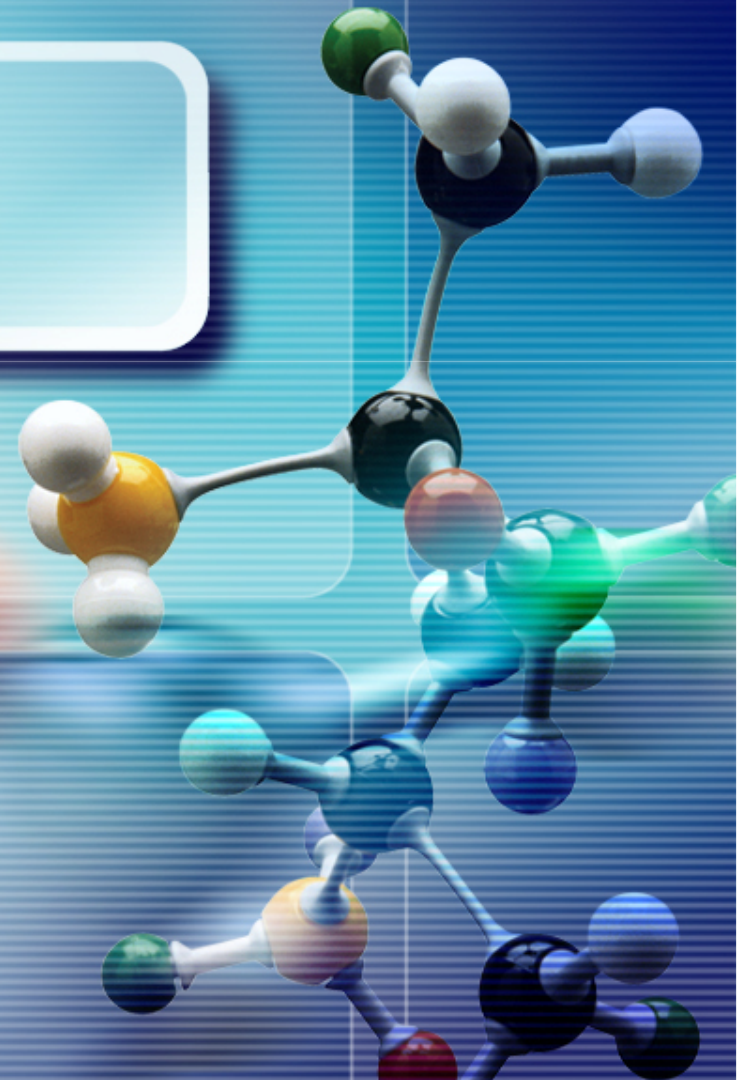




Sintesi di due pigmenti inorganici



Contenuti



- ◆ 1. Introduzione
- ◆ 2. Materiali
- ◆ 3. Condizioni operative



Introduzione



Pigmenti, definizione: Sostanza colorata insolubile di origine naturale e artificiale usata per fabbricare vernici (HOEPLI).

Ciò che distingue un pigmento da un colorante è l'incapacità dei pigmenti di sciogliersi sia nei comuni solventi (come l'acqua) sia nella superficie da colorare, per cui nel caso dei pigmenti si parla di dispersione.

La classificazione dei pigmenti si basa sulla loro natura ed origine, per cui i pigmenti possono essere suddivisi principalmente in:

- ✓ inorganici e organici;
- ✓ naturali e sintetici.

Le caratteristiche principali di un pigmento sono:

- ✓ insolubilità nel solvente o nel veicolo in cui è disperso;
- ✓ stabilità fisica (ad esempio resistenza alla luce o al calore);
- ✓ inerzia chimica nei confronti delle sostanze con cui sono mescolati (ad esempio leganti, additivi o altri pigmenti).



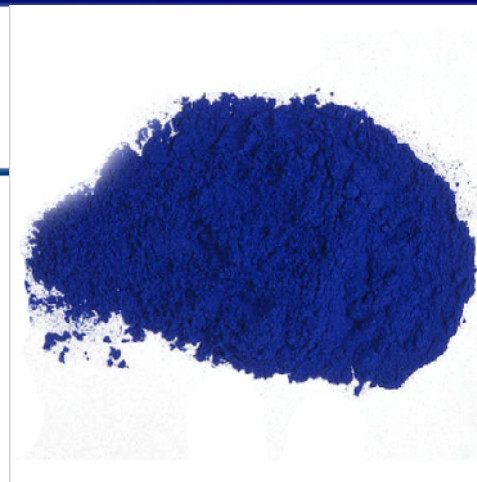
Verde di Malachite



Chimicamente è un carbonato basico di rame, ovvero un carbonato diidrossido di rame(II) o carbonato di rame(II) – idrossido di rame (II) (1/1). E' noto anche col nome di verde di montagna o verde ungherese. E' di colore verde bottiglia chiaro. E' di origine naturale e artificiale. Resistente e stabile alle normali condizioni ambientali, ma sensibile ad acidi, basi e calore. Usato in tutte le tecniche, ma con migliori risultati nelle tempere piuttosto che negli oli. Ottimo potere coprente. Chimicamente molto simile all'azzurrite. E' forse il pigmento verde più antico conosciuto. E' presente nei dipinti delle tombe egiziane a partire dalla quarta dinastia.



Blu di Prussia



Il **blu di Prussia** (noto anche come **Blu di Berlino**) è un pigmento blu scuro usato in molte vernici. Venne scoperto (*casualmente*) nel 1704 da Diesbach e Dippel (Berlino).

Ha diversi nomi chimici, tra cui: ferrocianuro ferrico, ferricianuro ferroso, esacianoferrato(II) di ferro(III), esacianoferrato(III) di ferro(II), e esacianoferrato ferrico. Il blu di Prussia è un colore intenso e tende verso il nero o il viola scuro quando viene mischiato con altri colori ad olio.

Il blu di Prussia è stato descritto con 2 forme:

- ✓ solubile, $\text{KFe}(\text{III})[\text{Fe}(\text{II})(\text{CN})_6]$
- ✓ insolubile, $\text{Fe}(\text{III})_4[\text{Fe}(\text{II})(\text{CN})_6]_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$



Sicurezza



E' molto importante, per lavorare in sicurezza in laboratorio, usare il buon senso e rispettare alcune norme generali:

- ✓ **Non lavorare in fretta usando scorciatoie sperimentali;**
- ✓ **Si devono indossare occhiali di sicurezza e camice per tutto il tempo;**
- ✓ **Si deve informare il personale scientifico o tecnico di qualunque incendio o incidente, anche se giudicati lievi;**
- ✓ **Mangiare, bere e fumare è strettamente proibito;**
- ✓ **Non si devono fare esperimenti non autorizzati;**
- ✓ **Lavarsi sempre le mani prima di uscire dal laboratorio,**
- ✓ **Rimettere I tappi su ogni contenitore dopo l'uso;**
- ✓ **Non scaldare assolutamente un sistema chiuso.**



Materiale occorrente

- ✓ **2 becher da 50 mL**
- ✓ **1 becher da 250 mL**
- ✓ **1 becher da 100 mL**
- ✓ **2 ancorette magnetiche**
- ✓ **2 spatole (meglio se di plastica)**
- ✓ **2 bacchette di vetro**
- ✓ **1 imbuto Buckner e occorrente per filtrare sotto vuoto (in assenza dell'occorrente per filtrare sotto vuoto si puo' filtrare su imbuto a gambo lungo con setto di carta da filtro)**
- ✓ **1 cilindro graduato da 100 mL**
- ✓ **1 cilindro graduato da 10 mL**
- ✓ **1 agitatore magnetico con piastra riscaldante**
- ✓ **1 termometro**
- ✓ **2 vetrini da pesata**



Reattivi

- ✓ **$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$** (209198 Sigma Aldrich). Nocivo se ingerito, provoca irritazione oculare, tossico per gli organismi acquatici. Può essere pericoloso per l'ambiente! IN CASO DI CONTATTO CON GLI OCCHI sciacquare abbondantemente!
- ✓ **Na_2CO_3 (o NaHCO_3)** (222321 Sigma Aldrich). Provoca irritazione oculare, IN CASO DI CONTATTO CON GLI OCCHI sciacquare abbondantemente!
- ✓ **$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$** (236489 Sigma Aldrich). Corrosivo. Nocivo se ingerito, provoca irritazione oculare. IN CASO DI CONTATTO CON GLI OCCHI sciacquare abbondantemente!
- ✓ **$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$** (P9387 Sigma Aldrich). Nocivo se ingerito, provoca irritazione oculare. IN CASO DI CONTATTO CON GLI OCCHI sciacquare abbondantemente! ATTENZIONE: non trattare mai con acidi forti concentrati. Può liberare cianuro in forma di cianuro di idrogeno, estremamente tossico!
- ✓ **Acqua distillata**



Sintesi del Verde Malachite



$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (solido azzurro)

MM = 249,68

g pesati = 5,0 g

moli = $g / \text{MM} = 0,020 \text{ mol}$

Na_2CO_3 (solido bianco)

MM = 105,99

g pesati = 2,3 g

moli = 0,021 mol

$\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$ (solido verde)

MM = 221,12

g ottenibili ~ 2,2 g

0,010 mol

✓ Reazione alternativa:



Sintesi del Verde Malachite



Pesare 5,0 g di $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ e trasferirli nel becher da 250 mL. Aggiungere 50 mL di acqua distillata e un'ancoretta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico e agitare fino a completa dissoluzione (eventualmente scaldare leggermente)

Pesare 2,3 g di Na_2CO_3 e trasferirli in un becher da 100 mL. Aggiungere 50 mL di acqua distillata e un'ancoretta magnetica. Agitare fino a completa dissoluzione.

Dopo la dissoluzione dei due sali, mantenere in agitazione la soluzione azzurra contenente il rame e aggiungervi in modo lento e graduale circa metà della soluzione di Na_2CO_3 . si osserva l'immediata formazione di un precipitato azzurro chiaro e lo sviluppo di CO_2 .

Lasciare agitare circa 5 minuti e versare lentamente il resto della soluzione di Na_2CO_3 .

Terminata l'aggiunta accendere il termostato dell'agitatore magnetico e scaldare a bagno maria prima a 50 °C (10 minuti) e poi ad un massimo di 70 °C (30 minuti). Spegnerne il riscaldamento e lasciare in agitazione 10 minuti.



Sintesi del Verde Malachite



Togliere il becher dalla piastra riscaldante e lasciar decantare la soluzione.

Preparare l'apparecchiatura necessaria per la filtrazione sotto vuoto. Attenzione: il precipitato potrebbe compattarsi sulla superficie del filtro. Cercare di far scendere molto lentamente la soluzione lungo la bacchetta di vetro in modo che la parte solida che scende si accumuli al centro del filtro.

Quando tutta la fase liquida è raccolta nella beuta sottostante, chiudere il rubinetto del vuoto.

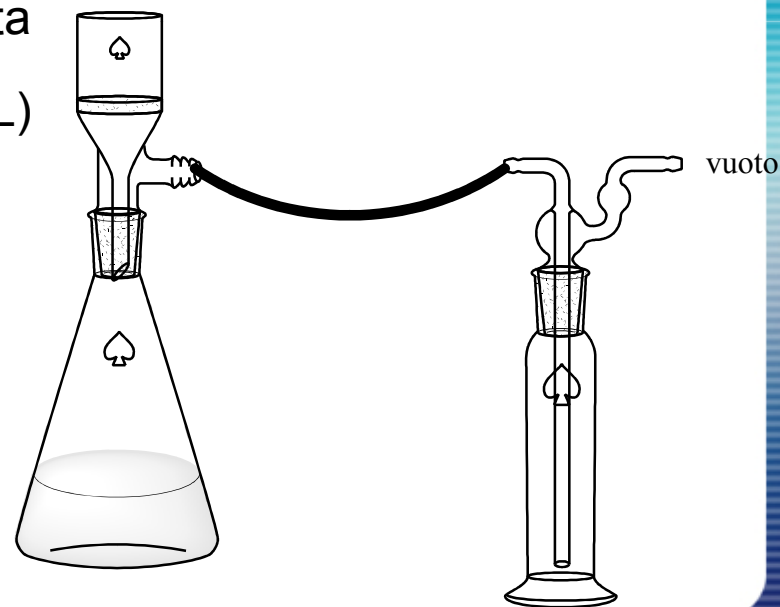
Lavare con pochi mL di acqua distillata (3 x 5 mL)

Rimettere sotto vuoto e lasciare essiccare per alcuni minuti.

Travasare il precipitato sul vetrino da pesata e mettere in stufa ad 80 °C fino a che il solido non è ben asciutto.

Pesare e calcolare la resa.

N.B. la filtrazione può essere fatta anche per via gravimetrica su imbuto e carta da filtro!



Sintesi del Blu di Prussia



$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (solido giallo sporco)

MM = 270.30

g pesati = 2,6 g

moli = g/ MM = 0,010 mol

$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (solido giallino)

MM = 422.39

g pesati = 1,0 g

moli = 0,0024 mol

$\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ (solido blu)

MM = 859.23

g ottenibili ~ 0,67 g

0,0008 mol

Attenzione: il pigmento macchia molto intensamente. Fare molta attenzione durante le operazioni a non farlo fuoriuscire dai contenitori.



Sintesi del Blu di Prussia

Pesare 2,6 g di $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ e trasferirli nel becher da 50 mL. Aggiungere 10 mL di acqua distillata e un'ancoretta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico e agitare fino a completa dissoluzione.

Pesare 1,0 g di $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ e trasferirli in un becher da 50 mL. Aggiungere 10 mL di acqua distillata e un'ancoretta magnetica. Agitare fino a completa dissoluzione.

Dopo la dissoluzione dei due sali, togliere le ancorette magnetiche dalle soluzioni. Versare tutta la seconda soluzione nella prima. Si osserva l'immediata precipitazione di un precipitato blu scuro intenso. Agitare bene con una bacchetta di vetro per qualche minuto.

Preparare l'apparecchiatura necessaria per la filtrazione sotto vuoto. Cercare di far scendere molto lentamente la soluzione lungo la bacchetta di vetro in modo che la parte solida che scende si accumuli al centro del filtro. Raccogliere il precipitato rimasto nel filtro con pochissima acqua (5 mL) e traferire sul filtro. Lavare con pochi mL di acqua distillata (3 x 2 mL)

Rimettere sotto vuoto e lasciare essiccare per alcuni minuti.

Travasare il precipitato sul vetrino da pesata e mettere in stufa ad $80\text{ }^\circ\text{C}$ fino a che il solido non è ben asciutto. Pesare e calcolare la resa.



**Grazie e
buon lavoro!**

