

Técnicas físicas y químicas para la identificación de compuestos orgánicos



PROYECTO PAPIME
PE205917

Técnicas físicas y químicas para la identificación de compuestos orgánicos

Trabajo realizado con el apoyo del Programa
UNAM-DGAPA-PAPIME, PE205917



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN**

AUTORES

VICTORIA ORALIA HERNÁNDEZ PALACIOS

MARÍA DEL ROCÍO RAMÍREZ SALGADO

GRACIELA MARTÍNEZ CRUZ

ANTONIO GARCÍA OSORNIO

DIRECCIÓN DE ARTE

BLANCA MIRIAM GRANADOS ACOSTA

DISEÑO EDITORIAL

BLANCA MIRIAM GRANADOS ACOSTA

VERÓNICA PIÑA MORALES

ALUMNAS PARTICIPANTES

CARLA DENICE MIRANDA GARCÍA

MAYTE CASTRO MARTÍNEZ

VIRIDIANA SAUCEDO ZAVALA

PRÓLOGO

La enseñanza experimental de la química requiere actividades teóricas y de investigación (“aprender a aprender”) y de campo o laboratorio (“aprender a hacer”) para reforzar los aprendizajes; sin embargo, otros aspectos son necesarios como: la reflexión, el análisis objetivo, la integración de conocimientos adquiridos en materias previas, el trabajo en equipo, el cuidado del medio ambiente, entre otros, durante el proceso de trabajo experimental.

Con el propósito de reforzar estas actividades de aprendizaje, se elabora este material didáctico en apoyo a las asignaturas de Proyectos Experimentales Multidisciplinarios (Licenciatura en Química Industrial) y Química Experimental Aplicada (Licenciatura en Química), que se imparten respectivamente en el séptimo y octavo semestres, en la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán. Es un aporte multidisciplinario de profesores del área de Ciencias Químicas y Diseño y Comunicación Visual que se presenta en formato digital, con características de calidad en su contenido y presentación. Se incluyen ligas a otros documentos de apoyo y un video para evidenciar un procedimiento experimental. El material se aloja en la Red Universitaria de Aprendizaje (RUA) y es de consulta abierta.

El documento contiene técnicas físicas y químicas que se utilizan para la identificación presuntiva de compuestos orgánicos: punto de fusión, índice de refracción, punto de ebullición, densidad de líquidos, comportamiento de solubilidad y análisis elemental, éstas se pueden realizar independientemente para después integrar la información y hacer inferencias pertinentes para identificar un compuesto orgánico.

El formato consta de una introducción, los métodos para la determinación de propiedades, descripción de equipos y su montaje, el procedimiento experimental y análisis e interpretación de resultados. En todos los casos los métodos son a nivel semi y microescala, lo que implica un menor gasto de reactivos y una menor generación de residuos, con lo cual se contribuye al cuidado del medio ambiente.

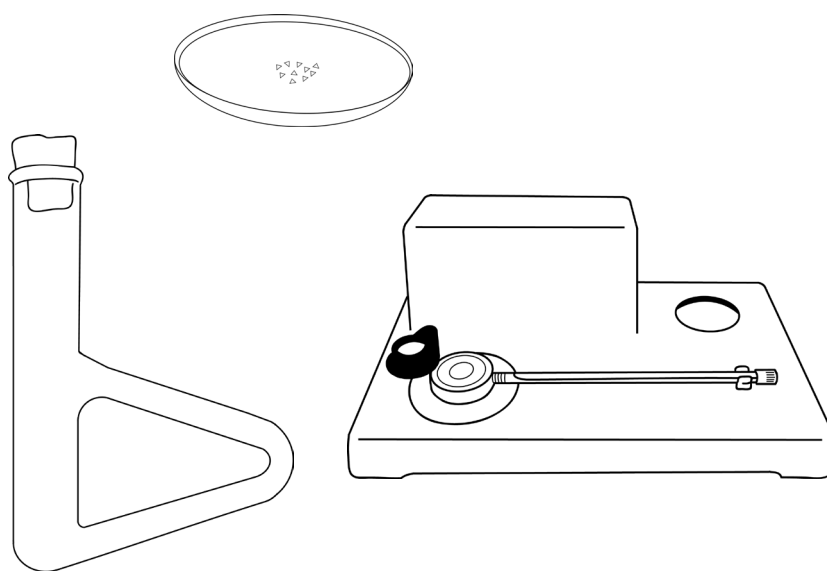
Con el material digital multidescarga y la supervisión de los profesores de las asignaturas, los alumnos desarrollan habilidades y destrezas motrices finas, actitudes de disciplina, trabajo cooperativo, respeto al medio ambiente, así como la integración de conocimientos y la aplicación de criterios químicos y lógico metodológicos para la resolución de un problema.

En cuanto a su presentación y diseño, la comunicación visual logra un texto legible y estético, en su conjunto el documento promueve la implementación de las TICs en la educación.

*Victoria Oralia Hernández Palacios
Cuautitlán Izcalli, Edo. México, Mayo 2018*

DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE FUSIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

1



INTRODUCCIÓN

La fusión es el proceso por el cual un sólido pasa a líquido por la acción del calor; el punto de fusión de una sustancia sólida a una presión dada, se define como la temperatura a la cual ocurre la transición de las fases. Sin embargo, este proceso puede ir acompañado por descomposición del producto (Shriner, R.L., 2013).

El punto de fusión suele ser la primera propiedad física que se determina para caracterizar una

sustancia sólida, por ser un criterio importante de identificación y además informa de la pureza del compuesto.

Los compuestos orgánicos puros, en general, tienen puntos de fusión definidos, pero cuando presentan impurezas, la temperatura de fusión disminuye y el intervalo de fusión se amplía.

Como criterio único de identificación el punto de fusión por sí mismo no es determinante, sin embargo, al ser una propiedad característica de cada sustancia, se podrán buscar en la literatura los posibles compuestos,

considerando preferentemente un intervalo de $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ del valor obtenido, que coincidan con las otras propiedades a determinar, así como los elementos presentes en el compuesto.

La determinación es sencilla y rápida y no representa mayor problema, sin embargo, se debe observar cuidadosamente la transición de sólido a líquido para diferenciar cuando se trata de una fusión o de una descomposición del compuesto (Mohring, J., et al, 2014).

MÉTODOS PARA DETERMINAR EL PUNTO DE FUSIÓN

Los puntos de fusión de las sustancias se pueden determinar de varias formas, las más comunes son utilizando el aparato Fisher Johns, o bien el tubo de Thiele.

MÉTODO DE FISHER JOHNS

El aparato Fisher Johns consta de una placa metálica calentada eléctricamente y acoplada a un termómetro con una escala que generalmente va de 0 a 300 °C. La muestra se coloca en un cubreobjetos en la depresión de la placa metálica. La temperatura se regula por medio de un regulador de potencia y la fusión del compuesto se observa con la ayuda de una lente de aumento (lupa) iluminada, Fig. 1. El termómetro del equipo requiere de una calibración utilizando compuestos de referencia, más adelante, se explica el procedimiento.

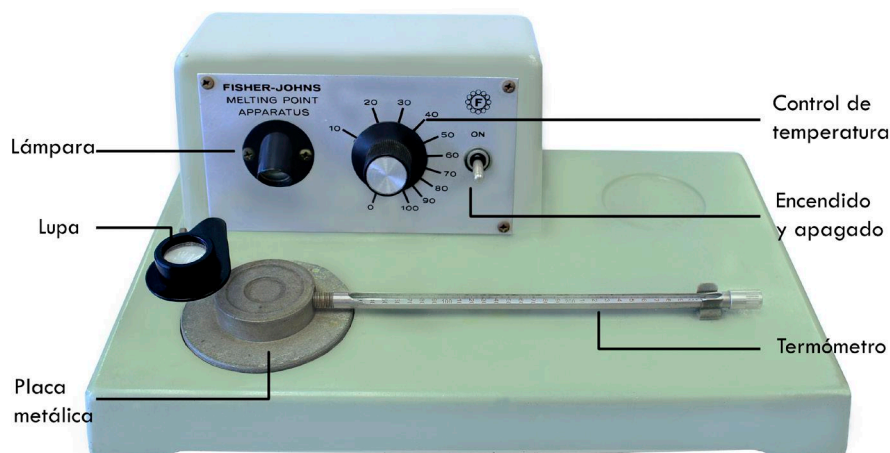


Fig. 1. Aparato Fisher Johns
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

- En un cubreobjetos circular limpio y seco, colocar una pequeña cantidad de muestra sólida, Fig. 2. y protegerla con otro cubreobjetos.
- Colocar en la placa metálica del aparato Fisher Johns los cubreobjetos con la muestra, verificando que se encuentre frío antes de la determinación, Fig. 3.
- Encender el equipo y regular la velocidad de calentamiento.
- Observar a través de la lupa los cambios en la muestra y registrar la temperatura (o el intervalo de temperaturas) del termómetro a la cual el sólido funde (cuando el sólido se encuentre completamente líquido).

MATERIALES

2 Cubreobjetos circulares
1 Microespátula
1 Pinza de disección
1 Termómetro Fisher Johns de 0 a 300 °C

EQUIPO

Aparato Fisher-Johns

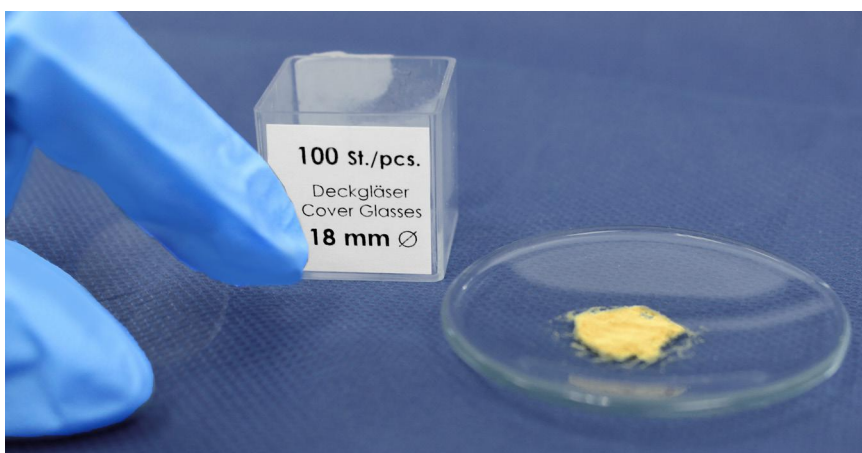


Fig. 2. Cubreobjetos y muestra.
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

- Después de efectuada la determinación colocar el par de cubreobjetos en un frasco con disolvente, para limpiarlos y volverlos a usar.

RECOMENDACIONES

Para realizar la determinación, se recomienda lo siguiente:

- Hacer una primera medición de la temperatura de fusión del compuesto con un calentamiento rápido, para conocer el punto de fusión aproximado, y realizar una segunda medición con un calentamiento lento, cuando se esté aproximando al punto de fusión determinado (en el caso de que el punto de fusión sea elevado).
- Reportar todas las observaciones que se aprecien durante la determinación, si cambia de color, si se descompone, si funde en un intervalo de temperaturas, etc.
- Asegurarse de que la muestra esté completamente seca.

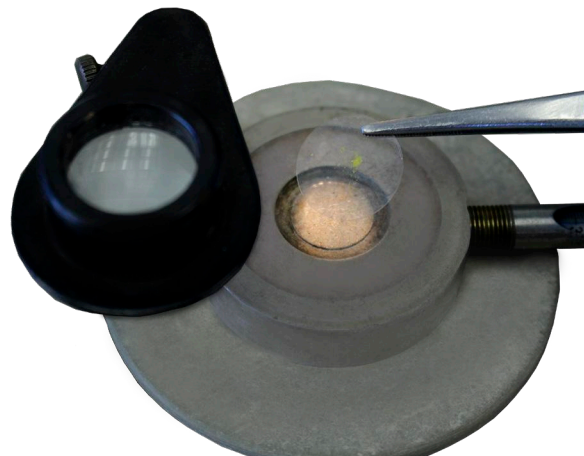


Fig. 3. Colocación de la muestra
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

CALIBRACIÓN DEL TERMÓMETRO

Para calibrar el termómetro se determinan los puntos de fusión de varios compuestos orgánicos de punto de fusión conocido, los cuales servirán para realizar una curva de calibración entre el punto de fusión reportado y el punto de fusión determinado experimentalmente. En la Tabla 1, se presentan diferentes compuestos orgánicos, con su respectivo punto de fusión reportado en la literatura, que pueden utilizarse para realizar la calibración del termómetro del aparato Fisher Johns.

TABLA 1

PUNTOS DE FUSIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS SUGERIDOS
PARA ELABORAR LA CURVA DE CALIBRACIÓN

	NOMBRE	FÓRMULA	PUNTO DE FUSIÓN °C
1	<i>p</i> -Diclorobenceno	C ₆ H ₄ Cl ₂	53
2	Anhídrido maleico	C ₄ H ₂ O ₃	54
3	Ácido esteárico	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	69
4	Acetamida	C ₂ H ₅ NO	81
5	<i>m</i> -Dinitrobenceno	C ₆ H ₄ N ₂ O ₄	90
6	1-Naftol	C ₁₀ H ₈ O	95
7	Acetanilida	C ₈ H ₉ NO	114
8	Ácido benzoico	C ₇ H ₆ O ₂	121
9	Urea	CH ₄ N ₂ O	132
10	Salicilamida	C ₇ H ₇ NO ₂	132
11	Ácido cinámico	C ₉ H ₈ O ₂	133
12	Fenacetina	C ₁₀ H ₁₃ NO ₂	135
13	Benzoína	C ₁₄ H ₁₂ O ₂	137
14	Ácido maleico	C ₄ H ₄ O ₄	138
15	Ácido adípico	C ₆ H ₁₀ O ₄	152
16	Ácido cítrico	C ₆ H ₈ O ₇	153
17	Ácido salicílico	C ₇ H ₆ O ₃	157
18	Benzanilida	C ₁₁ H ₁₁ NO	160
19	Ácido tartárico	C ₄ H ₆ O ₆	172
20	Ácido 4-metilbenzoico	C ₈ H ₈ O ₂	179
21	Ácido succínico	C ₄ H ₆ O ₄	188
22	Ácido ascórbico	C ₆ H ₈ O ₆	190
23	2,4-Dinitrofenilhidrazina	C ₆ H ₆ N ₄ O ₄	198
24	Ácido 3,5-dinitrobenzoico	C ₇ H ₄ O ₆ N ₂	204
25	Antraceno	C ₁₄ H ₁₀	215
26	Ácido nicotínico	C ₆ H ₅ NO ₂	236
27	1,3-Difenilurea	C ₁₃ H ₁₂ N ₂ O	238
28	Ácido 4-nitrobenzoico	C ₇ H ₅ NO ₄	241
29	Antraquinona	C ₁₄ H ₈ O ₂	286
30	<i>N,N</i> -Diacetilbencidina	C ₁₆ H ₁₆ N ₂ O ₂	332

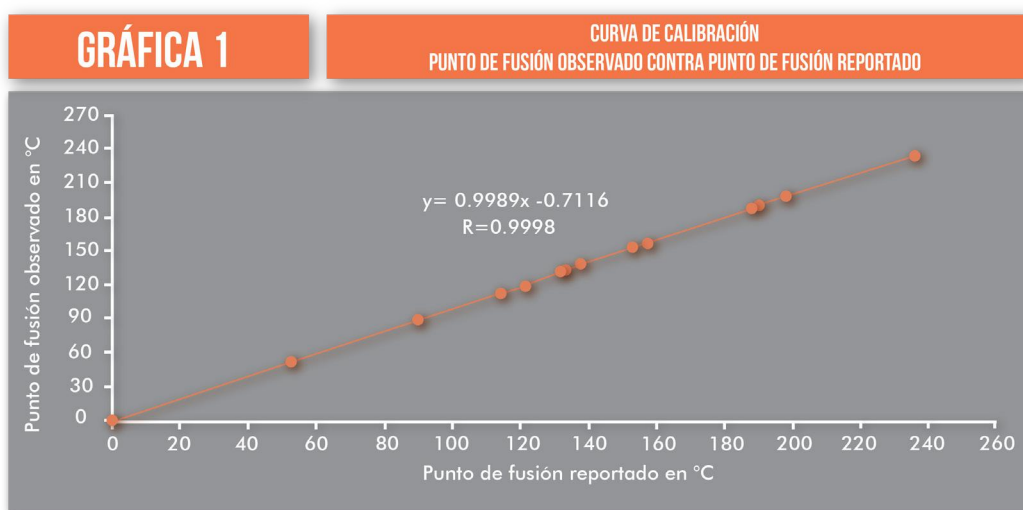
*Shriner, R. L. (2013), p. 29., Eaton, D.C. (1989), p. 77. Mohan, J., (2003), p. 93-184.

Ejemplo de la realización de una curva de calibración del termómetro del equipo Fisher Johns.

Para cada compuesto, al menos 6 de la Tabla 1, se anotan los puntos de fusión reportados en la literatura; se hace la determinación experimental por triplicado y se anota el promedio en la columna de punto de fusión observado, en la Tabla 2.

Una vez obtenidos los datos, se grafican (se sugiere en EXCEL) y se hace el manejo estadístico para obtener la curva de regresión lineal, la ecuación de la recta y el coeficiente de correlación Fig. 4. (Para ver el tratamiento de datos experimentales ir a: [Guía de EXCEL](#) para análisis estadístico básico de datos experimentales).

TABLA 2		
DATOS EXPERIMENTALES Y REPORTADOS DE PUNTO DE FUSIÓN		
SUSTANCIA	X P. FUSIÓN REPORTADO °C	Y P. FUSIÓN OBSERVADO °C
p-Diclorobenceno	53	52
m-Dinitrobenceno	90	89
Acetanilida	114	112
Ácido benzoico	121	118
Urea	132	131
Ácido cinámico	133	133
Ácido maleico	138	138
Ácido cítrico	153	153
Ácido salicílico	157	156
Ácido succínico	188	187
Ácido ascórbico	190	190



Una vez calibrado el termómetro, para determinar el punto de fusión corregido de algún compuesto, se determina su punto de fusión experimental y para corregirlo por el método gráfico, se lee en el eje de punto de fusión observado se sigue la línea hasta el corte con la recta, se baja al eje de punto de fusión reportado y se anota ese dato. También, se puede calcular a partir de la ecuación de regresión. Se despeja x de la ecuación (que se presenta en la gráfica 1, obtenida de la regresión lineal) y para cada valor observado experimentalmente, se sustituye en la ecuación 1 y se obtiene el valor corregido:

$$x = \frac{y + 0.7116}{0.9989} \quad \text{Ec. 1}$$

Ejemplo:

Valor promedio obtenido de las tres determinaciones experimentales = 125 °C

$$x = (125 + 0.7116) / 0.9989 = 125.7116 / 0.9989 = 125.85$$

Valor corregido = 125.85 °C

MÉTODO DEL TUBO DE THIELE

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

- Se prepara un tubo capilar sellado por un extremo, que contenga la muestra; éste se fija con una banda de hule a un termómetro, Fig. 4.
- Se coloca el tubo de Thiele sostenido por una pinza de tres dedos en un soporte universal, se llena de un líquido con un punto de ebullición elevado. La Tabla 3. muestra ejemplos de líquidos que se pueden utilizar. El tubo capilar con la muestra y el termómetro se ponen dentro del tubo de Thiele y se calienta el líquido con un mechero, colocado en la parte angular del tubo, Fig. 4.

MATERIALES

1 Tubo de Thiele
1 Termómetro
3 Capilares
1 Banda de goma
1 Tapón horadado
1 Mechero Bunsen
1 Soporte universal
1 Pinza de 3 dedos,
con nuez

REACTIVOS

Líquido con punto
de ebullición elevado.

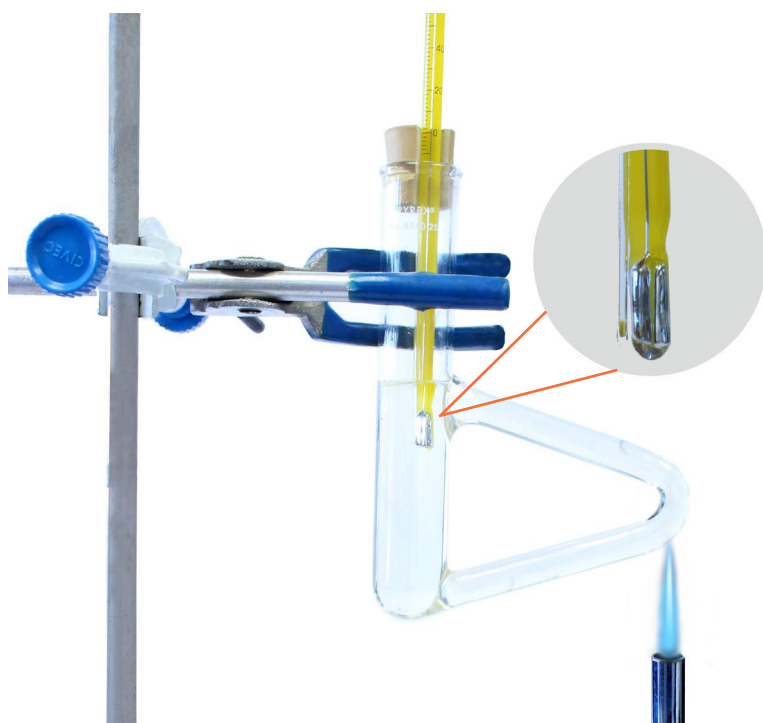


Fig. 4. Montaje del tubo de Thiele y acercamiento del tubo capilar.

Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

RECOMENDACIONES:

- La banda de hule se debe mantener por encima del nivel del aceite caliente o se podría fundir el caucho y romper.
- Para lecturas precisas, el compuesto de muestra en el tubo capilar se mantiene cerca y al nivel del bulbo del termómetro, que está completamente sumergido y centrado en el aceite, como se muestra en la Figura 4.
- El corcho o tapón que mantiene el termómetro en su lugar, debe cortarse en un lado para permitir la visión de la región del nivel del mercurio en el termómetro.

TABLA 3**LÍQUIDOS ESTABLES PARA USAR EN EL TUBO DE THIELE**

LÍQUIDO	PUNTO DE EBULLICIÓN °C
Aceite de algodón	216
Aceite de silicón	290
Ftalato de dibutilo	340
Aceite de parafina	370

- Se inicia el calentamiento lentamente, permitiendo que la temperatura se eleve, se registra la temperatura en la que la muestra empieza a fundir y la temperatura en que la fusión sea completa. Se realiza la determinación por triplicado.
- En este caso, también se debe realizar la calibración del termómetro a utilizar, de la misma forma en que se explicó para el caso del método de Fisher Johns, pero usando para la determinación el mismo método del tubo de Thiele y haciendo la curva de calibración correspondiente.

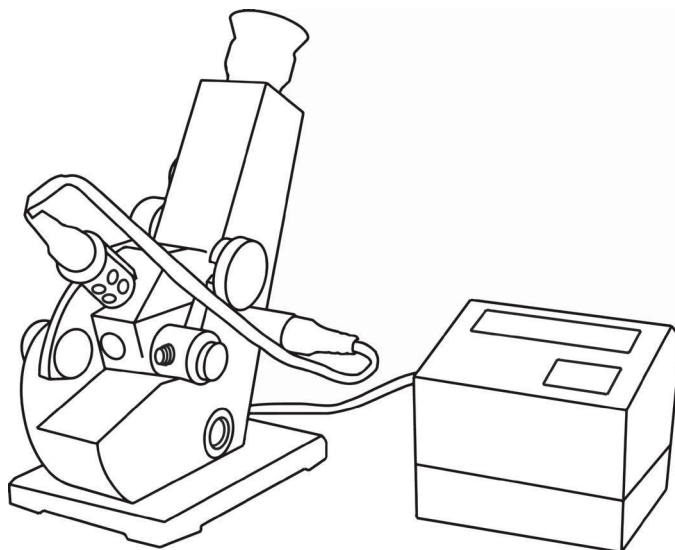
REFERENCIAS

- Eaton, D.C. (1989). *Laboratory investigations in organic chemistry*. United States of America: McGraw-Hill. Inc.
- Mohan, J. (2003). *Organic analytical chemistry: Theory and practice*. Pangbourne, England: Alpha Science International Ltd.
- Mohring, J., Alberg, D., Hofmeister, G., Schatz, P., Hammond, C. (2014). *Laboratory techniques in organic chemistry: Supporting inquiry-driven experiments*. (4ª ed.). New York: W.H. Freeman and Company.
- Shriner, R.L. (2013). *Identificación sistemática de compuestos orgánicos*. (2ª ed.). México: Limusa Wiley.

Fotografía: Castro, M. y Miranda, C. (2017). UNAM, FES Cuautitlán.

DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE REFRACCIÓN DE LÍQUIDOS

2



INTRODUCCIÓN

La refracción de la luz es una propiedad física característica de muchas sustancias; es el cambio de dirección de una onda electromagnética al pasar de un medio a otro, debido al cambio de velocidad que experimenta. (Olmo, B. G., 2015).

Para determinar el índice de refracción, se utiliza un refractómetro. El refractómetro fue inventa-

do por el Dr. Ernst Abbe, científico alemán/austriaco a principios del siglo XX. El refractómetro de Abbe sigue siendo utilizado en los laboratorios por su funcionamiento sencillo y confiable. Existen dos tipos de refractómetros en función de la detección del índice de refracción: sistemas transparentes y sistemas de reflexión. Los refractómetros portátiles y los refractómetros Abbe usan los sistemas transparentes, mientras que los refractómetros digitales usan los

sistemas de reflexión (Metrología de Refracción, 2018).

Los refractómetros tienen también escalas específicas que miden grados Brix (porcentaje de azúcares), densidad específica (sólidos solubles), para lo cual se necesitan soluciones patrón y escalas de conversión.

ÍNDICE DE REFRACCIÓN DE LÍQUIDOS

Cuando un haz de luz pasa de un medio a otro, se le llama ángulo de incidencia -i- al formado por el rayo incidente y la normal. La normal es una recta imaginaria perpendicular a la superficie de separación de los medios en el punto de contacto del rayo.

El ángulo de reflexión -r- es el formado por el rayo reflejado y la normal, r' es el ángulo de refracción del rayo con respecto a la normal, en el medio 2. Fig. 5 (Shriner, R. L., 2013).

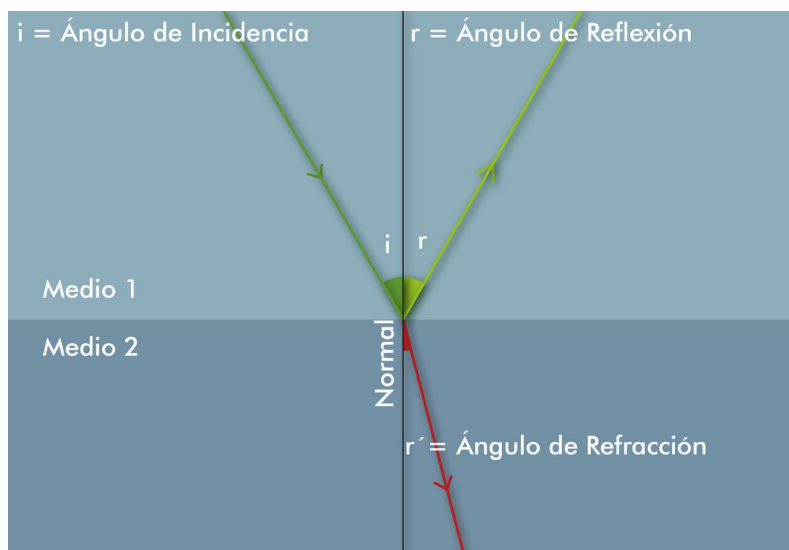


Fig. 5. Esquema de un rayo de luz pasando de un medio a otro.

Se denomina índice de refracción absoluto al cociente de la velocidad de la luz en el vacío y la velocidad de la luz en el medio cuyo índice se calcula. Se simboliza con la letra griega eta (η) y se trata de un valor adimensional y mayor que la unidad, es una constante característica de cada medio.

$$\eta = c / v \quad \text{Ec. 2}$$

Donde:

- c : es la velocidad de la luz en el vacío.
- v : velocidad de la luz en el medio cuyo índice se calcula (agua, vidrio, etc.).

La letra η representa el índice de refracción del medio. El índice de refracción de un compuesto es la relación entre el seno del ángulo de incidencia y el de refracción que experimenta un rayo de luz cuando pasa de un medio a otro de diferente densidad; este cambio se debe a la distinta velocidad de la luz en cada medio (Metrología de refracción, 2008).

Ya que el índice de refracción varía dependiendo de la longitud de onda de la luz y de la temperatura, éste se expresa como:

$$\eta_D^T$$

Donde:

- η es el índice de refracción
- T es la temperatura en grados centígrados
- D es la línea D del sodio del espectro electromagnético, utilizada en el refractómetro (589 nm)

Ejemplo:

$$\eta_D^{20}$$

El índice de refracción es característico de cada líquido a una temperatura determinada, comúnmente 20 °C, por lo que se utiliza como criterio de identificación de compuestos puros.

Por ejemplo para el agua destilada es:

$$\eta_D^{20} = 1.333$$

Ya que la velocidad de la luz en el aire es siempre mayor que la velocidad en un líquido o sólido, el índice de refracción siempre será mayor de 1.

La propiedad refractiva de un material es la más importante de cualquier sistema óptico que usa refracción. Se usa para calcular el poder de enfoque de los lentes y el poder dispersivo de los prismas.

MÉTODO PARA DETERMINAR EL ÍNDICE DE REFRACCIÓN

Materiales	Equipo
Termómetro Sistema de enfriamiento o regulador de temperatura Micropipeta o gotero para colocar las muestras	Refractómetro de Abbe.

REFRACTÓMETRO DE ABBE: IDENTIFICACIÓN DE SUS COMPONENTES

En las figuras 6a y 6b, se observan las diferentes partes de un refractómetro tipo ABBE.

1. Ocular
2. Ensemble de iluminación de la muestra
3. Perillas de apertura del prisma
4. Prisma secundario
5. Prisma principal
6. Termistor
7. Ensemble de la iluminación de la escala
8. Caja desecadora
9. Conexiones de entrada y salida de agua para el control de temperatura
10. Tornillo de ajuste
11. Perilla de compensación de color
12. Perilla de medición
13. Termómetro

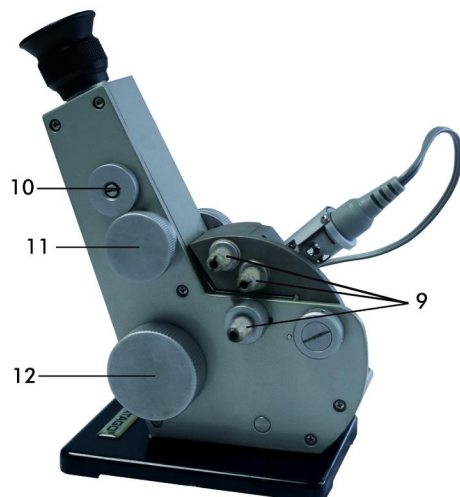


Fig. 6a.
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

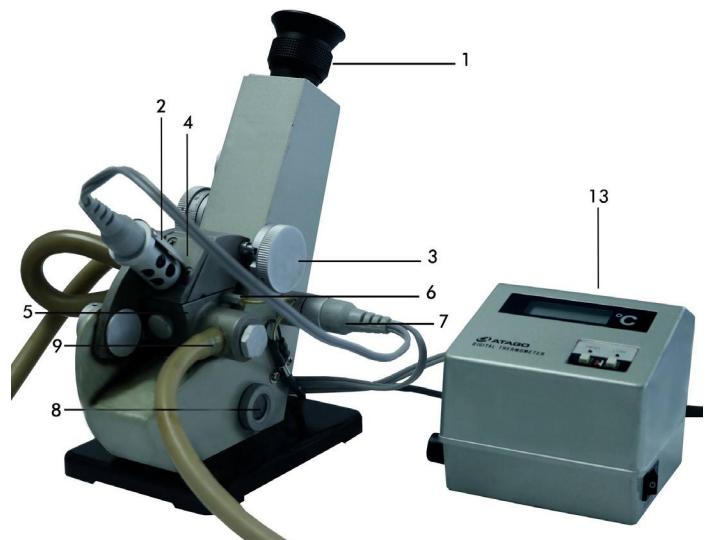


Fig. 6b.
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

PROCEDIMIENTO PARA USAR EL REFRACTÓMETRO DE ABBE

- Encender el refractómetro y colocar las mangueras de circulación del agua, para mantener la temperatura a 20 °C.
- Abrir el prisma secundario y colocar 2 o 3 gotas de la muestra líquida en el centro de la superficie del prisma, Fig. 7.
- Cerrar cuidadosamente el prisma secundario y observar a través del ocular.
- Gire la perilla de compensación de color hasta que observe una línea horizontal que divida el campo en una sección clara y oscura. Si la línea horizontal aparece como una banda difusa de color, el refractómetro muestra dispersión de color.
- Corrija ésto girando la perilla de compensación de color hasta que se obtenga la línea nítida y sin color, Fig. 8.
- Gire la perilla de medición hasta observar la línea horizontal aguda exactamente en la intersección de los retículos. En este punto, el espejo reflectante interior se ha ajustado a la posición apropiada para la medición correcta del índice de refracción.

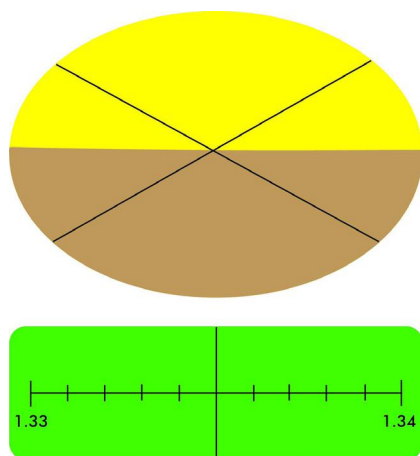


Fig. 9. Tomando la lectura



Fig. 7. Colocación de la muestra
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda



Fig. 8. Definición de la línea que divide el campo claro del oscuro

- Leer en la escala superior el índice de refracción, tomando como valor las tres cifras decimales indicadas y dar la cuarta cifra por aproximación, Fig. 9.
- Reportar el valor de índice de refracción especificando la temperatura de trabajo.
- Realizar la determinación por triplicado y sacar un promedio de las lecturas.
- Cuando se complete la medición, levante el prisma secundario. Limpiar a fondo ambos prismas, con papel suave humedecido con etanol, éter o acetona. Cuando el solvente se evapore cierre los prismas para que no se ensucien con polvo.

CALIBRACIÓN DEL EQUIPO

- El refractómetro se calibra utilizando agua destilada, de la siguiente forma:
- Abrir el prisma secundario utilizando la perilla correspondiente.
- Colocar 2 o 3 gotas de agua destilada en la superficie del prisma principal con un gotero o micropipeta, cuidando no tocar el prisma, para evitar que se raye.
- Cerrar el prisma secundario y observar a través del ocular.
- Ajustar y definir la línea de división del campo oscuro, con la perilla de compensación del color, de manera que no quede rojiza ni azul.
- Ajustar la escala a un valor cercano a 1.33 con la perilla de medición. Llevar la división del campo oscuro a la línea de intersección y realizar la lectura, que debe ser 1.333.
- De ser necesario llevar la escala al valor exacto de 1.3330 con el tornillo de ajuste utilizando el desarmador correspondiente incluido como accesorio y que se encuentra justo arriba del tornillo de ajuste.

TEMPERATURA EN LAS MEDICIONES DE ÍNDICE DE REFRACCIÓN Y SU CORRECCIÓN

La temperatura es un parámetro que influye en las mediciones del índice de refracción, ya que en la mayoría de los líquidos el valor disminuye aproximadamente 0.00045 al aumentar 1 °C; el agua disminuye 0.00010 por cada 1 °C. En general, la disminución del índice de refracción con el aumento de temperatura, se debe a la disminución de la densidad y constante dieléctrica del medio (Metrología de refracción, 2008).

Por lo anteriormente mencionado, si la medición no se toma a 20 °C, debe realizarse una corrección. Para la mayoría de los líquidos orgánicos, el índice de refracción cambia entre 0.00035 a 0.00055 unidades/°C. Si no se conoce el factor de corrección exacto para un líquido particular, se elige generalmente 0.00045 unidades/°C. Usando este valor, la siguiente fórmula nos permite calcular el índice de refracción a 20 °C cuando se toma a otra temperatura, T . (Eaton, D.C., 1989).

$$\eta_D^{20} = \eta_D^T + (0.00045)(T - 20^\circ\text{C}) \quad \text{Ec. 3}$$

EJEMPLO DE LA DETERMINACIÓN DE ÍNDICES DE REFRACCIÓN EN COMPUESTOS ORGÁNICOS

Se presentan en la Tabla 4. los resultados obtenidos para cinco compuestos orgánicos, a manera de ejemplo, la determinación se hace por triplicado y se obtiene el promedio, así como la desviación estándar; también, se presenta el valor de índice de refracción reportado en la literatura, para fines de comparación.

TABLA 4 DATOS EXPERIMENTALES DE ÍNDICE DE REFRACCIÓN PARA ALGUNOS COMPUESTOS ORGÁNICOS						
COMPUESTO	ENSAYO 1 η_D^{20}	ENSAYO 2 η_D^{20}	ENSAYO 3 η_D^{20}	PROMEDIO η_D^{20}	DESV. ESTÁNDAR	η_D^{20} REPORTADO
Acetonitrilo	1.3390	1.3400	1.3393	1.3394	0.000510	1.3440
Butanol	1.3995	1.3988	1.3990	1.3991	0.000361	1.3993
Metanol	1.3281	1.3283	1.3283	1.3282	0.000115	1.3280
Hexano	1.3752	1.3749	1.3745	1.3749	0.000351	1.3748
Acetona	1.3589	1.3590	1.3590	1.3590	0.000351	1.3591

Como puede observarse en la Tabla 4, se obtienen resultados confiables muy cercanos al valor reportado, la variabilidad en los datos es pequeña.

Se presentan a continuación en la Tabla 5, los índices de refracción de los disolventes orgánicos más comunes, valores que podrán ser utilizados como referencia.

TABLA 5		ÍNDE DE REFRACCIÓN DE LOS DISOLVENTES ORGÁNICOS MÁS COMUNES	
	NOMBRE	FÓRMULA	η_D^{20} REPORTADO
1	1,2-Dicloroetano	$C_2H_4Cl_2$	1.4450
2	1,2-Diclorobenceno	$C_6H_4Cl_2$	1.5504
3	1-Butanol	$C_4H_{10}O$	1.3993
4	2-Propanol	C_3H_8O	1.3770
5	Acetaldehído	C_2H_4O	1.3500
6	Acetato de etilo	$C_4H_8O_2$	1.3720
7	Acetona	C_3H_6O	1.3591
8	Acetonitrilo	C_2H_3N	1.3440
9	Agua	H_2O	1.3333
10	Benceno	C_6H_6	1.5010
11	Ciclohexano	C_6H_{12}	1.4255
12	Clorobenceno	C_6H_5Cl	1.5236
13	Cloroformo	$CHCl_3$	1.4453
14	Diclorometano	CH_2Cl_2	1.4240
15	Dioxano	$C_4H_8O_2$	1.4206
16	Etanol	C_2H_6O	1.3610
17	Éter etílico	$C_4H_{10}O$	1.3506
18	Etilbenceno	C_8H_{10}	1.4952
19	Etilenglicol	$C_2H_6O_2$	1.4310
20	Heptano	C_7H_{16}	1.3870
21	Hexano	C_6H_{14}	1.3748
22	Metanol	CH_4O	1.3280
23	Metilciclohexano	C_7H_{14}	1.4222
24	<i>n</i> -Butanol	$C_4H_{10}O$	1.3985
25	<i>o</i> -Xileno	C_8H_{10}	1.5048
26	Pentano	C_5H_{12}	1.3580
27	<i>p</i> -Xileno	C_8H_{10}	1.4954
28	Tetracloruro de carbono	CCl_4	1.4595
29	Tetrahidrofurano	C_4H_8O	1.4070
30	Tolueno	C_7H_8	1.4963

Durst, Gokel. (1985, p.124-125). Cienytech., (2017). Dcne., (2017).

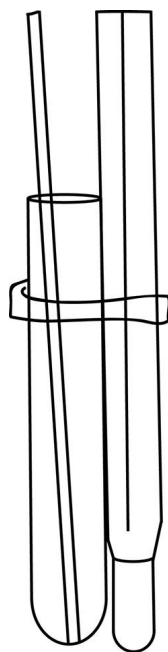
REFERENCIAS

- Cienytech. *Índices de refracción de algunos de los disolventes más comunes en cromatografía*. Recuperado el 15 de Mayo de 2017, de <http://www.cienytech.com/tablas/Tabla-indices-refrac.pdf>
- Dcne. *Disolventes verdes*. Recuperado el 15 de Mayo de 2017, de <http://www.dcne.ugto.mx/Contenido/MaterialDidactico/amezquita/Analitica3/Disolventes%20verdes.pdf>
- Durst. D. H., Gokel W. G. (1985). *Química orgánica experimental*. México: Reverte.
- Eaton, D.C. (1989). *Laboratory investigations in organic chemistry*. United States of America: McGraw-Hill. Inc.
- *Metrología de Refracción* (2008). Recuperado el 14 de mayo de 2017, de <http://www.metas.com.mx/guiamet/As-08-12-refraccion.pdf>
- Olmo, B. G. (2015). *Ensayos físicoquímicos*. Madrid: Síntesis.
- Shriner, R.L. (2013). *Identificación sistemática de compuestos orgánicos*. (2ª ed.). México: Limusa Wiley.

Fotografía: Castro, M. y Miranda, C. (2017). UNAM, FES Cuautitlán.

DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE EBULLICIÓN DE SUSTANCIAS ORGÁNICAS

3



INTRODUCCIÓN

El punto de ebullición es la temperatura a la cual un líquido cambia a la fase gaseosa y se caracteriza por la formación de burbujas de vapor dentro del líquido, que se elevan y escapan al ambiente.

El punto de ebullición normal de un líquido es la temperatura a la cual su presión de vapor es igual a 760 mm de Hg (una atmósfera). De esta definición se puede deducir que la temperatura de ebullición de un líquido varía con la presión atmosférica, es decir,

un líquido puede bullir a diferente temperatura, si se eleva o disminuye la presión externa que actúa sobre el mismo; por esa razón, es posible establecer en general que el punto de ebullición de un líquido es la temperatura a la cual su presión de vapor es igual a la presión externa ejercida sobre su superficie (Levine, I.N., 2002).

El punto de ebullición de una sustancia depende en general de la masa de sus moléculas y de las fuerzas inter e intramoleculares; en una serie homóloga dada, los puntos de ebullición de cada compuesto aumentarán al aumentar

el peso molecular. Los líquidos polares tienen mayores puntos de ebullición que los no polares del mismo peso molecular mientras que los polares y asociados (por enlace de hidrógeno) generalmente tienen puntos de ebullición considerablemente más elevados que los polares no asociados.

El punto de ebullición es un valor característico a una presión determinada, pero se ve afectado por la presencia de impurezas, por lo que es menos confiable como criterio de identificación que el punto de fusión de un sólido.

MÉTODO PARA DETERMINAR EL PUNTO DE EBULLICIÓN

MÉTODO DE THIELE

Este método tiene la ventaja de que requiere muy poca cantidad de muestra, se considera un procedimiento a escala semimicro.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se utiliza un tubo capilar para determinar el punto de ebullición (sellado por un extremo) y se coloca dentro de un microtubo de ensayo que contenga 3 gotas del líquido, cuidando que el extremo abierto esté hacia abajo en contacto con el líquido y fijarlo con una banda de hule a un termómetro. Para lecturas precisas, el microtubo con la muestra se mantiene cerca y al nivel del bulbo del termómetro, Fig. 10, la banda de hule se debe mantener por encima del nivel del aceite caliente o se podría fundir y romper. A este método se le conoce como de Siwoloboff. (Shriner, R.L., 2013).

MATERIALES

- 1 Tubo de Thiele
- 1 Termómetro
- 1 Microtubo
- 3 Capilares
- 1 Banda de goma
- 1 Tapón horadado
- 1 Mechero
- 1 Soporte universal
- 1 Pinza de 3 dedos, con nuez

REACTIVOS

Líquido con punto de ebullición elevado.



Fig.10. Montaje del microtubo para determinar punto de ebullición.

Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

Se coloca un tubo de Thiele en un soporte universal, sostenido por una pinza de tres dedos. Se llena, hasta la altura del brazo, con un líquido estable a altas temperaturas; la Tabla 6 muestra algunos líquidos que se pueden utilizar en el tubo de Thiele.

TABLA 6**LÍQUIDOS ESTABLES PARA USAR EN EL TUBO DE THIELE**

LÍQUIDO	PUNTO DE EBULLICIÓN °C
Aceite de algodón	216
Aceite de silicón	290
Ftalato de dibutilo	340
Aceite de parafina	370

El microtubo con el termómetro se sumergen dentro del tubo de Thiele, conteniendo el líquido de calentamiento. El corcho o tapón que sostiene el termómetro en su lugar, debe cortarse en un lado para permitir la visión de la región del nivel del mercurio, como se muestra en la figura Fig. 11 y se calienta el líquido con un mechero, colocado en la parte angular del tubo.



Fig. 11. Montaje para determinar punto de ebullición.

Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

- Iniciar el calentamiento lentamente, permitiendo que la temperatura se eleve, hasta observar que del capilar empiezan a salir burbujas de aire.
 - En el momento que las burbujas salen en forma rápida y continua, se anota la temperatura que es la que corresponde al punto de ebullición; observar que casi simultáneamente dejan de salir las burbujas y el líquido sube al capilar.
- Ver el proceso en el video:

<https://youtu.be/Nlt4p8WlhL4>

RECOMENDACIONES:

- Es conveniente hacer una primera determinación más o menos rápida, para detectar el punto de ebullición aproximado; en la segunda determinación, al acercarse al punto de ebullición, el calentamiento debe ser más lento para observar mejor la salida de las burbujas del tubo capilar.
- Para cada determinación se debe cambiar el tubo capilar cerrado por la parte de arriba, así como esperar a que se enfríe el líquido del tubo de Thiele.
- Realizar la determinación por triplicado, haciendo la corrección por presión y anotar los resultados obtenidos, calculando los parámetros estadísticos básicos.

CORRECCIÓN DEL PUNTO DE EBULLICIÓN POR PRESIÓN

Para realizar la corrección del punto de ebullición de los compuestos, por la presión atmosférica, se utiliza la siguiente ecuación, (Dean, J.A., 1985 sec.10, p55).

$$T_c = T_o + C(P_o - P) \quad \text{Ec. 4}$$

Donde:

- T_c punto de ebullición corregido
- T_o punto de ebullición observado
- P_o presión estándar (760 mm de mercurio)
- P presión atmosférica del lugar donde se hace la determinación
- C constante cuyo valor varía de acuerdo al intervalo de temperatura de ebullición

Los valores de las constantes para los intervalos de temperatura, se presentan en la Tabla 7.

TABLA 7		CONSTANTES PARA CORREGIR PUNTO DE EBULLICIÓN A DIFERENTES PRESIONES CON RESPECTO A LA PRESIÓN NORMAL	
	INTERVALO DE TEMPERATURA DE EBULLICIÓN °C		VALOR DE LA CONSTANTE
	DE	A	
1	25	40	0.037
2	41	75	0.043
3	76	100	0.044
4	101	120	0.046
5	121	140	0.048
6	141	155	0.051
7	156	220	0.055
8	221	300	0.057
9	310	325	0.064

Dean, J.A., 1985 sec.10, p55.

EJEMPLO DE LA DETERMINACIÓN POR EL MÉTODO DE THIELE

Con la finalidad de ejemplificar la determinación, se seleccionaron cinco compuestos orgánicos a los cuales se les determinó el punto de ebullición con tres repeticiones, en un laboratorio de la FES Cuautitlán, ubicado en Cuautitlán Izcalli, Estado de México, donde la presión atmosférica determinada es de 586 mmHg. Los resultados se muestran en la Tabla 8.

TABLA 8		DATOS EXPERIMENTALES DE PUNTOS DE EBULLICIÓN		
COMPUESTO	ENSAYO 1 °C	ENSAYO 2 °C	ENSAYO 3 °C	
Hexano	64	62	61	
Tolueno	101	101	102	
Metanol	57	58	57	
Etanol	70	71	71	
Acetona	49	50	48	

Con los datos de la Tabla 8, se realizó la corrección por presión utilizando la Ecuación 4 y las constantes correspondientes de la Tabla 6, tomando el valor de la presión atmosférica de 586 mmHg. A continuación se presenta un ejemplo con el ensayo 1 del hexano

$$T_c = 64^{\circ}\text{C} + 0.043 (760 - 586)$$

$$T_c = 71.4^{\circ}\text{C}$$

La Tabla 9 presenta los resultados de las correcciones por presión, así como los parámetros estadísticos correspondientes.

TABLA 9		PUNTOS DE EBULLICIÓN CORREGIDOS				
COMPUESTO	ENSAYO 1 °C	ENSAYO 2 °C	ENSAYO 3 °C	PROMEDIO °C	DESV. ESTÁNDAR	*VALOR REPORTADO °C
Hexano	71.4	69.4	68.4	69.8	1.5	69.0
Tolueno	109.0	109.0	110.0	109.3	0.5	110.6
Metanol	64.4	65.4	64.4	64.8	0.5	64.7
Etanol	77.4	78.4	78.4	78.1	0.5	78.2
Acetona	56.4	57.4	55.4	56.4	1.0	56.5

*O' Neil, J.M., 2006.

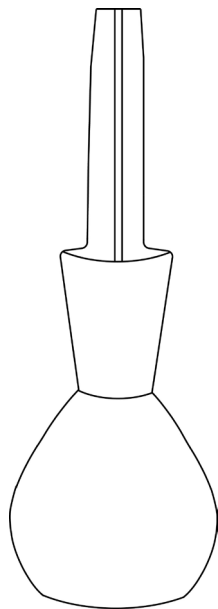
REFERENCIAS

- Dean, J.A. (1985). *Lange´s Handbook of chemistry*. (13ª ed.). United States of America: McGraw- Hill.
- Levine, I.N. (2002). *Fisicoquímicas. Vol 1*. (5ª ed.) Madrid: McGraw- Hill.
- O´Neil, J.M. *The Merck Index: An encyclopedia of chemicals, drugs, and biologicals*. (2006). (14ª ed.). United States of America: Merck Research Laboratories.
- Shriner, R.L. (2013). *Identificación sistemática de compuestos orgánicos*. (2ª ed.). México: Limusa Wiley.

Fotografía: Castro, M. y Miranda, C. (2017). UNAM, FES Cuautitlán.

DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD DE LÍQUIDOS

4



INTRODUCCIÓN

La densidad es la magnitud escalar que expresa la cantidad de materia de una sustancia contenida en un determinado volumen. Las letras o símbolos más comúnmente utilizados para su representación son la letra d minúscula, D mayúscula y la letra griega ρ (ρ).

La densidad depende de la presión y de la temperatura del sistema. Cuando la presión aumenta la densidad también lo hace. Respecto a la temperatura, dado que la mayor parte de los materiales se expanden al ser calentados, la densidad tenderá a descender ya que aumenta el volumen pero si desciende la temperatura aumenta su densidad. Una excepción notable la constituye el agua en el intervalo de 0 a 4 °C.

La determinación experimental de la densidad se realiza a partir de dos propiedades directamente observables que son la masa y el volumen, propiedades extensivas, y la relación de éstas genera una propiedad intensiva. Esto significa que la densidad de un sistema, sustancia o lote de un producto homogéneo, será la misma en cualquier parte del sistema. Es importante recordar la diferencia entre masa y peso. La masa es la cantidad de materia en un objeto. El peso es la fuerza sobre un objeto debida a la gravedad (g). El vector g se denomina campo gravitatorio terrestre y es la fuerza por unidad de masa, ejercida sobre cualquier objeto; cerca de la superficie terrestre tiene el valor de 9.81 m/s^2 (Hewitt, P. G., 2002).

La constante g varía con el lugar, por lo tanto, a diferencia de la masa, el peso no es una propiedad intrínseca del cuerpo. (Allen, P., et al, 2014).

La densidad se utiliza como un criterio para caracterizar compuestos y es una determinación física básica que se realiza en los controles de calidad en laboratorios farmacéuticos y empresas del área química.

DENSIDAD ABSOLUTA

La densidad absoluta es la que se expresa en dimensiones de unidades de masa entre el volumen de la sustancia, por lo tanto se calcula de la siguiente manera:

$$\rho = \frac{m}{V} \quad \text{Ec. 5}$$

Dónde:

- ρ Densidad absoluta de una sustancia
- m Masa de la sustancia
- V Volumen ocupado por la masa m

Las unidades en que se representa la densidad absoluta (Olmo, G., 2015, p.56.) son:

Sistema internacional (SI): kg/m^3

Sistema cegesimal (CGS): g/cm^3

Sistema inglés: lb/ft^3

Sistema técnico: g/mL

DENSIDAD RELATIVA

La densidad relativa es una magnitud adimensional que relaciona la densidad absoluta de un líquido con respecto a la densidad absoluta de una sustancia de referencia (agua destilada).

$$\rho_r = \frac{\rho_1}{\rho_2} \quad \text{Ec. 6}$$

Donde:

- ρ_r Densidad relativa de la sustancia, con respecto al agua
- ρ_1 Densidad absoluta del líquido
- ρ_2 Densidad absoluta del agua (sustancia de referencia)
- T_1 Temperatura del líquido
- T_2 Temperatura del agua

De la definición de densidad relativa, se puede desarrollar la Ecuación 7, siempre y cuando las determinaciones se hagan exactamente en el mismo picnómetro, lo que implica que el volumen sea exactamente el mismo.

En otras palabras, la densidad relativa puede expresarse como relación de las masas de dos sustancias (Shriner R.L., 2013).

$$\rho_r = \frac{\rho_1}{\rho_2} = \frac{m_{\text{sus}}/V}{m_{\text{agua}}/V} = \frac{m_{\text{sus}}}{m_{\text{agua}}} \quad \text{Ec. 7}$$

Donde:

- ρ_r Densidad relativa del líquido, con respecto al agua, a una temperatura T
- m_{sus} Masa de la sustancia medida
- m_{agua} Masa de la sustancia de referencia (agua destilada).
- V Volumen

A nivel laboratorio, la densidad puede determinarse usando diferentes instrumentos, uno de los más comunes es el picnómetro.

El picnómetro es un recipiente en donde se pesa el volumen de un líquido, empleando una balanza analítica con una precisión de ± 0.0001 g.

Los picnómetros se clasifican en calibrados y no calibrados. Los picnómetros calibrados usados comúnmente en el laboratorio son los Gay Lussac, los cuales tienen un certificado de calibración con un volumen específico que puede ser de

10, 25, 50 y 100 mL, la Figura 12a muestra un picnómetro calibrado de 10 mL vacío y la 12b el picnómetro lleno. La utilidad de los picnómetros calibrados radica en que contienen exactamente la medida que el fabricante especifica y que, a diferencia de las pipetas, buretas, matraces volumétricos, entre otros, no tienen un $\pm$ de precisión, y además cumplen los estándares internacionales de volumen.

Existen los picnómetros Gay Lussac con termómetro y capilar lateral que tienen como ventaja la medición de temperatura, tales picnómetros también cuentan con un certificado de calibración con volúmenes que puede ser de 5, 25 y 50 mL.

Dentro de los picnómetros no calibrados, se encuentran los comerciales y de fabricación en talleres de vidrio, se utilizan para realizar determinaciones a nivel semi y micro escala, por sus bajas capacidades de volumen.

En la Figura 13 se muestra un picnómetro comercial Pyrex de 2 mL y en la Figura 14 un picnómetro realizado en un taller de vidrio que requiere una mínima cantidad de muestra, el cual llamaremos picnómetro en W.



Fig. 12a. Picnómetro calibrado vacío.

Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda



Fig. 12b. Picnómetro calibrado lleno.

Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda



Fig. 13. Picnómetro Pyrex de 2 mL.

Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

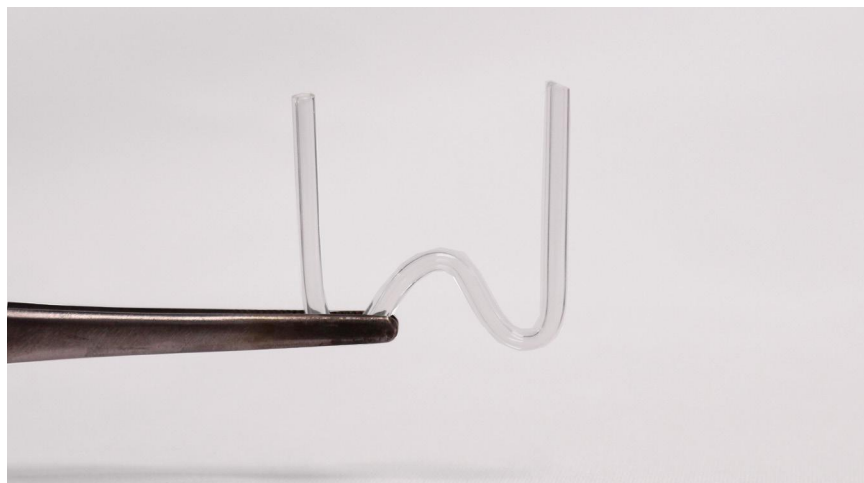


Fig. 14. Picnómetro en W.
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

MÉTODO DE DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD RELATIVA DE UNA SUSTANCIA

Por ser un método utilizado a escala micro en el laboratorio, se presenta a continuación un ejemplo del uso del picnómetro en W para la determinación de densidad.

MATERIALES	EQUIPO
1 Picnómetro W 1 Jeringa hipodérmica de 5mL 1 Un soporte para sostener el picnómetro) 1 Paño para secar 1 Par de guantes de látex o nitrilo	Balanza analítica de precisión $\pm 0.0001 \text{ g}$

Se trabaja con 5 compuestos orgánicos realizando 3 repeticiones de cada determinación, los resultados se presentan en la Tabla 10.

Recordar que para el cálculo se utiliza la Ecuación 7, por lo que solo se requiere determinar la masa del agua destilada y la masa de la muestra, **para cada compuesto se utiliza exactamente el mismo picnómetro, para garantizar que los volúmenes son los mismos y por lo tanto la Ecuación 7 es válida.**

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

- Lavar el picnómetro con agua y detergente líquido, utilizando una jeringa y enjuagar con agua destilada.
- Secar el picnómetro con aire o con algún disolvente como etanol, acetona o estufa, pesarlo.
- Llenar el picnómetro con agua destilada, apoyándose con una jeringa hipodérmica hasta el enrase del capilar (ver Figura 15). Cuidar que no haya exceso de agua destilada en los extremos del capilar. Limpiar el líquido remanente que reboza sobre el capilar.
- Pesar en la balanza analítica el picnómetro con el agua destilada, utilizando un soporte para sostener el picnómetro, Fig. 16. y registrar el valor de la masa: m_{agua}
- Vaciar el agua del picnómetro, lavarlo con acetona y secarlo antes de llenarlo con la sustancia.
- Llenar el picnómetro con la sustancia, apoyándose con una jeringa hipodérmica, hasta el enrase del capilar, Fig. 15. Llenar con cuidado y lo más rápido que se pueda para evitar la pérdida de muestra, en el caso de muestras volátiles, cuidar que no haya exceso de sustancia en los extremos del capilar. Limpiar el líquido remanente que reboza sobre el capilar.
- Pesar en la balanza analítica el picnómetro con la sustancia problema y registrar el valor de la masa: m_{sus} , Fig. 16.



Fig. 15. Llenado del Picnómetro en W.
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

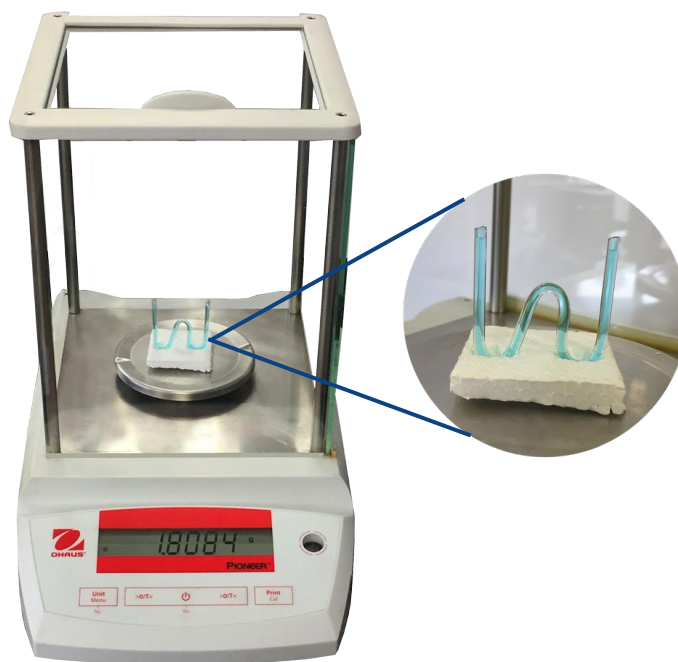


Fig. 16. Pesado de la sustancia problema con el picnómetro en W.
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

Utilizar guantes de látex o nitrilo durante todas las determinaciones, para impedir la contaminación del picnómetro y evitar que la muestra se dilate o se evapore y así garantizar un aforo correcto.

El procedimiento anteriormente descrito es el que se utiliza para cualquier tipo de picnómetro, considerando que para picnómetros de volúmenes mayores éstos se pueden secar en estufa y posteriormente colocar en un desecador hasta que alcancen la temperatura ambiente.

A continuación se presentan ejemplos de la determinación de la densidad relativa de 5 compuestos orgánicos. Los resultados experimentales a la temperatura de trabajo de 20 °C, se presentan en la Tabla 10.

TABLA 10		DATOS EXPERIMENTAL PARA LA DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD RELATIVA			
COMPUESTO	MUESTRA	MASA DEL PICNÓMETRO VACÍO g	MASA DEL PICNÓMETRO + AGUA g	MASA DEL PICNÓMETRO + COMPUESTO g	DENSIDAD RELATIVA EXPERIMENTAL
TOLUENO	1	1.0640	1.2523	1.2262	0.8614
	2		1.2526	1.2263	0.8606
	3		1.2510	1.2264	0.8684
METANOL	1	1.0847	1.2816	1.2394	0.7857
	2		1.2808	1.2390	0.7868
	3		1.2827	1.2388	0.7783
HEXANO	1	1.3963	1.6486	1.5603	0.6500
	2		1.6469	1.5600	0.6532
	3		1.6490	1.5608	0.6510
ACETATO DE ETILO	1	1.3319	1.5550	1.5370	0.9033
	2		1.5555	1.5300	0.9032
	3		1.5553	1.5370	0.9037
ACETONA	1	1.0636	1.2516	1.2114	0.7862
	2		1.2526	1.2118	0.7841
	3		1.2525	1.2123	0.7872

Ejemplo de cálculo, de acuerdo a la Ecuación 7, utilizando metanol, ensayo 1.

$$m_{\text{sus}} = 1.2394 - 1.0847 = 0.1547$$

$$\rho = 0.1547 / 0.1969 = 0.7857$$

$$m_{\text{agua}} = 1.2816 - 1.0847 = 0.1969$$

La densidad relativa del metanol con respecto al agua a 20 °C se expresa como:

$$\rho_{20}^{20} = 0.7857$$

La Tabla 11 presenta los resultados promedio para los cinco compuestos, y el valor reportado, así como la desviación estándar.

TABLA 11		COMPARACIÓN DE LA DENSIDAD RELATIVA EXPERIMENTAL, CON LA REPORTADA	
COMPUESTO	DENSIDAD RELATIVA EXPERIMENTAL (PROMEDIO)	DENSIDAD RELATIVA REPORTADA*	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
TOLUENO	0.8635	0.8660	0.0043
METANOL	0.7836	0.7915	0.0046
HEXANO	0.6514	0.6591	0.0017
ACETATO DE ETILO	0.9034	0.9020	0.0189
ACETONA	0.7858	0.7910	0.0016

*O' Neil, J.M., 2006.

Como puede observarse, se obtienen valores muy cercanos a los reportados con desviaciones estándar pequeñas. Este método se ha validado en el laboratorio y ha demostrado que es confiable y que

puede utilizarse para la determinación de las densidades relativas de compuestos líquidos orgánicos, sin embargo, puede presentar problemas con disolventes muy volátiles, como el éter etílico.

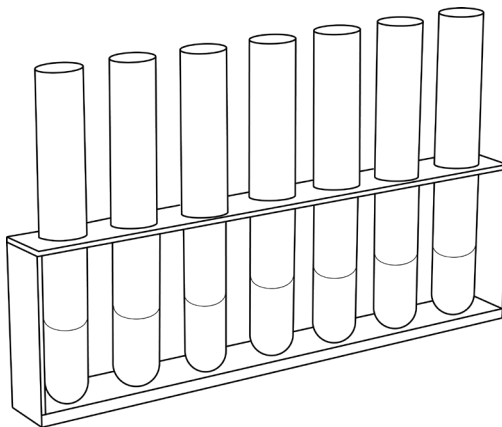
REFERENCIAS

- Allen, P., Mosca G. (2005). *Física para la ciencia y la tecnología: Mecánica, oscilaciones y ondas, termodinámica*. (5ª ed.). Barcelona: Reverté.
- Hewitt, P., G. (2002). *Física conceptual*. (9ª ed.). México: Pearson Educación.
- O' Neil, J.M. (2006). *The Merck Index: An encyclopedia of chemicals, drugs, and biologicals*. (14ª ed.). United States of America: Merck Research Laboratories.
- Olmo, G. (2015). *Ensayos físicoquímicos*. Madrid: Síntesis.
- Shriner, R.L. (2013). *Identificación sistemática de compuestos orgánicos*. (2ª ed.). México: Limusa Wiley.

Fotografía: Castro, M. y Miranda, C. (2017). UNAM, FES Cuautitlán.

COMPORTAMIENTO DE SOLUBILIDAD DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

5



INTRODUCCIÓN

La interpretación de pruebas de solubilidad de un compuesto orgánico en ciertos disolventes generalmente conduce hacia una información más específica acerca del o los grupos funcionales presentes en su estructura, así como de su polaridad y sus características ácido base.

La solubilidad de una sustancia es una medida del equilibrio entre la sustancia pura y su disolución. Dicho equilibrio se ve afectado no solo por las interacciones del disolvente y el soluto, sino también por las fuerzas intermoleculares en el soluto puro. Es conveniente diferenciar entre solubilidad y una reacción química, en algunos casos la reacción química va acompañada de un

cambio de color, producción de calor, formación de un precipitado o desprendimiento de un gas. En tanto que la solubilidad implica que se disuelva un soluto en un disolvente, donde las unidades estructurales iones o moléculas se separan unas de otras y el espacio entre ellas es ocupado por moléculas del disolvente. (Eaton, D.C., 1989).

En general, un aumento en el peso molecular produce un aumento en las fuerzas intermoleculares de un sólido, los polímeros y otros compuestos de peso molecular elevado, presentan bajas solubilidades en agua y éter.

Un compuesto de cadena ramificada es más soluble que el compuesto correspondiente de cadena recta, esto es debido a que la ramificación reduce las fuerzas y

las atracciones intermoleculares, por lo tanto, la posición del grupo funcional en la cadena carbonada también afecta la solubilidad. (Shriner, R.L., 2013).

Se puede obtener información preliminar de una sustancia, mediante el estudio de su comportamiento de solubilidad y/o reacción en agua, disoluciones de hidróxido de sodio al 5 %, bicarbonato de sodio al 5 %, ácido clorhídrico al 5 % y con ácido sulfúrico concentrado frío.

MÉTODO PARA ANALIZAR EL COMPORTAMIENTO DE SOLUBILIDAD DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Materiales	Reactivos	Equipo
6 Tubos de ensayo 1 Microespátula 1 Mortero con pistilo 1 Varilla de vidrio 1 Baño María 1 Parrilla 1 Pipeta graduada de 2 mL 1 Pipeta graduada de 1 mL	Éter etílico Bicarbonato de sodio al 5% Hidróxido de sodio al 5% Ácido clorhídrico al 5% Ácido sulfúrico concentrado	Balanza analítica de precisión ± 0.0001 g

Ensayo de solubilidad en agua:

- Colocar en un tubo de ensayo 1 o 2 gotas (si la muestra es líquida) ó 25 mg (si la muestra es sólida) del compuesto orgánico.
- Agregar aproximadamente 0.75 mL de agua destilada y agitar después de la adición. Realizar la prueba a temperatura ambiente.
- Si el compuesto se disuelve, determinar el pH de la disolución acuosa con una tira reactiva de papel pH.
- Si el sólido se disuelve parcialmente, o no se disuelve, agregar 0.5 mL más de disolvente y/o calentar la mezcla ligeramente en un baño María, observar si esto ayuda a que se disuelva. Evitar calentar en exceso porque puede ocurrir una reacción. Si el sólido se disuelve al calentar, la disolución se enfría a temperatura ambiente,

se determina el pH de la disolución, se agita para evitar la sobresaturación, en caso contrario se considera insoluble.

Ensayo de solubilidad en éter etílico:

- Colocar en un tubo de ensayo 1 o 2 gotas (si la muestra es líquida) ó 25 mg (si la muestra es sólida) del compuesto orgánico.
- Agregar aproximadamente 0.75 mL de éter etílico y agitar después de la adición. Realizar la prueba a temperatura ambiente. En caso de que no se disuelva, agregar 0.5 mL más de éter y observar.

Ensayo de solubilidad en ácidos y bases acuosos

- Colocar en diferentes tubos de ensayo 1 o 2 gotas (si la muestra es líquida) ó 25 mg (si la muestra es sólida) del compuesto orgánico.
- Agregar en los diferentes tubos con la muestra, 0.75 mL de las disoluciones de hidróxido de sodio al 5%, bicarbonato de sodio al 5%, y ácido clorhídrico al 5%, respectivamente y agitar después de cada adición. Realizar las pruebas a temperatura ambiente.
- Agregar cuidadosamente 0.75 mL de ácido sulfúrico concentrado y agitar después de la adición. Realizar la prueba a temperatura ambiente.
- Los líquidos orgánicos más ligeros pueden flotar sobre el sulfúrico concentrado en lugar de disolverse inmediatamente. En este caso, se debe agitar la mezcla con una varilla de vidrio.
- Con fines de clasificación de la solubilidad, las sustancias desconocidas que reaccionen con ácido sulfúrico para producir calor, cambio de color o ambos, deben clasificarse como solubles, incluso si la muestra no se disuelve (Shriner, R.L., 2013).

Ensayo de solubilidad en ácido sulfúrico concentrado:

- Colocar en un tubo de ensayo 1 o 2 gotas (si la muestra es líquida) ó 25 mg (si la muestra es sólida) del compuesto orgánico.

Una vez realizadas las pruebas, ver el esquema general y su interpretación, para determinar los posibles grupos funcionales presentes.

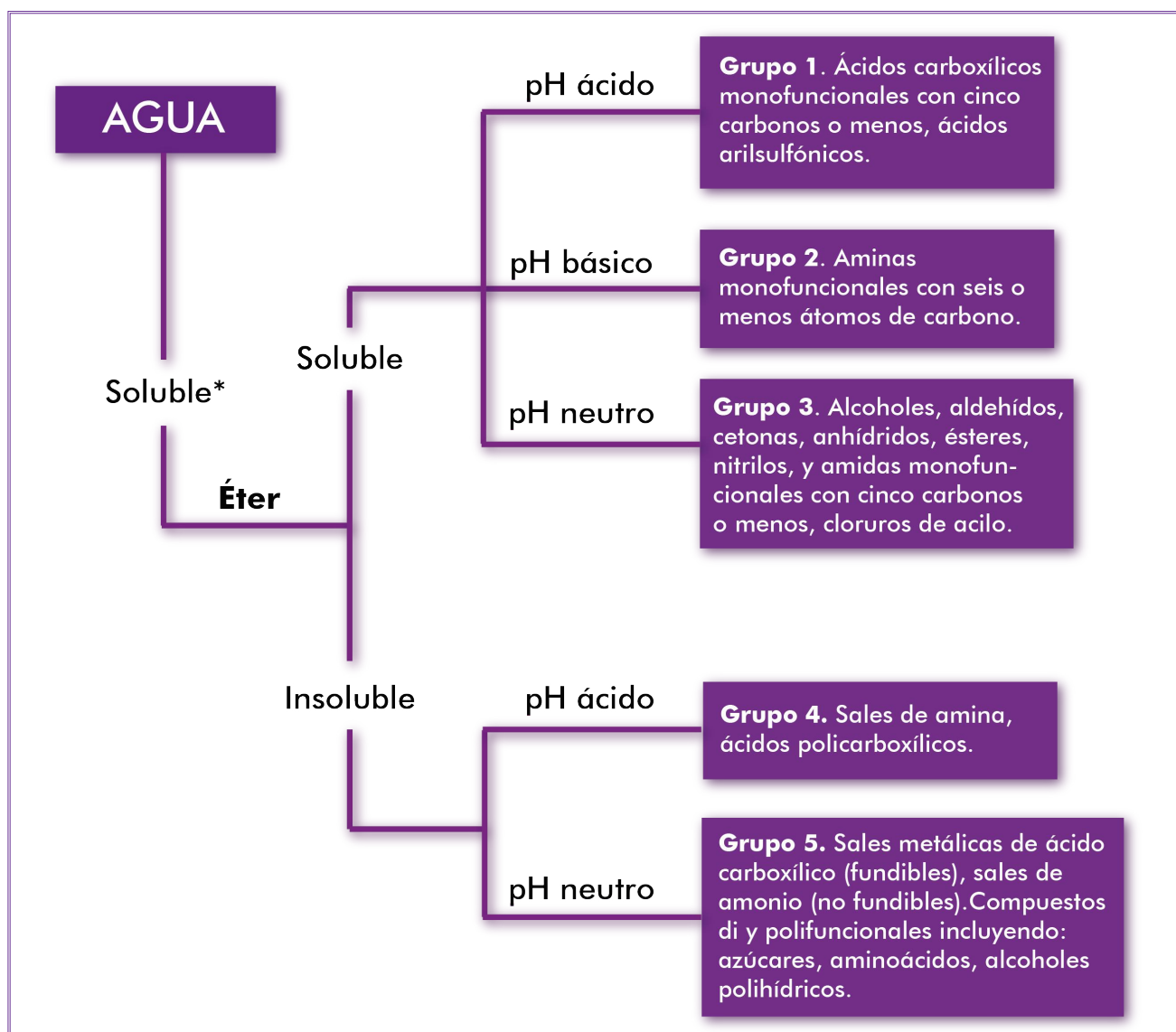
RECOMENDACIONES GENERALES

- Pulverizar los compuestos sólidos, utilizando un mortero con pistilo, para aumentar la velocidad de la disolución.
- Mantener una proporción de disolvente a soluto, para lo cual los líquidos se miden con una pipeta graduada y los sólidos se pesan.
- Cuando dos líquidos son incoloros, pueden no distinguirse las dos fases si son inmiscibles, en este caso es conveniente agitar el tubo de ensayo con fuerza, si hay dos fases, la disolución se volverá turbia.
- El tiempo de agitación requerido para que una sustancia desconocida se disuelva no debe ser mayor a uno o dos minutos.
- Cuando se realicen las pruebas con ácido y base no debe aplicarse calor porque podría provocar hidrólisis.

ESQUEMA GENERAL DE SOLUBILIDAD DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

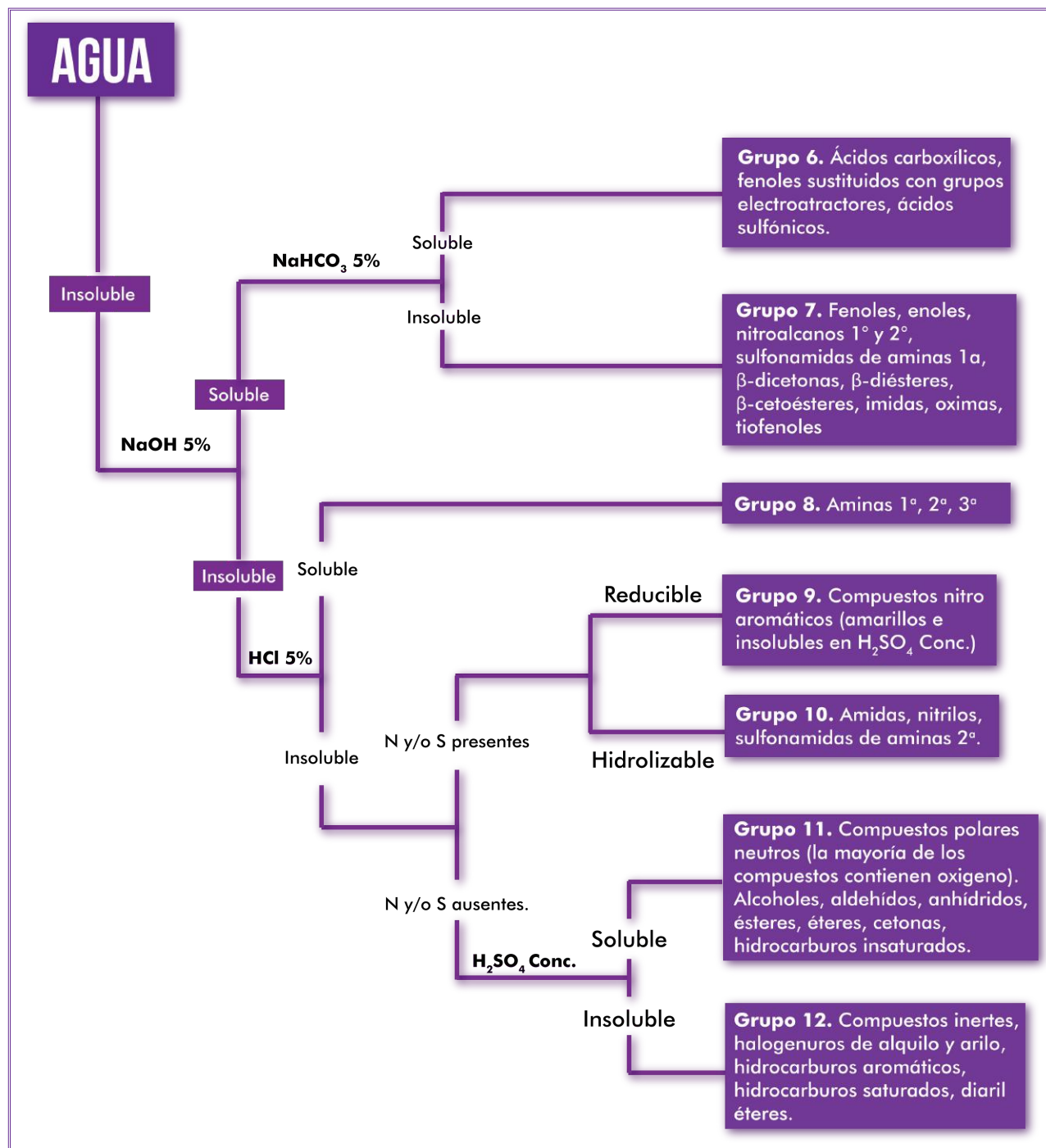
A continuación se presenta un esquema general del comportamiento de solubilidad de los compuestos orgánicos en agua y en las disoluciones mencionadas anteriormente. (Eaton, D.C., 1989, Shriner, R.L., 2013).

COMPUESTOS ORGÁNICOS SOLUBLES EN AGUA



*Medir el pH de la disolución acuosa

COMPUESTOS ORGÁNICOS INSOLUBLES EN AGUA



Para una interpretación correcta del esquema es recomendable seguir la secuencia indicada y también realizar el análisis elemental orgánico (que se presenta en el siguiente capítulo) para determinar los elementos presentes en el compuesto, que deben estar acordes a los grupos funcionales indicados y posteriormente comprobar con pruebas específicas la presencia de estos grupos, consultando la bibliografía correspondiente, (Eaton, D.C., 1989, Criddle, W.J., 1980, Shriner, R.L., 2013, Haynes, B., 1966).

INTERPRETACIÓN DEL ESQUEMA

Grupo 1: Solubles en agua y éter, pH ácido.

Ácidos carboxílicos monofuncionales con cinco carbonos o menos, ácidos arilsulfónicos.

Grupo 2: Solubles en agua y éter, pH básico.

Aminas monofuncionales con seis o menos átomos de carbono.

Grupo 3: Solubles en agua y éter, pH neutro.

Alcoholes, aldehídos, cetonas, anhídridos, ésteres, nitrilos, y amidas monofuncionales con cinco carbonos o menos, cloruros de acilo.

Grupo 4: Solubles en agua, insolubles en éter, pH ácido.

Ácidos policarboxílicos muy polares para disolverse en éter, y otros compuestos como sales de amina.

Grupo 5: Solubles en agua, insolubles en éter, pH neutro.

Compuestos como sales metálicas de ácidos carboxílicos, sales de amonio, compuestos di y polifuncionales como carbohidratos, aminoácidos y alcoholes polihídricos. Todos estos compuestos son polares, por lo tanto, son insolubles en éter.

Grupo 6: Insolubles en agua, solubles en NaOH al 5% y NaHCO_3 al 5%.

El NaHCO_3 es una base más débil que el NaOH, los compuestos que se disuelven en NaHCO_3 al 5% deben ser apreciablemente ácidos. Este grupo incluye ácidos carboxílicos y ácidos sulfónicos, que reaccionan con el NaHCO_3 al 5% para formar una sal de sodio soluble en agua. Se produce también CO_2 como subproducto, la observación de efervescencia es la evidencia de que ocurrió una reacción. Las sales de los compuestos de alto peso molecular son insolubles.

Los fenoles no son lo suficientemente ácidos para reaccionar con NaHCO_3 . Sin embargo, si el fenol tiene uno o más grupos electroattractores en posiciones orto y para respecto al grupo hidroxilo, sí va a reaccionar.

Grupo 7: Insolubles en agua y en NaHCO_3 al 5%, solubles en NaOH al 5%.

Compuestos débilmente ácidos, lo suficiente para reaccionar y disolverse con NaOH, como los fenoles, eno-

les, nitroalcanos primarios y secundarios, sulfonamidas, sulfonamidas de aminas primarias, β -dicetonas, β -diésteres, β -cetoésteres, imidas, oximas, tiofenoles (Ar-SH).

Grupo 8: Insolubles en agua y solubles en HCl al 5%

Prácticamente todas las aminas primarias, secundarias y terciarias alifáticas son solubles en HCl al 5%, debido a la formación de un clorhidrato soluble en agua.

Sin embargo, las diaril y triaril aminas no se disuelven, por diferentes razones; las diaril aminas reaccionan con HCl al 5%, pero el clorhidrato de la amina no es soluble en agua debido a su tamaño y las triaril aminas no reaccionan con el HCl al 5%.

Grupo 9: Insolubles en agua, en NaOH al 5% y HCl al 5%, contienen nitrógeno y/o azufre y son reducibles.

Compuestos nitro aromáticos, los cuales se reducen a aminas y frecuentemente son de color amarillo.

Grupo 10: Insolubles en agua, en NaOH al 5% y HCl al 5%, contienen nitrógeno y/o azufre y son hidrolizables.

Incluyen amidas, nitrilos, y sulfonamidas de aminas secundarias, estos se disuelven en H_2SO_4 concentrado porque son débilmente básicos y por lo tanto pueden ser protonados por el ácido.

Grupo 11: Insolubles en agua y solubles en H_2SO_4 concentrado.

Incluyen alcoholes, aldehídos, cetonas, ésteres, la mayoría de éteres, alquenos, alquinos y anhídridos. Se disuelven en H_2SO_4 concentrado porque son débilmente básicos y por lo tanto pueden ser protonados por el ácido.

Grupo 12: Insolubles en agua y H_2SO_4 concentrado.

Incluyen halogenuros de alquilo y arilo, hidrocarburos aromáticos, alcanos, diaril éteres.

Los diaril éteres se incluyen porque el par de electrones del oxígeno están deslocalizados en el anillo aromático y por lo tanto, no están disponibles para compartir con el H_2SO_4 concentrado. Algunos hidrocarburos, sin embargo, se pueden sulfonar con H_2SO_4 concentrado y se disuelven.

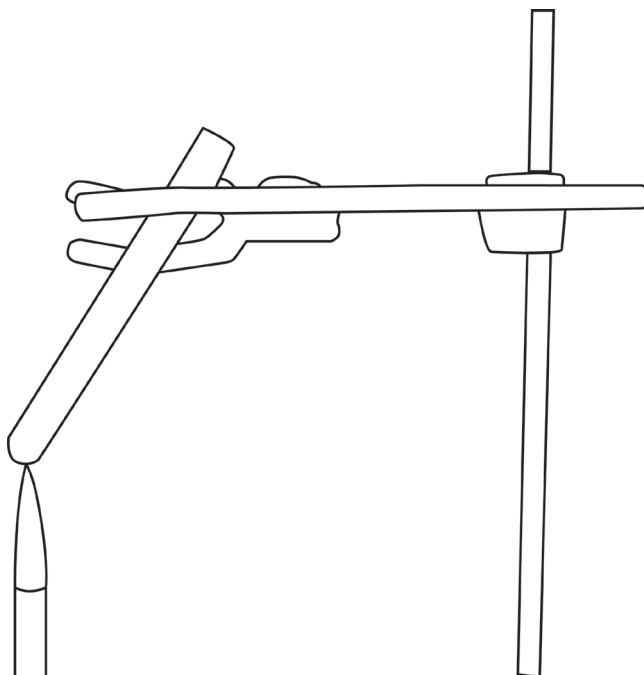
REFERENCIAS

- Criddle, W.J., Ellis G.P. (1990). *Spectral and chemical characterization of organic compounds: A laboratory Handbook*. (3ª ed.) United States of America: John Wiley & Sons.
- Eaton, D.C. (1989). *Laboratory investigations in organic chemistry*. United States of America: McGraw-Hill.
- Haynes, B. (1966). *Qualitative organic analysis*. (2ª ed.) London: Macmillan.
- Shriner, R.L. (2013). *Identificación sistemática de compuestos orgánicos*. (2ª ed.). México: Limusa Wiley.

*Fotografía: Castro, M. y Miranda, C. (2017). UNAM, FES Cuautitlán.

ANÁLISIS ELEMENTAL DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

6



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 fósforo.

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 transformación es la fusión alcalina, la cual se puede llevar a cabo de diferentes maneras, siendo las más utilizadas:

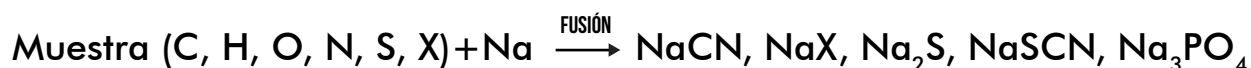
- Fusión con sodio metálico o método de Lassaigne, en este método los compuestos orgánicos se descomponen por fusión con sodio, formando las correspondientes sales: halogenuros, cianuro, sulfuro, sulfocianuro y fosfato de sodio, (este último después del tratamiento con ácido nítrico).
- Fusión con zinc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

MÉTODOS PARA ANÁLISIS ELEMENTAL DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

FUSIÓN ALCALINA CON SODIO METÁLICO

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

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



- En un tubo de ensayo limpio y seco, colocar un trozo pequeño (aproximadamente 200 mg) de sodio metálico; teniendo cuidado en el manejo del sodio, se recomienda el 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.
- 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.
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

- 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.
- 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, ca-
- lentar 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, Eaton, D.C., 1989).

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 0.1 g o unas gotas de solución saturada recientemente preparada de sulfato de hierro (II) 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.
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

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



● Prueba con Acetato de plomo

Tomar en un tubo de ensayo 1 mL 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.

*Fig. 19. Prueba positiva para azufre, con acetato de plomo.
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

● 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.
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

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.

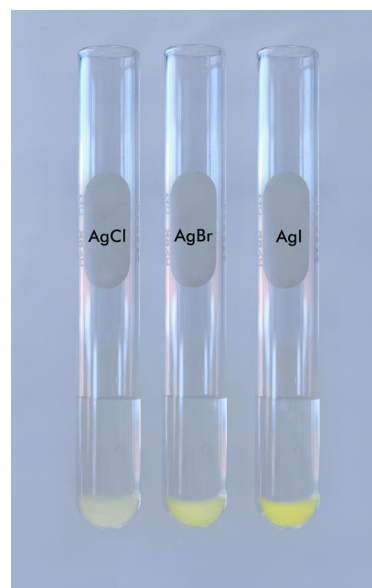


Fig. 21. Prueba positiva para halógenos.
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

Para diferenciar el tipo de halógeno se puede realizar la prueba de solubilidad con 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 $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}$, el bromuro de plata es 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 (Shriner, R.L., 2013).

● 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 Beilstein

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 sea 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 positiva incluso si la muestra contiene trazas de halógeno, sin embargo, algunos compuestos orgánicos dan positivo en ausencia de halógeno (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 Pinza de 3 dedos con nuez 1 Pinza para tubo de ensayo 1 Gotero 1 Mechero Bunsen 1 Vaso de precipitados de 30 mL 2 Tiras reactivas de papel pH 1 Microespátula 1 Agitador de vidrio 1 Embudo de vidrio 1 Tripié 1 Triángulo de porcelana 1 Pinza 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.

- 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.

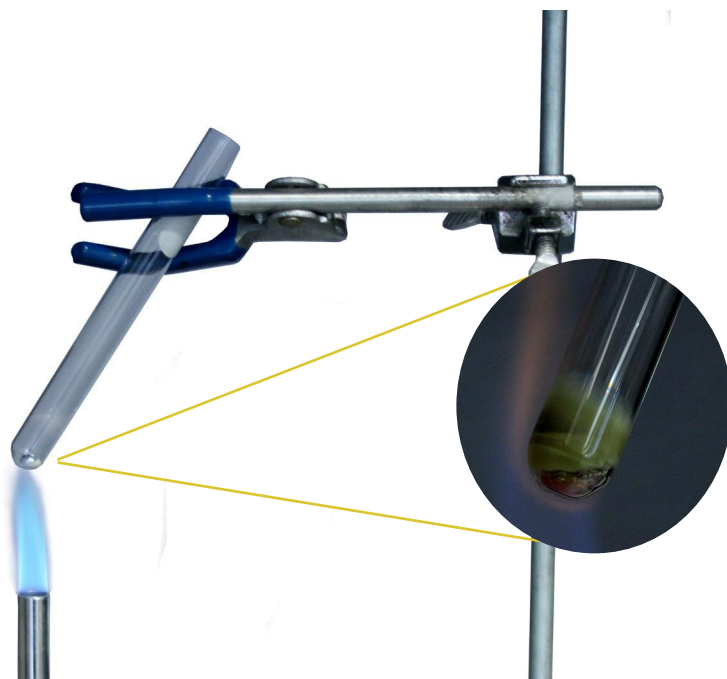


*Fig. 22. Fusión con Zn y CaO.
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

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

En cuanto la muestra reaccione con la mezcla, colocar papel pH humedecido con agua sobre la boca del tubo, sin 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 amoníaco 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 a la región básica 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 como se indica a continuación.

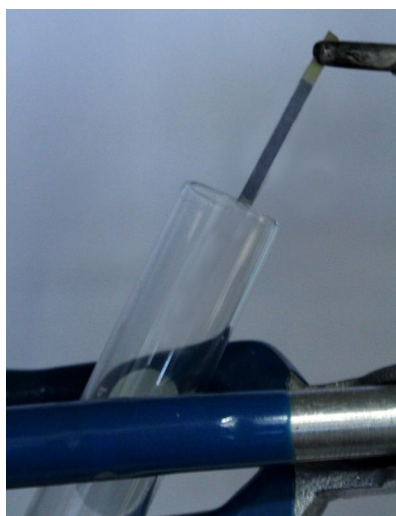


*Fig. 23. Prueba de nitrógeno
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

- 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 halogenuros 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., et al. 1973).

REFERENCIAS

- Eaton, D.C. (1989). *Laboratory investigations in organic chemistry*. United States of America: McGraw- 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
- Snyder, C.H., Jackson, P. S., Del Valle, J. C. (1973). Calcium Oxide-Zn Fusion. The successor to sodium fusion in the undergraduate laboratory. *Journal of Chemical Education*. 50 (1) p. 72-73.
- 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: Castro, M. y Miranda, C. (2017). UNAM, FES Cuautitlán.