

### **Saggio al tubicino – Parte terza**

Il saggio al tubicino permette di esaminare il comportamento delle sostanze al riscaldamento consentendo di ricavare in molti casi informazioni sulla presenza o meno di determinati elementi. La sostanza viene riscaldata in un tubicino da saggio (da cui il nome) da sola o in presenza di altre sostanze.

I fenomeni che possono essere osservati sono di seguito riportati.

#### *II. Saggio con acido solforico concentrato*

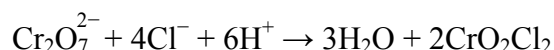
Il saggio con acido solforico concentrato riesce assai utile per il riconoscimento di vari anioni. Infatti, in opportune condizioni:

a) molti nitrati sviluppano ipoazotide ( $\text{NO}_2$ ), gas di colore bruno-rossastro e di odore caratteristico;

b) alcuni bromuri svolgono bromo molecolare (vapori di colore bruno-rossastro simile a quello dell'ipoazotide, aventi odore assai sgradevole; è possibile distinguerli dall'ipoazotide accostando alla bocca del tubicino un dischetto di carta da filtro imbevuto di soluzione di fluoresceina, che per azione del bromo sviluppa una colorazione rosa);

c) gli ioduri svolgono iodio molecolare (vapori violetti caratteristici);

d) i cloruri e i cromati, ove presenti simultaneamente, danno luogo alla formazione di cloruro di cromile,  $\text{CrO}_2\text{Cl}_2$ , liquido di colore bruno-rossastro che sviluppa abbondanti vapori dello stesso colore:



#### *III. Saggio con acidi solforico e nitrico concentrati*

L'ossidazione dei bromuri a bromo molecolare ha luogo assai più facilmente se nel tubicino viene introdotta, in aggiunta all'acido solforico, anche una goccia di acido nitrico concentrato. Si tenga presente che in questo caso si svilupperà comunque ipoazotide; la presenza del bromo nei vapori dovrà essere confermata mediante il saggio con fluoresceina.

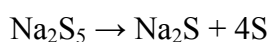
Dal momento che anche i vapori di iodio colorano in rosso la fluoresceina, è chiaro che questo saggio non potrà essere utilizzato per ricercare i bromuri in presenza di ioduri.

#### *IV. Saggio con tiosolfato sodico*

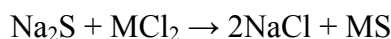
Il tiosolfato sodico,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , riscaldato in tubicino fonde nella sua acqua di cristallizzazione; successivamente, persa l'acqua di cristallizzazione, si decompone in solfato e pentasolfuro:



Per ulteriore riscaldamento il pentasolfuro sodico si decompone a sua volta in solfuro e zolfo elementare:



Il solfuro sodico  $\text{Na}_2\text{S}$  così formatosi reagisce con i sali e con gli ossidi di molti elementi, dando i rispettivi solfuri, spesso sublimali e colorati in maniera caratteristica:



Le indicazioni analitiche ottenibili sono le seguenti:

- a) sublimato intensamente colorato in giallo: indica la presenza di arsenico ( $\text{As}_2\text{S}_3$  e  $\text{As}_2\text{S}_5$ );
- b) sublimato di colore arancione scuro: indica la presenza di antimonio ( $\text{Sb}_2\text{S}_3$ );
- c) sublimato nero nettamente separato dalla massa fusa: indica la presenza di mercurio ( $\text{HgS}$ ).

Altri metalli pesanti, i cui solfuri sono neri ma non volatili (es., piombo, argento, rame), colorano la massa fusa nel fondo del tubicino, senza però dare alcun sublimato.

Si faccia molta attenzione a non confondere con un sublimato di solfuri la massa di colore giallo-arancio (polisolfuro sodico) che sempre rimane sul fondo del tubicino, o, l'anello giallo pallido di zolfo sublimato che spesso si forma appena più in alto. E' consigliabile eseguire sempre una prova in bianco.

#### *Precauzioni e operazioni preliminari*

Indossare i guanti e gli occhiali di sicurezza. Effettuare i saggi sotto cappa aspirante.

#### *Saggio con acido solforico concentrato*

Introdurre una piccola quantità della sostanza in esame nel fondo di un tubicino pulito e ben asciutto, evitando che qualche particella resti aderente alle pareti. Far cadere all'interno del tubicino 1 goccia di acido solforico concentrato.

Riscaldare il tubicino gradualmente tenendolo, mediante l'uso delle pinze di legno, obliquamente sulla fiamma del becco Bunsen.

Fare attenzione a scaldare soltanto il fondo del tubicino, in modo da poter apprezzare l'eventuale sviluppo di vapori.

Eseguire i saggi relativi a:  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{KBr}$ ,  $\text{KI}$ ,  $\text{KCl}/(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

#### *Saggio con acido solforico e nitrico concentrato*

Eseguire il saggio in modo analogo a quanto descritto per l'acido solforico avendo cura di aggiungere oltre all'acido solforico 1 goccia di acido nitrico concentrato.

Eseguire i saggi relativi a:  $\text{KBr}$ ,  $\text{KI}$ .

#### *Saggio con tiosolfato sodico*

Mescolare con cura all'interno di un tubicino una piccola quantità della sostanza in esame ed alcuni cristalli di tiosolfato sodico.

Portare al calor rosso il fondo del tubicino e tenerlo sulla fiamma per circa 1 minuto.

Dopo raffreddamento esaminare il colore del sublimato eventualmente formatosi nella parte superiore del tubicino.

Eseguire i saggi relativi a:  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (bianco),  $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ ,  $\text{HgCl}_2$ ,  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .