 1 Gotero 1 Mechero Bunsen 1 Vaso de precipitados de 30 mL 2 Tiras reactivas de papel pH 1 Micro espátula 1 Agitador de vidrio 1 Embudo de vidrio 1 Tripié 1 Triangulo de porcelana 1 Pinzas de disección 1 Papel filtro	Óxido de calcio Zinc en polvo	Balanza analítica Campana de extracción

- Pesar de 0.04 a 0.05 g de óxido de calcio y mezclarlo con 0.3 a 0.5 g de zinc en polvo, colocar la mezcla en un tubo de ensayo limpio y seco que se ajusta a un soporte universal con unas pinzas, dentro de la campana, Fig. 22.

- Calentar a la llama del mechero el tubo con la mezcla de Zn/CaO hasta que el zinc se ponga al rojo o el óxido de calcio tome una coloración amarilla, Fig. 22.

- Alejar el tubo de ensayo de la llama y agregar cuidadosamente (sin que toque las paredes) una pequeña cantidad de muestra (dos a tres gotas si la muestra es líquida, si es sólida agregar dos porciones, de aproximadamente la mitad del volumen de la mezcla Zn/CaO), realizando la adición y el calentamiento dos veces.

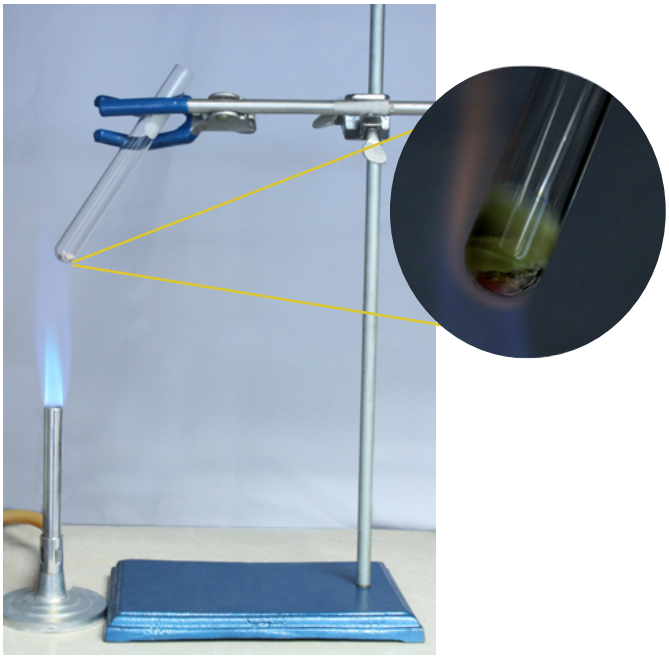


*Fig. 22. Fusión con Zn y CaO.

PREPARACIÓN DE LA DISOLUCIÓN PARA ANÁLISIS ELEMENTAL Y PRUEBA DE NITRÓGENO.

En cuanto la muestra reaccione con la mezcla, colocar el papel pH humedecido sobre la boca del tubo, no tocar las paredes del mismo, Fig. 23, si hay presencia de nitrógeno en la muestra el papel vira a la región básica, se repite la operación de calentamiento y adición para corroborar la observación. En esta prueba, el nitrógeno de la muestra se transforma en amoniaco y se libera como gas, a esto se debe el vire del papel pH. Los ensayos realizados en el laboratorio, han mostrado que la prueba es muy sensible, por lo que es una buena forma de determinar la presencia o ausencia de nitrógeno.

Si no hay cambio de coloración en el papel pH, esto indica la ausencia de nitrógeno en la muestra; Si el cambio es a la región ácida (coloración roja) la presencia o ausencia de nitrógeno se determina de acuerdo al procedimiento indicado en la preparación de la solución de fusión.

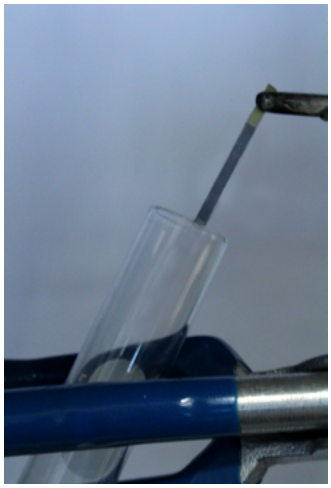


*Fig. 23 Prueba de nitrógeno

- Esperar a que se enfríe la mezcla de fusión y añadir 5 mL de agua destilada, calentar el tubo hasta que inicie la ebullición, retirar de la llama y medir el pH del vapor y de la disolución que debe ser básico, si no lo es, ajustar con unas gotas de disolución de hidróxido de sodio al 5 %.

- Calentar nuevamente la mezcla y medir el pH de los vapores, si vira a la región básica, esto sirve como prueba positiva de nitrógeno para aquellos compuestos que desprendieron vapores ácidos en la primera parte de la fusión. Se deja bullir por 5 minutos para disolver los sulfuros y haluros presentes, deshaciendo los grumos con un agitador de vidrio, añadir agua destilada manteniendo el volumen de 5 mL.

- Dejar enfriar y filtrar por gravedad o centrifugar.

- El filtrado se utiliza para la identificación de azufre, halógenos y fósforo, con las mismas pruebas que se mencionaron para el caso de la fusión con sodio (Snyder, C.H., Jackson, P.S., Del Valle, J.C., 1973).

REFERENCIAS

— Barba, C., López, C., Cruz. S. (2013). *Manual de prácticas de laboratorio Análisis Funcional Orgánico.* Recuperado el 05 de Septiembre de 2017, de http://www.izt.uam.mx/ceu/publicaciones/MAFO/files/analisis.pdf
— Eaton, D.C. (1989). *Laboratory investigations in organic chemistry.* United States of America: MC Graw- Hill.
— Haynes, B. (1966). *Qualitative organic analysis.* (2ª ed.) London: Macmillan.
— Mohan, J. (2003). *Organic Analytical Chemistry: Theory and practice.* United States of America: Alpha Science International Ltd.
— Shriner, R.L. (2013). *Identificación sistemática de compuestos orgánicos.* (2ª ed.). México: Limusa
— UNAM, (2017). *Análisis cualitativo y cuantitativo.* Recuperado el 28 de Noviembre de 2017, de http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/ANALISISCUALITATIVOYCUANTITATIVO_30490.pdf

*Fotografía: Mayte Castro Martínez y Carla Denice Miranda García.

Atribución-NoComercial-CompartirIgual
CC BY-NC-SA