

Mustansiriyah University
College Of Science
Department Of Chemistry



ORGANIC IDENTIFICATION LABORATORY



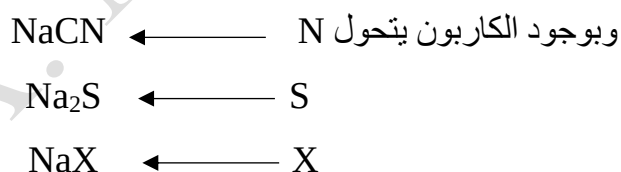
Asmaa A. Al-Mutash

5- Detection of elements (Lassaigne's Test)

All organic compounds contain C, in addition, they may include H, O, N, S, and X. No attempt is made to detect the presence of C, H, and O this presence is usually inferred from chemical reactions. The detection of N, S, and X is carried out by converting them into water-soluble ionic compounds. This has to be done very carefully because further analysis of the organic compound is largely based on the type of elements present in it.

ترتبط معظم هذه العناصر الداخلة في تركيب المركب العضوي باواصر تساهمية ولما كان الكشف عن هذه العناصر لا يتم الى في حالتها الايونية وجب علينا تكسير الاواصر التساهمية وتحويلها الى اواصر ايونية قبل الكشف عنها ويتم ذلك بصهرها مع فلزات قلوية مثل (فلز Na الذي يستعمل بشكل عام او فلز k يستعمل لبعض المركبات العضوية).

So, in this test, (N, S and X) are converted to water soluble sodium compounds (salts) with metallic sodium.



- هذه الكشفات حساسة جداً يجب استعمال ماء مقطر وزجاجيات مغسولة بالماء المقطر وتجفيفه.
- يتفاعل Na بشدة مع الماء لذلك يجب أخذ الحذر والانتباه وكذلك نراعي ان لا يلامس الجلد بصورة مباشرة .
- استعمال كميات قليلة من المادة العضوية التي تضاف الى Na يقلل المخاطر الى الحد الأدنى ويضمن تجزئة واسعة لجميع المادة المجهولة وتحديد جميع العناصر فيها على شكل املاح صوديوم .

طريقه العمل:-

- 1- ضع قطعة صغيرة من فلز Na في انبوبة اختبار بايركس (نظيفة و جافة) (جفف الصوديوم من paraffin oil) بوضعه بين ورقتي ترشيح والضغط عليها.
- 2- سخن قعر الانبوبة تسخيناً هيناً حتى يتحول Na (الى كرة فضية) ثم ابعد اللهب بسرعة (تثبت الانبوبة ب clamp).
- 3- نضيف المادة العضوية المراد تحليلها على Na المصهور (كمية قليلة اذا كانت مادة صلبة) و(2-3 drops if liquid), يجب ان تكون اضافة المادة مباشرة على Na وليس على جدار الانبوبة لان المادة العضوية قد لا تتفاعل بأكملها مع Na.
- 4- نسخن قعر الانبوبة لدرجة الاحمرار وتستمر لمدة 3 دقائق.
- 5- اترك الانبوبة لفترة من الزمن حتى تصل الى درجة حرارة الغرفة (ويمكن تبريدها في حمام مائي). لكن الافضل تركها تبرد بدرجة حرارة الغرفة .
- 6- اصف 5 drops من MeOH لتتخلص من الصوديوم الغير متفاعل (وذلك بتحويله الى Methoxide وإخماد فعاليته).

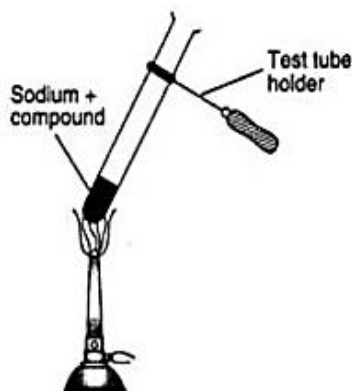


نضيف الميثانول ونقوم بتحريك المحلول بشكل جيد وبحذر (نضع بيكر تحت الانبوبة) اذا كان متكتل ونلاحظ خروج فقاعات غاز الهيدروجين نستمر بالتحريك الى ان ينتهي خروج الفقاعات (دلالة على عدم وجود Na غير متفاعل نضيف 4ml تقريباً من ماء مقطر ونغلي المحلول لعدة دقائق

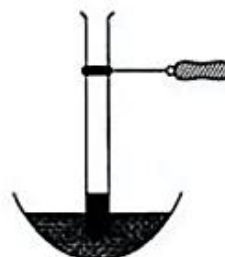
7- نرشح المحلول ونهمل الرسب (يسمى الراشح(sodium extract)) ونخفف الراشح بالماء ويجب ان يكون الراشح عديم اللون تماماً. اذا لم يكن المحلول عديم اللون يتم قصره بواسطة الفحم المنشط(charcoal) ثم نسخن للمرة الثانية ونرشح مرة اخرى.

* The filtrate should be water-clean and alkaline, if it is dark in color, it indicates complete fusion, and the process is repeated with a fresh ignition tube.

8- المحلول الناتج يسمى محلول الصهر او محلول قاعدي Alkaline solution وذلك لوجود NaOH في النواتج.



(1) Heat sodium and substance till all fumes cease to be evolved.



(2) Plunge ignition tube in 10–15 ml distilled water.

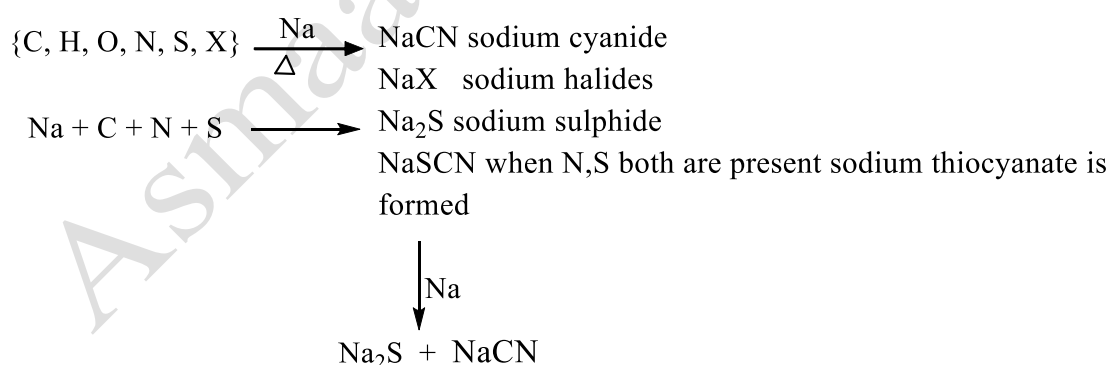


(3) Boil the contents for five minutes.



(4) Filter the extract while still hot.

ويمكن اجمال خطوات عملية الصهر بالمعادلات ادناه :-



1- Test for nitrogen.

Take about 2-3 ml of sodium extract (fusion solution) in a test tube and add (0.1 – 0.2) gm of powdered ferrous sulphate. This gives a dirty green ppt. of ferrous hydroxide. If no ppt is formed, add few drops of dilute NaOH solution to get the ppt. Now heat this mixture gently with shaking

to boiling and without cooling, add dilute H_2SO_4 to dissolve the ppt. and add some more to make the solution acidic (او مركز مباشرة)

- A Prussian blue color or ppt confirms the presence of nitrogen.

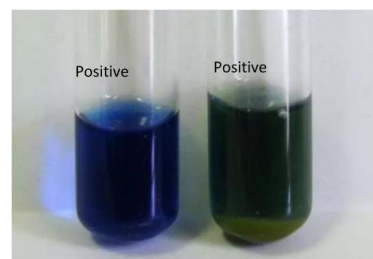
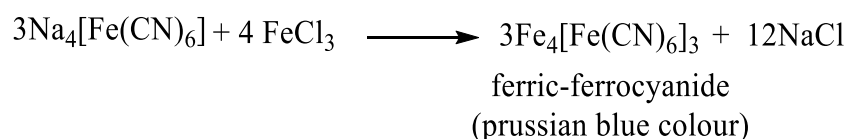
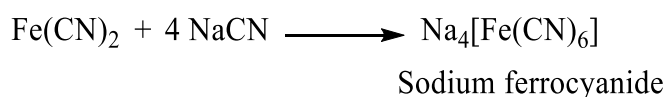
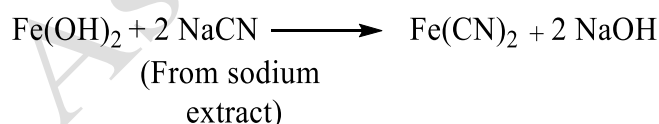
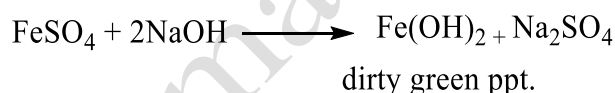
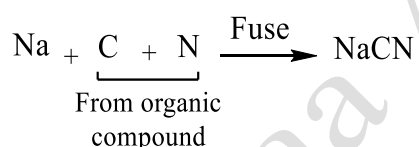
راسب ازرق محضر (كشف +ve)

ولون ازرق محضر (كشف +ve) ← يدل ان الكشف N ضعيف

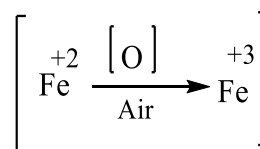
- If the color or ppt does not appear at once allow it to stand for 10 min. to obtain so.
- In absence of N → the solution will remain pale yellow due to the presence of (Fe) compound.
- Ferrous sulphate reacts with the alkali → produced by reaction Na with H_2O give



$\text{Fe}(\text{OH})_2$ ferrous hydroxide (dirty green ppt.).

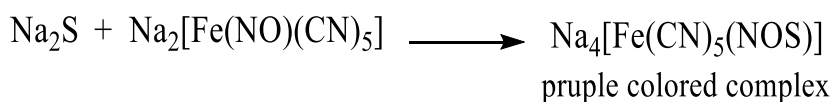


Prussian Blue PPT and Green PPT



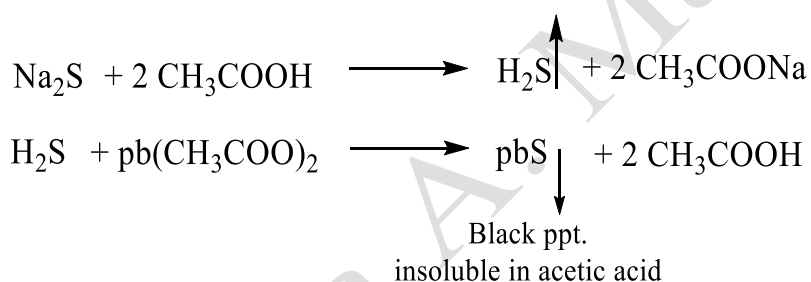
2- Test for Sulphur.

i- To about 1ml of sodium extract, add 1ml of 1% sodium nitroprusside. If a purple color is obtained, Sulphur is present. This color fades away slowly. (لون ازرق ارجواني , ارجواني , او احمر غامق)



ii- Acidify 1ml of Na extract with excess of acetic acid and then add a few drops of lead acetate (1 drop or 2). A black ppt indicates the presence of Sulphur (راسب اسود) lead sulphate.

iii-



Black ppt of Lead Sulphide

3- Test for halogen.

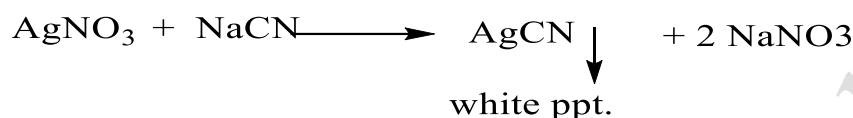
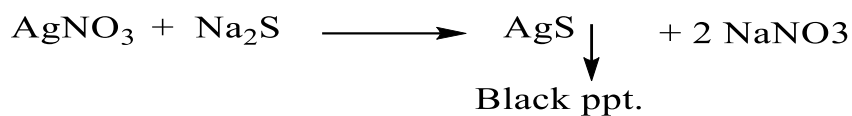
A- when nitrogen and S are absent: -

Acidity (2) ml of sodium extract with dilute HNO_3 acid and to it, adds 2-3 ml of AgNO_3 solution: -

- 1- White ppt soluble in NH_4OH indicates the presence of chlorine.
- 2- A pale-yellow ppt., sparing soluble or soluble excess of NH_4OH indicates the presence of Bromine.
- 3- A yellow ppt., insoluble in NH_4OH indicates the presence of iodine.

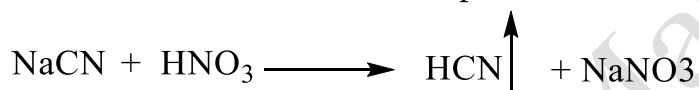
B- When nitrogen and / or Sulphur present.

عند الكشف عن الهالوجين يجب التخلص من N, S ان وجد وذلك بسبب تكوين black ppt عند اضافة نترات الفضة في حالة S وراسب ابيض في حالة النيتروجين .

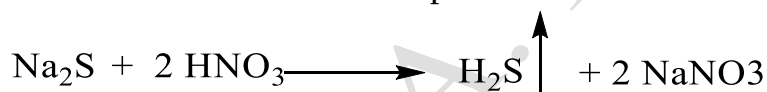


نأخذ كمية من محلول الصهر ويحمض بـ (dil.HNO₃) (في حالات يحتاج حامض مركز). ويسخن المحلول الى ان يتطاير نصفه للتخلص من N, S بشكل HCN و H₂S لانها تعيق التفاعل

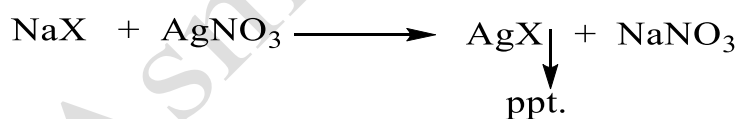
- Reacts with NaCN to decompose and eliminated it as HCN gas.



- Reacts with Na₂S to decompose and eliminated it as H₂S gas.



If NaCN is not decompose, it gives white ppt with Ag NO₃, even in absence of X hence it is confusing. After decomposing (NaCN, Na₂S) Ag NO₃ is added there by silver halides ppt.



White ppt of Silver Chloride



Pale yellow ppt of Silver Bromide



Yellow ppt of Silver Iodide

(Cl) white ppt

(Br) pale yellow

(I) deep yellow

C-Test for bromine and Iodine in the presence of Chlorine.

Acidify 1-2 ml of Na extract with dil. HNO_3 and add 1 ml of CHCl_3 and excess of chlorine water and shake well if the chloroform layer become yellow or brown, Bromine is present.

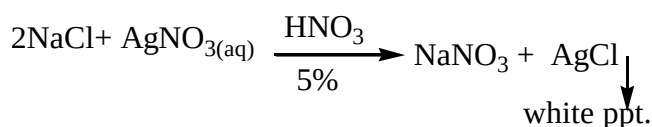
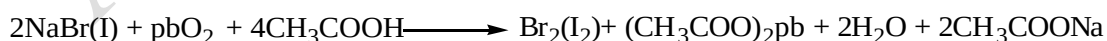
If the layer turns violet, Iodine is present.

This test based on the principle that chlorine liberates bromine and iodine from NaBr and NaI . Free Bromine and Iodine are soluble in CHCl_3 , therefore CHCl_3 layer become yellow if bromine is present and it become violet if there is iodine.



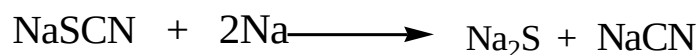
D-Test for Chlorine in the present Bromine and Iodine

Acidify 1-2 ml of Na extract with glacial. acetic acid and add excess PbO_2 then heat the solution until boiling to liberate bromine and iodine. Dilute with distilled water and filtration occurs to remove the excess of PbO_2 . Test the filtration by add AgNO_3 and HNO_3 to make sure from presence of chlorine.

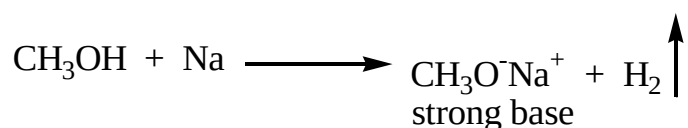


AgCl ppt.

س/ ما سبب استخدام زيادة من فلز الصوديوم عند الصهر؟
بسبب احتمال وجود الكبريت والنايتروجين معاً فإن وجود الصوديوم بكمية أقل يؤدي الى تكوين ثايوسيانات الصوديوم وزيادة الصوديوم تؤدي الى تكوين سيانيد الصوديوم وكبريتيد الصوديوم.



س/ ما سبب إضافة الكحول الميثيلي بعد صهر الصوديوم مع المادة؟
يضاف الكحول الميثيلي بعد التبريد للتخلص من كمية الصوديوم الزائدة غير المتفاعلة حيث يتكون ميثوكسيد الصوديوم مع تحرر غاز الهيدروجين .



عند تفاعل الكحول يؤدي الى تفاعل شديد بعد اضافة الماء فيجب ان يضاف الكحول بعد تبريد انبوبة الاختبار لأن اضافة الكحول والانبوبة ساخنة يحدث غليان شديد للكحول ولا يمكن التمييز بين الغليان الناتج عن الكحول وبين الازيز والفوران الناتج عن تفاعل الكحول مع الصوديوم (الذي يحرر غاز الهيدروجين).

س/ ما سبب إضافة اوكسيد الرصاص عند الكشف عن الكلور؟

يعتبر عامل مؤكسد ويعمل على أكسده ايونات (I^- , Br^-)

