

## UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS E BIOLÓGICAS DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

## PRÁTICAS DE QUÍMICA ORGÂNICA – QUI-186 Curso: Química Industrial

Prof. Dr. Leandro Vinícius Alves Gurgel

legurgel@ufop.edu.br

SETOR DE QUÍMICA ORGÂNICA

Ouro Preto, 2019

#### PRÁTICA 01

### ANÁLISE ORGÂNICA ELEMENTAR

#### (Combustão e Ensaio de Lassaigne)

*Objetivo*: Investigar a natureza orgânica de um composto orgânico através da caracterização dos principais elementos químicos.

*Materiais*: Tubos de ensaio, béquer, conexões de vidro, rolhas de cortiça, pinças, bico de gás, funil, papel de filtro, espátula metálica.

**Reagentes**: Sódio metálico, solução a 10% de hidróxido de bário, solução aquosa a 10% de ácido acético, solução a 10% de acetato de chumbo, soluções aquosa de ácido nítrico, nitrato de prata, ácido sulfúrico, solução de amoníaco, nitrito de sódio a 20%, compostos orgânicos diversos, sulfato ferroso e óxido de cobre.

Aspectos de segurança: o aluno deverá usar jaleco (próprio), sapato fechado e as mulheres deverão prender o cabelo. Durante essa aula prática o aluno deverá usar óculos de segurança a ser fornecido pelo técnico responsável pelo laboratório.

#### Aspectos teóricos:

Os elementos mais comumente encontrados nos compostos orgânicos são o carbono, o hidrogênio, o oxigênio, o nitrogênio, o enxofre e os halogênios. A evidência da natureza orgânica pode ser verificada através de um ensaio direto que constata a presença dos elementos C e H. Neste método, uma ponta de espátula da amostra (substância orgânica) é queimada na presença de óxido de cobre e o CO<sub>2</sub> liberado é borbulhado em uma solução aquosa de hidróxido de bário, o que leva a formação de um precipitado, confirmando a presença de C, enquanto que gotículas de água nas paredes do tubo confirmam a presença de H. A fim de verificar a presença de N, S e halogênios em compostos orgânicos, faz-se necessário convertê-los em substâncias inorgânicas ionizáveis, de modo que os ensaios iônicos de análise qualitativa inorgânica possam ser aplicados. O melhor procedimento para essa conversão consiste em fundir o composto orgânico com sódio metálico (ensaio de Lassaigne). Deste modo ocorre a formação de sais de sódio: 1 - Cianeto (se Nitrogênio estiver presente na amostra), que pode ser detectado através de reações que levem ao ferrocianeto férrico (azul da Prússia). É possível que não ocorra formação do azul da Prússia. Isso pode ser atribuído a pouca quantidade de sódio. 2 - Sulfeto (se Enxofre estiver presente na amostra), através de reações que levem ao sulfeto de chumbo; 3 - Haletos (se Halogênios estiverem presentes na amostra), através de reações que levem aos haletos de prata correspondentes.

#### Procedimentos:

# 1- Caracterização dos elementos químicos N, S e X (análise elementar pelo Ensaio de Lassaigne)

Coloque uma ponta de espátula da <u>amostra</u> em um tubo de ensaio contendo um pequeno pedaço de sódio metálico recém-cortado. Prenda-o com uma pinça e aqueça-o, cuidadosamente, no bico de gás (pode haver liberação de gases combustíveis, portanto, o aquecimento no início deve ser feito retirando o tubo periodicamente da chama). Continue

o aquecimento até que o conteúdo se torne vermelho (sinal de fusão e consequente decomposição da amostra). Adicione ao tubo ainda quente cerca de 10 mL de água destilada com cuidado, (coloque o tubo dentro de um béquer); pois o tubo pode se romper uma vez que o excesso de sódio reage energicamente com a água e as substâncias minerais se dissolvem. Filtre a solução. Numere 4 tubos de ensaio e coloque cerca de 1 mL (aproximadamente 1 cm de altura no tubo) da solução nos tubos de 1 a 3.

**Ensaio do Nitrogênio**: Pegue o tubo "1" e adicione uma ponta de espátula de sulfato ferroso. Aqueça até perceber fervura e, então, acidifique com algumas gotas de solução de ácido sulfúrico até notar a mudança de coloração para azul (cerca de três gotas).

**Ensaio do Enxofre**: Pegue o tubo "2" e acidifique a solução com três gotas de solução de ácido acético. Adicione algumas gotas de solução de acetato de chumbo até notar formação de precipitado preto (cerca de três gotas).

Ensaio do Halogênio: Pegue o tubo "3" e acidifique a solução com três gotas de solução de ácido nítrico. Adicione algumas gotas de solução de nitrato de prata até a formação de precipitado branco (AgCl), ou amarelo-pálido (AgBr), ou amarelo (AgI).

Caracterização do Halogênio: Se o teste for positivo para halogênio, decante a águamãe e trate o precipitado com solução diluída e aquosa de amoníaco. Se o precipitado for branco e rapidamente solúvel na solução de amoníaco, está confirmada a presença de cloro; se for amarelo-pálido e pouco solúvel, o bromo está presente; se for amarelo e insolúvel, está indicada a presença de iodo. Um teste para confirmação de iodo pode ser realizado acidificando 1-2 mL da solução de "fusão" com um ligeiro excesso de ácido acético glacial e adicionando 1 mL de tetracloreto de carbono. Adicione, gota a gota, solução de nitrito de sódio a 20%, com agitação constante. O aparecimento de cor púrpura ou violeta na camada orgânica indica a presença de iodo.

#### Reações Químicas:

$$C_x H_y \xrightarrow{CuO} CO_2 + H_2O \tag{1}$$

$$CO_{2(g)} + Ba(OH)_2 \longrightarrow BaCO_{3(s)} \downarrow + H_2O$$
 (2)

$$Amostra(C, H, N, S, O, X) \xrightarrow{1)Na_{(s)}, \Delta} \underbrace{NaCN + Na_2S + NaX + NaOH}_{Solução de "fusão"}$$
(3)

$$6NaCN + FeSO_4 \xrightarrow{\Delta} Na_4[Fe(CN)_6] + Na_2SO_4 \tag{4}$$

$$2FeSO_4 + H_2SO_4 + \frac{1}{2}O_2 \longrightarrow Fe_2(SO_4)_3 + H_2O$$
 (5)

$$3Na_4[Fe(CN)_6] + 2Fe_2(SO_4)_3 \longrightarrow \underbrace{Fe_4[Fe(CN)_6]_3}_{Azulda \text{ Prússia}} + 6Na_2SO_4 \tag{6}$$

$$Na_2S + (CH_3COO)_2Pb \longrightarrow PbS_{(s)} \downarrow +2CH_3COONa$$
 (7)

$$NaX + AgNO_3 \longrightarrow AgX_{(s)} \downarrow + NaNO_3$$
 (8)

#### Resultados

Anote o resultado de cada teste realizado na tabela 1, a seguir, usando um sinal positivo (+) ou um sinal negativo (-) para a presença ou não de cada elemento pesquisado, respectivamente.

**Tabela 1.** Resultados obtidos na identificação dos elementos constituintes de uma amostra (composto orgânico).

Elemento pesquisado		Resultado obtido
C		
Н		
0		
S		
Halogênios	Cl	
	Br	
	I	