

Saggio al tubicino – Parte prima

Premessa

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.

I. Esame del comportamento della sostanza al calor rosso

1. Cambiamento reversibile del colore

Il cambiamento reversibile del colore al variare della temperatura (*termocromismo*) è una proprietà tipica, ma non esclusiva, di numerosi ossidi che, ad alta temperatura, hanno un colore nettamente diverso da quello a temperatura ambiente.

Il cambiamento del colore può essere dovuto sia a transizioni ordine-disordine (ossia al passaggio da una fase solida a struttura ordinata ad un'altra fase solida a struttura parzialmente disordinata), sia a cambiamenti della geometria di coordinazione del metallo (anche questi di solito associati a cambiamento di fase). La presenza di impurezze può influire sensibilmente sulle variazioni di colore.

Ossido	Colore temperatura ambiente	Colore alta temperatura
Zinco ossido, ZnO	Bianco	Giallo intenso
Piombo ossido, PbO	Giallo	Rosso cupo (fusione)
Ferro (II) ossido, Fe ₂ O ₃	Rosso scuro	Nero
Cromo (III) ossido, Cr ₂ O ₃	Verde bottiglia	Grigio
Mercurio (II) ossido, HgO	Rosso aranciato	Nero (decomposizione)

2. Fusione

La fusione del campione in esame durante il saggio al tubicino è di per sé poco diagnostica, in quanto sono numerose le sostanze che fondono prima ancora di raggiungere il calor rosso.

3. Formazione di sublimati

Alcune sostanze, portate al calor rosso, vaporizzano indecomposte, con o senza fusione. I vapori che si formano condensano in cristalli minuti sulle pareti fredde del tubicino, dando luogo a sublimati spesso caratteristici.

Gli alogenuri di ammonio (ammonio cloruro, NH₄Cl; ammonio bromuro, NH₄Br; ammonio ioduro, NH₄I) danno luogo senza fondere a sublimati bianchi solubili in acqua fredda.

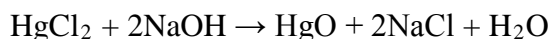
Il mercurio (I) cloruro o calomelano, Hg_2Cl_2 , sublima senza fondere; il sublimato è di colore bianco tendente al grigio. Il colore diventa, però, nero per aggiunta di ammonio idrossido soluzione acquosa 2N, NH_4OH , in quanto il mercurio (I) cloruro, Hg_2Cl_2 , disproporziona a cloruro amidomercurico, HgNH_2Cl , e mercurio metallico, Hg , (finemente suddiviso e quindi di colore nero):



Anche il trattamento con soluzioni di idrossidi alcalini (es., sodio idrossido soluzione acquosa 2N, NaOH) dà luogo ad un'analogia reazione, con comparsa della stessa colorazione nera:



Il mercurio (II) cloruro, HgCl_2 , fonde sviluppando abbondanti vapori, che condensano in un sublimato bianco. Questo non dà alcuna reazione con ammonio idrossido soluzione acquosa 2N, NH_4OH , ma si colora in giallo intenso con soluzioni di idrossidi alcalini diluiti (es., sodio idrossido soluzione acquosa 2N, NaOH) poiché ha luogo la reazione:



che porta alla formazione di ossido di mercurio di colore giallo.

Il mercurio (II) ioduro, HgI_2 , è a temperatura ambiente una polvere rossa. Riscaldato in tubicino dà luogo ad un sublimato giallo, che a freddo diventa rapidamente rosso quando viene sfregato con una bacchettina di vetro. Il cambiamento di colore del sublimato, utile per l'identificazione, è dovuto ad una trasformazione di fase (la modificazione cristallina gialla, meno stabile a bassa temperatura, si trasforma in quella rossa più stabile), trasformazione che viene innescata dallo sfregamento o dal contatto con un germe della modificazione più stabile.

Precauzioni e operazioni preliminari

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

Saggio al tubicino

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.

Portare gradualmente al calor rosso il fondo del tubicino, 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 che i vapori eventualmente sviluppati possano condensare sulle pareti fredde. Durante il riscaldamento del tubicino rivolgere l'estremità superiore dello stesso in direzione opposta all'operatore. Alla fine del saggio, attendere il raffreddamento del tubicino e gettarlo via senza lavarlo nel contenitore dei vetri.

Elenco sostanze da preparare: NH_4OH soluzione acquosa 2N, NaOH soluzione acquosa 2N, ZnO x7, PbO x7, Fe_2O_3 x7, Cr_2O_3 x7, HgO x7, NH_4Cl x7, Hg_2Cl_2 x7, HgCl_2 x7, HgI_2 x7.

Elenco attrezzature e materiale laboratorio da mettere a disposizione: lampada Bunsen, tubicini da saggio x7.