

Capitolul IV - ANALIZA ELEMENTALĂ A SUBSTANȚELOR ORGANICE

IV.1. Date teoretice despre analiza elementală a compușilor organici



Amintește-ți!

Elementele a căror atomi intră în compoziția substanțelor organice se numesc elemente organogene. Prezența în substanțele organice a elementelor organogene se determină pe calea analizei elementale calitative și cantitative.

Analiza elementală calitativă

- Urmărește identificarea speciilor de atomi care compun substanța organică cercetată.
- Substanța este supusă unor transformări chimice simple, ai căror produși finali sunt specifici și ușor de identificat.

Analiza elementală cantitativă

- Dozează cu metode corespunzătoare, elementele identificate prin analiza elementală calitativă, cu excepția oxigenului care se dozează prin diferență.
- Alături de ardere se folosesc o serie de alte reacții specifice, prin care elementele organogene din compușii organici sunt transformate în compuși care pot fi determinați cantitativ.

IV.2. Experimente



Experimentează!

IV.2.1 Identificarea carbonului

Principiu: Carbonul se identifică prin încălzirea până la descompunere a unei probe de substanță cu oxid de cupru.

Materiale necesare:

- substanța de analizat
- oxid de cupru pulbere
- apă de var
- eprubetă cu dop
- tub de sticlă îndoit în unghi drept
- spatulă
- stativ
- eprubetă
- balanță
- bec de gaz

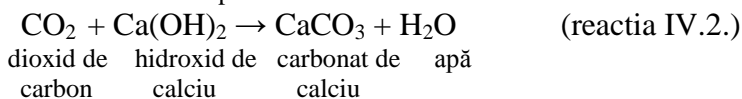
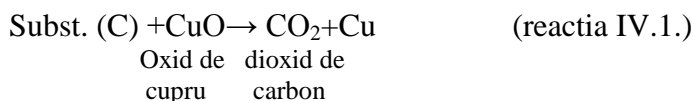
Mod de lucru:

Într-o eprubetă uscată, prevăzută cu un dop prin care trece un tub de sticlă îndoit în unghi drept (Fig. IV.1), amestecă 0,1-0,2 g substanța de analizat cu 1-2 g (exces) de oxid de cupru pulbere. Fixează eprubeta pe un stativ în poziție orizontală. Capătul liber al tubului introdu-l până aproape de baza unei eprubete ce conține apă de var sau apă de barită.



Fig.IV.1.Identificarea carbonului

Încălzește amestecul din ce în ce mai puternic. La început barbotează aerul, apoi se dezvoltă dioxid de carbon (reactia IV.1.) care se pune în evidență prin formarea unui precipitat alb insolubil, în eprubeta cu apă de var (reactia IV.2.).



IV.2.2 Identificarea hidrogenului

Metoda a.

Principiu: Hidrogenul se identifică prin încălzirea până la descompunere a unei probe de substanță cu oxid de cupru.

Materiale necesare:

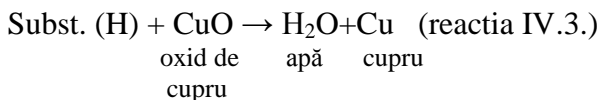
- substanța de analizat

- oxid de cupru pulbere
- eprubetă cu dop
- tub de sticlă îndoit în unghi drept
- stativ
- eprubetă
- balanță
- spatulă
- bec de gaz

Mod de lucru:

Într-o eprubetă uscată, prevăzută cu un dop prin care trece un tub de sticlă îndoit în unghi drept (**Fig.IV.1**), amestecă 0,1-0,2 g substanță de analizat cu 1-2 g (exces) de oxid de cupru pulbere. Fixează eprubeta pe un stativ în poziție orizontală. Capătul liber al tubului introdu-l până aproape de baza unei eprubete ce conține apă de var sau apă de barită. Încălzește amestecul din ce în ce mai puternic.

Pe părțile mai reci ale eprubetei, ca și pe traseul tubului, se depun mici picături de apă, ce se formează prin oxidarea hidrogenului din substanță (reactia IV.3.).



Metoda b.

Principiu: Hidrogenul din substanța organică în prezența sulfurii formează hidrogenul sulfurat, care poate fi identificat cu ajutorul acetatului de plumb.

Materiale necesare:

- substanța de analizat
- sulf
- soluție de acetat de plumb
- microeprubetă
- hârtie de filtru
- spatulă
- bec de gaz

Mod de lucru:

Amestecă o cantitate mică de substanță organică într-o microeprubetă cu sulf (câteva mg). Gura eprubetei se acoperă cu hârtie de filtru umectată cu soluție de acetat de plumb. Încălzește eprubeta la 200 - 250°C. Dacă substanța conține hidrogen pe hârtia de filtru apare o colorație neagră.

IV.2.3. Mineralizarea substanței (proba Lassaigne)

Principiu: Elementele organogene azot, sulf, halogeni sunt identificate după descompunerea termică a substanței în prezența sodiului, când se formează compuși anorganici simpli, ușor de identificat.

Materiale necesare:

- substanța de analizat
- sodiu metalic
- apă distilată
- tubușor de combustie
- pahar Berzelius
- sticlă de ceas
- clește de lemn
- hârtie de filtru
- pahar Erlenmeyer
- bec de gaz
- spatulă
- balanță

Mod de lucru:

Într-un tubușor de combustie introdu 0,1 g substanță și o bucățiță de sodiu metalic neoxidat și uscat pe hârtie de filtru. Prinde tubușorul într-un clește de lemn și încălzește treptat la flacăra unui bec de gaz, mai întâi în zona unde se află bucățița de sodiu, iar după topirea ei și în zona substanței. După ce substanța a ars încălzește tubușorul până la roșu timp de un minut și, în această stare, aruncă-l într-un pahar ce conține 20 ml apă distilată. Acoperă paharul cu o sticlă de ceas. Filtrează apoi soluția (de fragmente de cărbune și sticlă) și filtratul împarte-l în trei părți egale în vederea identificării azotului, sulfului și halogenilor.

IV.2.4. Identificarea azotului

Metoda a.

Principiu: azotul se identifică din proba Lassaigne prin formarea albastrului de Berlin din reacția cianurii de sodiu cu sulfat feros și apoi cu clorură ferică.

Materiale necesare:

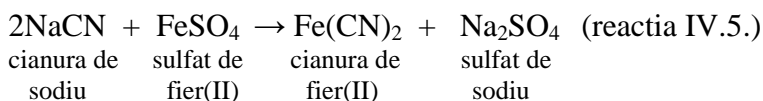
- filtrat (soluție Lassaighe)
- soluție de sulfat de fier (II) 20%
- soluție de clorură de fier (III)
- soluție de HCl diluat
- eprubetă
- spatulă
- bec de gaz

Mod de lucru:

Într-o eprubetă introdu 2-3 ml din filtratul de mai sus, 2-3 picături dintr-o soluție proaspătă de sulfat de fier (II) 20% (sau 2-3 cristale de sulfat de fier II solid) și 2-3 picături de soluție de clorură de fier (III); încălzește la fierbere și acidulează cu 2-3 ml soluție de HCl diluat. Dacă substanța conține azot puțin se formează o colorație verde-albăstrui; în cazul unui conținut mai mare de azot se formează un precipitat albastru de hexacianoferat (II) de fier (III) sau albastru de Berlin (**Fig.IV.2.**). Au loc următoarele transformări chimice: Sodiul cu azotul și carbonul din substanță formează cianură de sodiu (reactia IV.4.):



aceasta reacționează cu sulfat de fier (II) și formează cianura de fier(II) (reactia IV.5.):



care cu exces de cianură de sodiu formează hexacianoferat (II) de sodiu (reactia IV.6.):

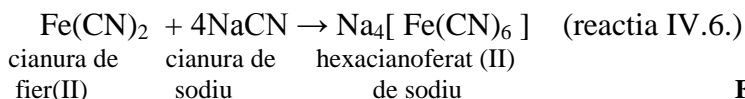
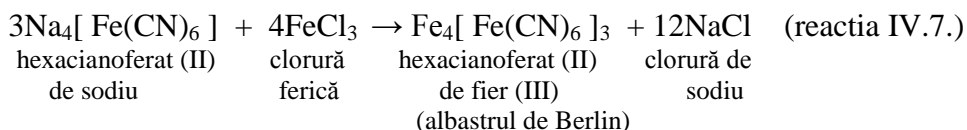


Fig.IV.2Albastru de Berlin

În prezența ionilor de fier (III), hexacianoferatul (II) de sodiu formează albastrul de Berlin sau hexacianoferat (II) de fier (III) (reactia IV.7.):



Metoda b.

Principiu: Pentru identificarea azotului substanța organică se încălzește în prezența MnO_2 , când se formează oxizi de azot, care pot fi identificați cu reactiv Griess.

Materiale necesare:

- substanță de analizat
- MnO_2
- reactiv Griess
- eprubetă
- hârtie de filtru
- bec de gaz

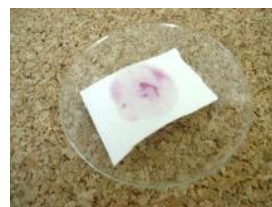
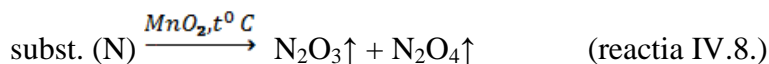


Fig.IV.3 Identificarea azotului cu reactiv Griess

Mod de lucru:

Amestecă într-o eprubetă puțină substanță de analizat (0,1 g) cu 0,2 g de MnO_2 . Acoperă gura eprubetei cu o hârtie de filtru îmbibată cu reactiv Griess (volum egale de soluții de acid acetic 30%, acid sulfanilic 1% și naftilamina 1%) proaspăt preparat. Încălzește conținutul eprubetei 1-2 minute. Dacă substanța cercetată conține azot are loc degajarea unor oxizi de azot (N_2O_3 și N_2O_4) (reactia IV.8.) care determină apariția unei colorații roz-roșu pe hârtia de filtru (Fig.IV.3).



IV.2.5. Identificarea sulfului

Metoda a.

Principiu: sulful prezent în substanța organică se identifică cu acetat de plumb în prezența căruia se formează un precipitat negru de sulfură de plumb.

Materiale necesare:

- soluție Lassaigne
- soluție apoasă de acetat de plumb
- acid acetic
- eprubetă
- bec de gaz

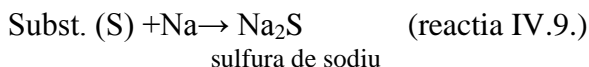


Fig.IV.4. Precipitat negru de PbS

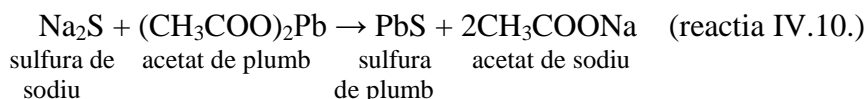
Mod de lucru:

Într-o eprubetă introdu 2-3 ml soluție Lassaigne și 1 ml soluție apoasă de acetat de plumb acidulată cu acid acetic și încălzește ușor. Dacă substanța organică are sulf în compoziția sa, se formează un precipitat negru de sulfură de plumb (Fig.IV.4.).

La mineralizarea substanței cu sodiu, sulful formează sulfura de sodiu (reactia IV.9.):



La tratarea cu acetat de plumb se precipită sulfura de plumb neagră (reactia IV.10.):



Metoda b.

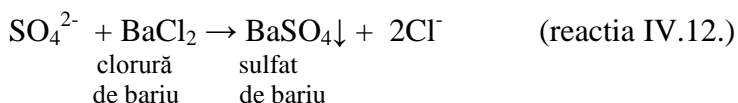
Principiu: Sulful prezent în substanța organică se identifică sub formă de ion SO_4^{2-} cu BaCl_2 .

Materiale necesare:

- substanță de analizat
- apă oxigenată 30%
- soluție de clorură ferică
- acid clorhidric
- eprubetă
- bec de gaz

Mod de lucru:

Într-o eprubetă introdu 0,05g substanță de analizat peste care adaugă 1,5 ml apă oxigenată 30% și o picătură soluție de clorură ferică (reactia IV.11.). Încălzește amestecul cu atenție sub agitare până se declanșează reacția, după care întrerupe încălzirea. În soluția limpede adaugă câteva picături de acid clorhidric și identifică SO_4^{2-} cu clorura de bariu (reactia IV.12.).



IV.2.6. Identificarea halogenilor

Metoda a.

Principiu: Halogenii se identifică din soluția Lassaigne cu soluție de azotat de argint când rezultă precipitat de halogenură de argint. Pentru identificarea fiecărui atom de halogen precipitatul obținut se tratează cu o soluție de hidroxid de amoniu. Dacă precipitatul este alb și se dizolvă ușor în hidroxid de amoniu substanța conține clor; dacă precipitatul este alb-galben și se dizolvă mai greu în hidroxid de amoniu conține brom; dacă precipitatul este galben și insolubil în hidroxid de amoniu conține iod.

Materiale necesare:

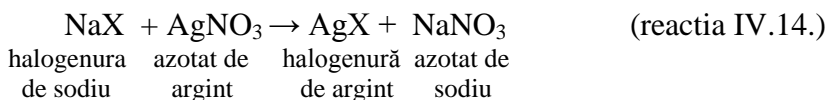
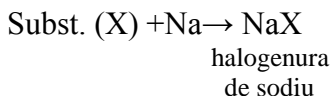
- soluție Lassaigne
- acid azotic diluat acid acetic
- soluție azotat de argint 5%
- eprubetă
- bec de gaz

Mod de lucru:

Într-o eprubetă curată introdu 5 ml soluție Lassaigne. La mineralizarea substanței cu sodiu, halogenul formează halogenura de sodiu (reactia IV.13.) Acidulează cu acid azotic diluat care nu conține halogen și se fierbe 1-2 minute (rolul acidului azotic este de a neutraliza și apoi, de a acidula mediul, și de a elibera, din sărurile lor, acidul cianhidric și acidul sulfuric care, fiind gazoși, părăsesc eprubeta. Numai în asemenea condiții proba pentru identificarea halogenilor este certă). Răcește și adaugă 1 ml soluție 5% de azotat de argint. Dacă în substanța analizată este prezent oricare dintre halogeni se formează un precipitat de halogenură de argint (Fig.IV.5.)(reactia IV.14.)



Fig.IV.5. Precipitat de clorură de argint
(reactia IV.13.)



Metoda b. Proba Beilstein

Principiu: Halogenii se indentifică prin formarea halogenurilor de cupru care colorează în verde flacăra neluminoasă a becului de gaz.

Materiale necesare:

- substanța de analizat
- sârmă de cupru
- bec de gaz

Mod de lucru:

În flacăra neluminoasă a unui bec de gaz introdu o bucată de sârmă de cupru. După ce s-a înnegrit, ia pe capătul sârmei o cantitate mică din substanța de analizat și introdu-o din nou în flacăra. Carbonul și halogenul din substanța organică sunt oxidați de oxigenul din cupru, iar prin combinarea cuprului cu halogenul se formează halogenurile respective de cupru, care vor colora flacăra becului în verde (Fig.IV.6.)

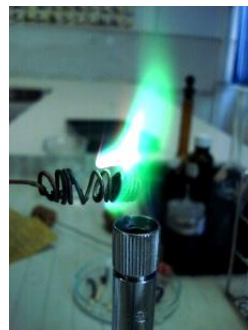


Fig.IV.6. Identificarea halogenilor

IV.2.7. Identificarea fierului

Principiu: Identificarea fierului din compușii organici se realizează prin transformarea acestuia în sulfocianură de fier de culoare roșu aprins.

Materiale necesare:

- substanța de analizat
- soluție de HCl 5%
- sulfocianură de potasiu
- bec de gaz

Mod de lucru:

Într-un pahar Erlenmeyer pune 3 g substanță de analizat și 100 ml soluție de HCl 5%. Încălzește la flacăra mică 10 minute și apoi filtrează. Din această soluție pune într-o eprubetă 1-2 ml peste care adaugă câteva picături de sulfocianură de potasiu. În cazul prezenței fierului apare o colorație roșu aprins (Fig.IV.7.).



Fig.IV.7. Identificarea fierului

IV.3. Test de evaluare

I. Scrie cuvântul/ cuvintele din paranteză care completează corect fiecare dintre afirmațiile date:

1. Elementele care intră în compoziția compușilor organici se numesc elemente (organogene/organometalice).
2. Orice compus organic conține în molecula lui obligatoriu(carbon/oxigen).
3. În substanțele organice oxigenuldirect ca și element (se identifică/nu se identifică).
4. Analiza elementală calitativă urmăreștespeciilor de atomi care compun substanța organică cercetată (identificarea/ dozarea).

1p

II. Care dintre următoarele afirmații sunt adevărate și care sunt false:

- A. Mineralizarea substanței de analiză se realizează prin descompunerea termică a substanței în prezența acizilor minerali.
- B. Carbonul se identifică prin încălzirea până la descompunere a unei probe de substanță cu oxid de cupru.
- C. Azotul, sulful, halogenii din compușii organici sunt transformați în compuși anorganici ușor de identificat.
- D. Sulful se identifică prin tratarea soluției Lassaigne cu soluție de acetat de plumb, când rezultă un precipitat de culoare albă.
- E. Pentru identificarea halogenilor, soluția Lassaigne se acidulează și se fierbe cu acid azotic, iar după răcire se adaugă o soluție de azotat de argint.

1,5p

III. Care dintre următoarele reacții sunt corecte:

- A. $\text{Subst. (H...)} + \text{CuO} \rightarrow \text{Cu} + \text{H}_2\text{O}$
- B. $\text{Subst. (C,H, S, N, X)} + \text{Na} \rightarrow \text{Na(CN)}_2 + \text{NaS} + \text{HX}$
- C. $\text{NaX} + \text{FeSO}_4 \rightarrow \text{FeX}_2 + \text{Na}_2\text{SO}_4$
- D. $\text{Na}_2\text{S} + (\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb} \rightarrow \text{PbS} + \text{CH}_3\text{COONa}$
- E. $\text{Subst. (C, N...)} + \text{Na} \rightarrow \text{NaCN}$

1,5p

IV. Determină formula moleculară a unei substanțe organice care are raportul de masă C:H:O=6:1:4 și densitatea vaporilor săi față de azot egală cu 3,143.

2p

V. În urma analizei a 6,32 g substanță organică s-au obținut 5,376 L CO₂, 2,16 g H₂O și 9,56 g PbS. Determină formula procentuală, brută și moleculară, cunoscând că molecula ei conține un singur atom de sulf.

3p

Timp de lucru: 50 minute

1p din oficiu

Raspunsuri:

IV.3. Test de evaluare : IV. $C_4H_8O_2$; V. 45,56 % C , 3,79 % H, 20,25 % S, 30,37% O; $C_6H_6SO_3$