

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.

I. Esame del comportamento della sostanza al calor rosso

II. Saggio con acido solforico concentrato

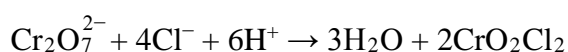
Il saggio con acido solforico concentrato, H₂SO₄ 98%, riesce assai utile per il riconoscimento di vari anioni. Infatti, in opportune condizioni:

a) molti nitrati sviluppano ipoazotide, NO₂, gas di colore bruno-rossastro e di odore caratteristico (es., sodio nitrato, NaNO₃; piombo nitrato, Pb(NO₃)₂);

b) alcuni bromuri svolgono bromo molecolare, Br₂ (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 alcolica satura di fluoresceina, che per azione del bromo decolora la fluoresceina) (es., potassio bromuro, KBr);

c) gli ioduri svolgono iodio molecolare, I₂ (vapori violetti caratteristici) (es., potassio ioduro, KI);

d) i cloruri e i bicromati, ove presenti simultaneamente, danno luogo alla formazione di cloruro di cromile, CrO₂Cl₂, liquido di colore bruno-rossastro che sviluppa abbondanti vapori dello stesso colore (es., potassio cloruro/ammonio bicromato, KCl/(NH₄)₂Cr₂O₇):



III. Saggio con acidi solforico e nitrico concentrati

L'ossidazione dei bromuri a bromo molecolare, Br₂, ha luogo assai più facilmente se nel tubicino viene introdotta, in aggiunta all'acido solforico concentrato, H₂SO₄ 98%, anche una goccia di acido nitrico soluzione acquosa concentrata, HNO₃ 70% (es., potassio bromuro, KBr). Si tenga presente che in questo caso si svilupperà comunque ipoazotide; la presenza del bromo molecolare, Br₂, nei vapori dovrà essere confermata mediante il saggio con fluoresceina.

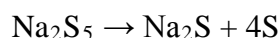
Dal momento che anche i vapori di iodio molecolare, I₂, colorano in rosso la fluoresceina (es., potassio ioduro, KI), è chiaro che questo saggio non potrà essere utilizzato per ricercare i bromuri in presenza di ioduri.

IV. Saggio con tiosolfato sodico

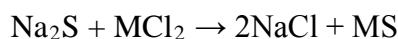
Il tiosolfato sodico pentaidrato, Na₂S₂O₃·5H₂O, riscaldato in tubicino fonde nella sua acqua di cristallizzazione; successivamente, persa l'acqua di cristallizzazione, si decompone in sodio solfato, Na₂SO₄, e sodio pentasolfuro, Na₂S₅:



Per ulteriore riscaldamento il sodio pentasolfuro, Na_2S_5 , si decompone a sua volta in sodio solfuro, Na_2S , e zolfo elementare, S :



Il solfuro sodico, Na_2S , così formatosi reagisce con i sali e con gli ossidi di molti elementi, dando i rispettivi solfuri, spesso sublimabili e colorati in maniera caratteristica:



Le indicazioni analitiche ottenibili sono le seguenti:

a) sublimato intensamente colorato in giallo (es., arsenico ossido (III), As_2O_3): indica la presenza di arsenico (arsenico (III) solfuro, As_2S_3 e arsenico (V) solfuro, As_2S_5);

b) sublimato di colore arancione scuro (es., potassio antimoniato, $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$): indica la presenza di antimonio (antimonio (III) solfuro, Sb_2S_3);

c) sublimato nero nettamente separato dalla massa fusa (es., mercurio (II) cloruro, HgCl_2): indica la presenza di mercurio (mercurio (II) solfuro, HgS).

Altri metalli pesanti, i cui solfuri sono neri ma non volatili (es., piombo (II) nitrato, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$; rame (II) solfato pentaidrato, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), 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, che consiste nel riscaldare il solo tiosolfato sodico pentaidrato, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, nel tubicino ed osservarne il comportamento.

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, H_2SO_4 98%.

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. 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.

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 soluzione acquosa concentrata, HNO_3 70%.

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 pentaidrato, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

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. 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 utilizzare: HNO_3 soluzione acquosa 70%, H_2SO_4 98%, NaNO_3 x7, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ x7, KBr x7, KI x7, KCl x7, $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ x7, fluoresceina soluzione alcolica satura, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ x7, $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ x7, HgCl_2 x7, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ x7.

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