

# Sintesi del Bianco San Giovanni ( $\text{CaCO}_3$ )

(metodo 1)

## Materiale occorrente:

- 2 becher (250 mL)
- agitatore magnetico **con piastra riscaldante**
- 2 ancorette magnetiche
- spatola e bacchetta di vetro
- 2 navicelle da pesata
- cilindro graduato da 100 mL
- imbuto di Buckner con filtro medio lento (7-9  $\mu\text{m}$ )
- termometro
- beuta codata con anello di gomma e tubo di collegamento
- $\text{CaCl}_2$  cloruro di calcio
- $\text{Na}_2\text{CO}_3$  carbonato di sodio

## Procedura da seguire:

1. Pesare in una navicella da pesata **5,3 g** di  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  e trasferire il sale in un becher da 250 mL. Aggiungere circa 100 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata e un'ancoretta magnetica e porre ad agitare sull'agitatore magnetico fino a completa dissoluzione del sale.
2. Pesare in una navicella da pesata **5,6 g** di  $\text{CaCl}_2$  e trasferire il sale in un becher da 250 mL. Aggiungere circa 100 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata e un'ancoretta magnetica e porre ad agitare sull'agitatore magnetico fino a completa dissoluzione del sale.
3. Dopo la dissoluzione dei due sali versare la prima soluzione nella seconda, mantenuta in agitazione, e osservare la formazione del precipitato.
4. Scaldare a 70-80°C la soluzione su piastra riscaldante per 10 minuti mantenendola in agitazione.
5. Spegnerne l'agitazione e lasciare decantare la soluzione. Versare in un altro contenitore la maggior parte del liquido surnatante facendo attenzione a non perdere il precipitato.
6. Filtrare la restante soluzione su Buckner utilizzando un filtro medio lento (7-9  $\mu\text{m}$ ) da **CHIEDERE AL TUTOR**.
7. Al termine della filtrazione, mettere la parte superiore dell'imbuto nel punto di raccolta e lasciarlo fino a che il solido non sia ben asciutto.

# Sintesi del Bianco San Giovanni ( $\text{CaCO}_3$ )

(metodo 2)

## Materiale occorrente:

- 2 agitatori magnetici
- 2 ancorette magnetiche
- Spatola e bacchetta di vetro
- 2 navicelle da pesata
- Cilindro graduato da 100 mL
- Becher da 600 mL
- Provettone da 100 mL con rubinetto e cono smerigliato
- Pallone da 500 mL con tre colli smerigliati
- Tubo gorgogliatore con cono smerigliato
- Imbuto sgocciolatore con tappo
- 2 Raccordi (  $90^\circ$  e  $180^\circ$  ) con coni smerigliati
- Beuta piccola con cono smerigliato
- Tappo smerigliato
- Cono smerigliato con rubinetto
- 2 tubi di gomma
- Controllore di flusso
- 3 sostegni con pinze e con morsetti
- Imbuto medio di plastica
- Imbuto di Buckner con filtro medio lento ( $7-9 \mu\text{m}$ )
- Beuta codata con anello di gomma e tubo di collegamento
- Grasso al Silicone e elastici
- **Ca** calcio
- **$\text{Na}_2\text{CO}_3$**  carbonato di sodio
- **HCl 6M** acido cloridrico

## Procedura da seguire:

### Assemblaggio dell'apparecchiatura

- ✓ Fissare il provettone al sostegno utilizzando la pinza e il morsetto
- ✓ Pesare in una navicella circa **8,5 grammi** di  $\text{Na}_2\text{CO}_3$
- ✓ Porre il carbonato di sodio all'interno del provettone (usare l'imbuto) e aggiungere anche 10 mL di acqua deionizzata e un'ancoretta magnetica
- Sistemare l'imbuto sgocciolatore sul cono del provettone
- Misurare con un cilindro graduato circa **30 mL** di HCl 6M e versarlo nell'imbuto sgocciolatore (**attenzione**: il rubinetto 1 deve essere chiuso). Chiudere con un tappo l'apertura superiore.
- Sistemare sul portagomma del provettone un estremo del tubo di gomma.
- Fissare l'altro estremo del tubo di gomma sul portagomma del tubo gorgogliatore.
- ✓ Fissare il pallone a tre colli al sostegno utilizzando la pinza e il morsetto in modo che il fondo appoggi sulla base dell'agitatore magnetico
- ✓ Inserire in un cono il tubo gorgogliatore
- ✓ Inserire in un cono un rubinetto con portagomma
- ✓ Prelevare 400 mL di acqua deionizzata e versarla nel pallone. Aggiungere anche una ancoretta magnetica
- ✓ Inserire in un cono un raccordo smerigliato a  $90^\circ$  gradi
- ✓ Fissare il controllore di flusso al sostegno con pinza e morsetto
- ✓ Collegare con un tubo di gomma il controllore di flusso con il portagomma del rubinetto posto sul pallone
- ✓ Pesare **1,4 grammi** di Calcio granulare
- ✓ Inserire il Ca nella beuta con cono smerigliato e collegarla al pallone attraverso il raccordo smerigliato a  $90^\circ$  gradi.

### AVVERTENZE:

- **Tutti i raccordi smerigliati vanno ingrassati con un leggero strato di grasso al silicone prima di essere collegati**
- **Tutti i raccordi vanno tenuti stretti con elastici**

### Reazione del Ca con $\text{H}_2\text{O}$

**Tenere chiusi i rubinetti 1 e 2. Aprire il rubinetto 3 e accendere l'agitatore magnetico sotto il pallone.**

Con un leggero movimento rotatorio del raccordo smerigliato fare cadere nel pallone parte dei granuli di Calcio. Si verifica una reazione esotermica con rapido sviluppo di Idrogeno che fuoriesce dal controllore di flusso. Occorre mantenere la reazione sotto controllo aggiungendo ogni volta piccole aliquote di granuli di calcio. Nella reazione si forma anche  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  che, essendo poco solubile, precipita rendendo la soluzione torbida e lattescente. Terminata l'aggiunta del Calcio, lasciare la soluzione in agitazione per almeno 10 minuti. E' possibile che restino nella soluzione alcuni granuli scuri di Ca non reagito. Togliere il raccordo smerigliato e chiudere il cono del pallone con un tappo smerigliato e fissarlo con elastici. Mantenere in agitazione.



### **Produzione di $\text{CO}_2$ e formazione del $\text{CaCO}_3$**

**Aprire il rubinetto 2 e accendere l'agitatore magnetico sotto il provettone.**

Aprire con molta cautela il rubinetto 1 dell'imbuto sgocciolatore in modo da fare scendere solo alcune gocce di HCl sul carbonato di sodio. Si osserva lo sviluppo di un gas ( $\text{CO}_2$ ) che, attraversando il tubo di gomma, gorgoglia nella soluzione contenente l'idrossido di calcio. Se lo sviluppo del gas è consistente, si osserva anche la sua parziale fuoriuscita dal controllore di flusso. L'aggiunta di HCl deve essere molto controllata per evitare che il  $\text{CO}_2$  fuoriesca. Il  $\text{CO}_2$  deve infatti sciogliersi nella soluzione contenente l'idrossido di Calcio e reagire con lo stesso per formare il Carbonato di Calcio. Tenendo sotto osservazione il controllore di flusso, aprire di nuovo il rubinetto 1 e fare sgocciolare l'HCl per produrre altro  $\text{CO}_2$ .



Chiudere subito il rubinetto se si osserva fuoriuscita di gas. Procedere in questa maniera fino alla completa aggiunta di HCl. Questa operazione richiede tempo e attenzione. Terminato lo sviluppo del gas, chiudere i rubinetti e scollegare dal pallone il gorgogliatore e il raccordo con il rubinetto 3. Se nella soluzione si osserva ancora la presenza di granuli scuri di Ca non reagito, farli raccogliere sul fondo (leggero movimento rotatorio). Pulire con carta assorbente il cono grande laterale del pallone (per eliminare il grasso) che viene utilizzato per prelevare la soluzione. Mantenendo il pallone in leggera agitazione rotatoria, far fuoriuscire la soluzione dal cono pulito per versarla nel becher da 600 mL facendo attenzione a non versare anche i granuli di Ca non reagiti. Lasciare decantare la soluzione e preparare l'apparecchiatura per la filtrazione sotto vuoto.

### **Filtrazione**

Filtrare sotto vuoto il precipitato utilizzando un filtro medio lento (7-9  $\mu\text{m}$ ) da **CHIEDERE AL TUTOR**. Lavare con poca acqua. Al termine della filtrazione, mettere la parte superiore dell'imbuto nel punto di raccolta e lasciarlo fino a che il solido non sia ben asciutto.



# Sintesi del Bianco di Piombo [ $2\text{PbCO}_3 \cdot \text{Pb}(\text{OH})_2$ ]

## Materiale occorrente:

- due becher (250 e 100 mL)
- due ancorette magnetiche
- spatola di plastica e bacchetta di vetro
- due navicelle da pesata
- cilindro graduato da 100 mL
- imbuto di Buckner con filtro medio lento ( $6 \mu\text{m}$ )
- termometro
- beuta codata con anello di gomma e tubo di collegamento
- agitatore magnetico **con piastra riscaldante**
- **$\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  soluzione 0,5M** acetato di piombo con dosatore automatico da 50 mL
- **$\text{Na}_2\text{CO}_3$**  carbonato di sodio

## Procedura da seguire:

1. Pesare in una navicella **5,8 g** di  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  e trasferirli in un becher da 100 mL. Aggiungere 50 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata e un'ancoretta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico e lasciare in agitazione. Per facilitare lo scioglimento, riscaldare leggermente.
2. Prelevare **40 mL** (controllare il volume nel dosatore automatico) della soluzione 0,5M di  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  e introdurla in un becher da 250 mL e aggiungere un'ancoretta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico e lasciare in agitazione.
3. Versare la soluzione di carbonato di sodio nella seconda e attendere la formazione del precipitato. Aggiungere 20-30 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata e scaldare a 60-70°C su piastra riscaldante mantenendo in agitazione la soluzione per circa 10 minuti.
4. Lasciare decantare. Versare in altro contenitore la maggior parte del liquido surnatante facendo attenzione a non versare anche il precipitato
5. Filtrare il restante precipitato su Buckner utilizzando un filtro medio lento ( $6 \mu\text{m}$ ) da **CHIEDERE AL TUTOR**. Lavare con poca acqua utilizzando la spruzzetta e versandola direttamente sopra al precipitato contenuto nel Buckner.
6. Al termine della filtrazione, mettere la parte superiore dell'imbuto nell'apposito punto di raccolta e lasciarlo fino a che il solido non sia ben asciutto.

# Sintesi del Bianco Fisso ( $\text{BaSO}_4$ )

## Materiale occorrente:

- tre becher (2 da 250, 100 mL)
- due ancorette magnetiche
- spatola e bacchetta di vetro
- cilindro graduato da 50 mL
- due navicelle da pesata
- termometro
- tre provettoni da centrifuga
- agitatore magnetico **con piastra riscaldante**
- **$\text{BaCl}_2$  soluzione 0,4M** cloruro di bario (con dosatore da 50 mL)
- **$\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$**  solfato di sodio-acqua (1/10)

## Procedura da seguire:

1. Prelevare con il dosatore **50 mL** della soluzione di  $\text{BaCl}_2$  0,4M e trasferirli in un becher da 100 mL.
2. Pesare in una navicella **6,6 g** di  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  e trasferirli in un becher da 250 mL. Aggiungere 50 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata e un'ancoretta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico, scaldare a 40-50°C e lasciare in agitazione.
3. Dopo la dissoluzione del sale versare la prima soluzione nella seconda. Si osserva la formazione di un precipitato bianco.
4. Porre su piastra riscaldante, lasciare in agitazione fino al raggiungimento di una temperatura di circa 80° C. Lasciare in agitazione per 5-10 minuti.
5. Trasferire il tutto in tre provette da centrifuga, e centrifugare per 4 min a 4000 rpm (ricordarsi di bilanciare le provette tramite aggiunta di acqua; **consultare la procedura per il bilanciamento o chiedere al Tutor**).
6. Dopo aver centrifugato i tre provettoni, si osserva il precipitato bianco compattato sul fondo e la soluzione limpida surnatante. Capovolgere i provettoni facendo attenzione a versare la soluzione nell'apposito contenitore dei materiali di recupero.
7. Mettere in stufa a circa 80 °C i provettoni contenenti il precipitato bianco compattato sul fondo e lasciarli fino a che il solido non sia ben asciutto

# Sintesi del Verde Malachite [ $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$ ]

## Materiale occorrente:

- due becher (250 e 100 mL)
- due ancorette magnetiche
- spatola di plastica e bacchetta di vetro
- due navicelle da pesata
- imbuto di Buckner e filtro (20-25  $\mu\text{m}$ )
- beuta codata con anello di gomma e tubo di collegamento
- cilindro graduato da 100 mL
- termometro
- agitatore magnetico **con piastra riscaldante**
- **$\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$**  solfato di rame-acqua (1/5)
- **$\text{Na}_2\text{CO}_3$**  carbonato di sodio

## Procedura da seguire:

1. Pesare in una navicella **5 g** di  $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$  e trasferirli in un becher da 250 mL. Aggiungere 50 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata e una ancorotta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico, riscaldare fino a  $50^\circ\text{C}$  e lasciare in agitazione moderata.
2. Pesare in una navicella **2,3 g** di  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  e trasferirli in un becher da 100 mL. Aggiungere 50 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata e un'ancoretta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico, riscaldare fino a  $50^\circ\text{C}$  e lasciare in agitazione moderata.
3. Dopo la dissoluzione dei due sali mantenere in agitazione la soluzione contenente gli ioni Rame(2+) sulla piastra riscaldante a circa  $50^\circ\text{C}$ . Aggiungere in modo lento e graduale circa metà della soluzione di  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  nella prima soluzione preparata e mantenuta sotto costante e vigorosa agitazione. Si osserva la formazione di un precipitato azzurro chiaro e lo sviluppo del gas  $\text{CO}_2$ .
4. Mantenere in agitazione la soluzione per alcuni minuti e versare lentamente e poco per volta il resto della soluzione di  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .
5. Terminata l'aggiunta della soluzione, accendere il riscaldamento dell'agitatore magnetico. All'aumentare della temperatura della soluzione si osserva che il precipitato cambia di colore. Da azzurro chiaro diventa di colore verde tipico della Malachite. **ATTENZIONE: LA TEMPERATURA NON DEVE SUPERARE I  $70^\circ\text{C}$**  (fare il controllo con un termometro immerso nella soluzione). Quando tutto il precipitato ha assunto la colorazione verde, spegnere il riscaldamento e lasciare in moderata agitazione almeno 10 minuti. Togliere il becher dalla piastra riscaldante e lasciare decantare la soluzione.

6. Preparare l'apparecchiatura necessaria per la filtrazione sotto vuoto utilizzando un filtro veloce (20-25  $\mu\text{m}$ ) da **CHIEDERE AL TUTOR**.
7. Quando tutta la fase liquida è raccolta nella beuta sottostante, chiudere il rubinetto del vuoto. Aggiungere alla fase solida alcuni millilitri di acqua deionizzata per lavare il precipitato (utilizzare direttamente la spruzzetta dell'acqua dirigendo il getto verso il precipitato). Se necessario, con la spatola di plastica, rimuovere e agitare il precipitato per favorire l'operazione di lavaggio. Riaprire il rubinetto del vuoto per rimuovere la fase liquida (l'acqua di lavaggio).
8. Ripetere di nuovo l'operazione di lavaggio. Dopo aver lavato, lasciare sotto vuoto per alcuni minuti in modo da rimuovere la maggior parte possibile dell'umidità residua.
9. Al termine della filtrazione, mettere la parte superiore dell'imbutto nell'apposito punto di raccolta e lasciarlo fino a che il solido non sia ben asciutto.

# Sintesi del Verde Malachite [CuCO<sub>3</sub>•Cu(OH)<sub>2</sub>]

## Materiale occorrente:

- quattro becher (2x400, 600 e 1000 mL)
- ancoretta magnetica
- spatola di plastica e bacchetta di vetro
- pipetta graduata a siringa da 5 mL
- pipetta da 10 mL con propipetta a cremagliera
- 8 provettoni da 50 mL
- imbuto di Buckner e filtro (20-25 µm)
- **Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 0,5M** nitrato di rame
- **NH<sub>3</sub> 1M** ammoniaca
- **H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> soluzione satura** acido carbonico; acqua addizionata di CO<sub>2</sub>; “acqua gassata”
- beuta codata con anello di gomma e tubo di collegamento
- 2 cilindri graduati (100 e 50 mL)
- pinza per provettoni
- cartina all'indicatore universale
- agitatore magnetico **con piastra riscaldante**
- bagno acqua/ghiaccio

## Procedura da seguire:

1. Con un cilindro da 50 mL prelevare **25 mL** della soluzione di **Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 0,5M** e trasferirli in un becher da 600 mL. Aggiungere una ancoretta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico e lasciare in agitazione moderata.
2. Con un cilindro da 100 mL prelevare **60 mL** della soluzione di **NH<sub>3</sub> 1M** e aggiungerli lentamente alla soluzione di Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. Inizialmente si osserva la formazione di un precipitato azzurro chiaro di Cu(OH)<sub>2</sub>. Continuando l'aggiunta di NH<sub>3</sub> il precipitato si solubilizza e la soluzione si colora di blu scuro dovuto alla formazione dello ione tetraammino Rame Cu(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub><sup>2+</sup>.
3. Mantenere in agitazione la soluzione e controllare che il precipitato di Cu(OH)<sub>2</sub> si sia completamente disciolto. Per effettuare il controllo, interrompere l'agitazione per alcuni secondi e riavviare. Se si osserva che la soluzione prima diventa limpida e poi si intorbidisce, vuol dire che non tutto il precipitato si è disciolto. In questo caso occorre aggiungere altra ammoniaca fino a completa dissoluzione. L'aggiunta di **ammoniaca** deve essere effettuata in **aliquote da 2-3 mL** (con pipetta graduata) e non deve accedere la quantità necessaria per solubilizzare completamente il precipitato. Al termine di ogni aggiunta verificare se la soluzione è diventata completamente limpida. Quando il precipitato è stato tutto solubilizzato, il pH della soluzione dovrebbe essere circa 12 (controllare con cartina all'indicatore universale: colore azzurro blu)
4. Terminata l'aggiunta della soluzione di ammoniaca, occorre procedere all'aggiunta di acido carbonico. Si utilizza acqua addizionata di CO<sub>2</sub> a bassa temperatura (bottiglietta immersa in acqua/ghiaccio). Aprire la bottiglietta e versarla gradatamente nella soluzione blu scuro. Si osserva la formazione di un precipitato azzurro mentre la soluzione tende a diventare incolore. Occorre circa 250 mL di H<sub>2</sub>O “gassata” (circa mezza bottiglietta). Il pH dovrebbe tornare neutro o leggermente

acido (controllare con la cartina all'indicatore universale: colore giallo tenue). Se la soluzione non dovesse essere incolore e il pH dovesse essere basico, continuare con l'aggiunta graduale di altra acqua "gassata".

5. Distribuire la soluzione contenente il precipitato in 8 provettoni da 50mL che devono essere riscaldati a bagno maria a 100°C per venti minuti.
6. Introdurre i provettoni in un becher da 1000 mL. e versare acqua nel becher con l'uso di una spruzzetta fino a raggiungere il livello della soluzione contenuta nei provettonia (fare attenzione a non versarla dentro i provettoni). Sistemare il becher sopra una piastra riscaldante e accendere il riscaldamento. Controllare quando inizia l'ebollizione e mantenere la temperatura per circa 20 minuti. Si osserva che il precipitato azzurro e fioccoso diventa verde intenso e cristallino. Tale precipitato ha una alta densità (circa 4 g/mL) e si raccoglie sul fondo del provettone.
7. Spegnerne il riscaldamento, togliere il becher dalla piastra riscaldante e, con l'utilizzo di una pinza, trasferire i provettoni in due becher da 400 mL. Lasciare raffreddare e decantare le soluzioni.
8. Preparare l'apparecchiatura necessaria per la filtrazione sotto vuoto utilizzando un filtro veloce (20-25  $\mu\text{m}$ ) da **CHIEDERE AL TUTOR**.
9. Trasferire in nel becher da 600 mL la maggior parte della soluzione contenuta nei provettoni con una semplice operazione di capovolgimento degli stessi, **facendo attenzione a non perdere il precipitato**. Nei provettoni deve restare tutto il precipitato e 4-5 mL di soluzione.
10. Prendere un provettone e, con una bacchetta di vetro, rimuovere dalle pareti, per quanto possibile, l'eventuale precipitato che è rimasto aderente. Quando tutto il precipitato è raccolto sul fondo, prendere una pipetta da 10 mL munita di propipetta a cremagliera, immergerla fino in fondo al provettone e aspirare tutta la soluzione con tutto il precipitato. Trasferire questa soluzione sull'imbuto di Buckner per la filtrazione (mantenuto sotto vuoto). Se nella provetta dovesse rimanere del precipitato aggiungere con la pipetta 3-4 mL della soluzione contenuta nel becher da 600 mL, agitare aspirare e trasferirla sul filtro. Ripetere queste operazioni per i restanti provettoni.
11. Quando tutto il precipitato verde è raccolto sul filtro, aggiungere alcuni millilitri di acqua deionizzata per lavarlo (utilizzare direttamente la spruzzetta dell'acqua dirigendo il getto verso il precipitato). Dopo aver lavato, lasciare sotto vuoto per alcuni minuti in modo da rimuovere la maggior parte possibile dell'umidità residua. Al termine della filtrazione, mettere la parte superiore dell'imbuto nell'apposito punto di raccolta e lasciarlo fino a che il solido non sia ben asciutto.

# Sintesi del Verdigris [ $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{Cu}(\text{OH})_2$ ]

## Materiale occorrente:

- due becher (250 mL)
- spatola di plastica e bacchetta di vetro
- navicella da pesata
- cilindro graduato da 100 mL
- pipetta graduata da 10 mL
- imbuto grande di Buckner filtro (20-25  $\mu\text{m}$ )
- imbuto di Buckner con due filtri (6  $\mu\text{m}$ ; 10-13  $\mu\text{m}$ )
- beuta codata con anello di gomma e tubo di collegamento
- agitatore magnetico e ancoretta magnetica
- capsula di Petri
- $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$  solfato di rame-acqua (1/5)
- $\text{NH}_3$  3M (ammoniaca - buretta a caricamento automatico)
- $\text{NaOH}$  2M (idrossido di sodio; soluzione contenente 0.8 g in 10 mL)
- $\text{CH}_3\text{COOH}$  soluzione 1M (acido acetico) con dosatore da 50 mL

## Procedura da seguire:

1. Pesare in una navicella **5 g** di  $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$  e trasferirli in un becher da 250 mL. Aggiungere 100 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata e un'ancoretta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico e lasciare in agitazione fino a completa dissoluzione del sale.
2. *L'operazione successiva (aggiunta di ammoniaca alla soluzione contenente il solfato di rame) va effettuata utilizzando una buretta a caricamento automatico.* Procedere al riempimento della buretta con la soluzione di ammoniaca 3M (**ATTENZIONE: controllare che il rubinetto della buretta sia chiuso**). Sistemare la buretta a caricamento automatico in prossimità del becher contenente la soluzione di ioni  $\text{Cu}^{2+}$  in modo che il beccuccio di sgocciolamento sia collocato sopra il becher che va posizionato sopra un agitatore magnetico. Aprire il rubinetto della buretta in modo che l'ammoniaca cada goccia a goccia sulla soluzione che va mantenuta in agitazione. All'inizio si osserva la formazione di un precipitato blu pallido mentre la soluzione tende a colorarsi di blu intenso. Tale colorazione all'inizio scompare poi tende a rimanere. **FARE MOLTA ATTENZIONE! L'aggiunta dell'ammoniaca deve essere interrotta appena si osserva che persiste il colore blu della soluzione** dovuto alla formazione di  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  (in genere si utilizza non più di **15-15,5 mL**). E' infatti da evitare un eccesso di ammoniaca (soluzione blu intenso) in quanto il precipitato verrebbe tutto portato in soluzione.
3. Aggiungere alla soluzione 30 mL di acqua e lasciare in agitazione per 5 minuti. Spingere l'agitazione e lasciare decantare la soluzione. Trasferire in altro recipiente la maggior parte della soluzione facendo attenzione a non perdere il precipitato. Aggiungere 100 mL di acqua deionizzata e mettere in agitazione per 2 minuti. Al termine lasciare



decantare e trasferire in altro recipiente la maggior parte della soluzione facendo di nuovo attenzione a non perdere il precipitato.

4. Preparare l'apparecchiatura necessaria per la filtrazione sotto vuoto utilizzando un filtro grande da 20-25  $\mu\text{m}$  da **CHIEDERE AL TUTOR** e procedere alla filtrazione. **ATTENZIONE:** Quando viene versato nell'imbuto, il precipitato potrebbe compattarsi sulla superficie del filtro e ciò renderebbe lento il processo della filtrazione. Cercare di far scendere lentamente la soluzione lungo una bacchetta di vetro in modo che la parte solida che scende si accumuli al centro del filtro.
5. Quando tutta la fase liquida ha passato il filtro, trasferire, con l'aiuto di una spatola, il precipitato in un becher da 250 mL, aggiungere 50 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata, un'ancoretta magnetica e porre in agitazione sull'agitatore magnetico. Con l'acqua aggiunta, cercare di portare nella soluzione anche i residui solidi che restano aderenti alle pareti della spatola.
6. Aggiungere rapidamente con una pipetta graduata **10 mL** della soluzione di NaOH 2M. Si osserva la formazione di un precipitato voluminoso di colore blu azzurro. Controllare che tutto il complesso di rame di colore blu pallido abbia reagito (eventualmente muovere il precipitato con una bacchetta di vetro). La soluzione deve restare limpida e incolore. Lasciare decantare la soluzione e lavare il precipitato con la stessa procedura seguita al **punto 3**.
7. Preparare l'apparecchiatura necessaria per la filtrazione sotto vuoto e filtrare come descritto al punto 4 utilizzando un filtro da 6  $\mu\text{m}$  (da chiedere al Tutor). Mantenere il tiraggio sotto vuoto fino ad eliminare la maggior parte dell'umidità residua.
8. Con l'aiuto della spatola, trasferire tutto il precipitato in una capsula di Petri da 50 mL.
9. Prelevare **40 mL** di  $\text{CH}_3\text{COOH}$  1M (controllare il volume nel dosatore) e versarli lentamente nella capsula contenente il precipitato. Con una bacchetta di vetro agitare leggermente.
10. Lasciare la capsula sotto cappa. ATTENZIONE: a questo punto termina la preparazione da parte dello studente. A seguito di una lenta evaporazione dell'acido acetico (che richiede almeno una settimana) si ottiene la completa cristallizzazione del pigmento. Il resto della sintesi viene effettuato dal Tutor.
11. Filtrare sotto vuoto utilizzando un filtro da 10-13  $\mu\text{m}$ . **Controllare che la beuta codata sia pulita.**
12. Al termine della filtrazione, lavare il precipitato direttamente sull'imbuto con poco  $\text{CH}_3\text{COOH}$  1M mettere la parte superiore dell'imbuto nell'apposito punto di raccolta e lasciarlo fino a che il solido non sia ben asciutto. NOTA: La resa di reazione è bassa.
13. Versare la soluzione filtrata nell'apposito contenitore di recupero

# Sintesi del Verdigris [ $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{Cu}(\text{OH})_2$ ]

## Materiale occorrente:

- tre becher (250, 250 e 100 mL)
- spatola di plastica e bacchetta di vetro
- navicella da pesata
- cilindro graduato da 100 mL
- pipetta graduata da 10 mL
- imbuto grande di Buckner con filtro (20-25 $\mu\text{m}$ )
- imbuto di Buckner con due filtri (6  $\mu\text{m}$ ; 10-13  $\mu\text{m}$ )
- beuta codata con anello di gomma e tubo di collegamento
- agitatore magnetico con **piastra riscaldante** e ancoretta magnetica
- **$\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$**  solfato di rame-acqua (1/5)
- **$\text{NH}_3$  25%** (ammoniaca) – **SOTTO CAPP**A (con dosatore da 10 mL, becher da 50 mL, capillare Pasteur con tettarella e agitatore magnetico)
- **$\text{NaOH}$  2M** (idrossido di sodio; soluzione contenente 0.8 g in 10 mL)
- **$\text{CH}_3\text{COOH}$  glaciale** (acido acetico) – **SOTTO CAPP**A (con dosatore da 10 mL)

## Procedura da seguire:

1. Pesare in una navicella **5 g** di  $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$  e trasferirli in un becher da 250 mL. Aggiungere 100 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata e un'ancoretta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico e scaldare la soluzione fino a 60-80 °C. Lasciare in agitazione fino a completa dissoluzione del sale.
2. *L'operazione successiva (aggiunta di ammoniaca alla soluzione contenente il solfato di rame) va effettuata SOTTO CAPP*A! Sistemare sopra un agitatore magnetico il becher contenente la soluzione di ioni  $\text{Cu}^{2+}$ . (**ATTENZIONE: controllare che il dosatore sia impostato a 4 mL. Se necessario, ruotare la ghiera fino a fissare il prelievo a 4 mL**). Prelevare **4 mL** di ammoniaca e versarli nel becher da 50 mL. Con l'utilizzo di una pipetta Pasteur prelevare una aliquota di ammoniaca e farla cadere goccia a goccia sulla soluzione di ioni  $\text{Cu}^{2+}$  mantenuta in agitazione. All'inizio si osserva la formazione di un precipitato blu pallido mentre la soluzione tende a colorarsi di blu intenso. Tale colorazione all'inizio scompare poi tende a rimanere. **FARE MOLTA ATTENZIONE! L'aggiunta dell'ammoniaca deve essere interrotta appena si osserva che persiste il colore blu della soluzione** dovuto alla formazione di  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  (in genere è sufficiente aggiungere un volume complessivo di ammoniaca non superiore a 3,6 mL). E' infatti da evitare un eccesso di ammoniaca (soluzione blu intenso) in quanto il precipitato verrebbe tutto portato in soluzione.
3. Sul proprio banco, aggiungere alla soluzione 30 mL di acqua e lasciare in agitazione per 5 minuti. Spengere l'agitazione e lasciare decantare la soluzione. Trasferire in altro recipiente la maggior parte della soluzione facendo attenzione a non perdere il precipitato. Aggiungere 100 mL di acqua deionizzata e mettere in agitazione per 2 minuti. Al termine lasciare decantare e trasferire in altro recipiente la maggior parte della soluzione facendo di nuovo attenzione a non perdere il precipitato.

4. Preparare l'apparecchiatura necessaria per la filtrazione sotto vuoto utilizzando un filtro grande da 20-25  $\mu\text{m}$  (da chiedere al Tutor) e procedere alla filtrazione. **ATTENZIONE:** Quando viene versato nell'imbuto, il precipitato si potrebbe compattare sul filtro e ciò renderebbe lento il processo della filtrazione. Cercare di far scendere molto lentamente la soluzione lungo una bacchetta di vetro in modo che il solido che scende si accumuli al centro del filtro.
5. Quando tutta la fase liquida ha passato il filtro, trasferire, con l'aiuto di una spatola, il precipitato in un becher da 250 mL, aggiungere 50 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata, un'ancoretta magnetica e porre in agitazione sull'agitatore magnetico. Con l'acqua aggiunta, cercare di portare nella soluzione i residui solidi che restano aderenti alle pareti della spatola.
6. Aggiungere rapidamente con una pipetta graduata **10 mL** della soluzione di NaOH 2M. Si osserva la formazione di un precipitato voluminoso di colore blu azzurro. Controllare che tutto il complesso di rame di colore blu pallido abbia reagito (eventualmente muovere il precipitato con una bacchetta di vetro). La soluzione deve restare limpida e incolore. Lasciare decantare la soluzione.
7. Lavare il precipitato con la stessa procedura seguita al punto **3**.
8. Preparare l'apparecchiatura necessaria per la filtrazione sotto vuoto e filtrare come descritto al punto 4 utilizzando un filtro da 6  $\mu\text{m}$  da **CHIEDERE AL TUTOR**. Mantenere il tiraggio sotto vuoto fino ad eliminare la maggior parte dell'umidità residua.
9. Con l'aiuto della spatola, trasferire tutto il precipitato in un becher da 100 mL.

*L'operazione successiva (aggiunta di acido acetico) va effettuata sotto cappa!*  
**(ATTENZIONE: controllare che il dosatore dell'acido acetico glaciale sia impostato su 6 mL; se necessario girare la ghiera fino a fissare il prelievo a 6mL.)**

10. Prelevare **12 mL** di  $\text{CH}_3\text{COOH}$  glaciale (due aliquote da 6 mL ciascuna) e farli scendere direttamente nel becher contenente il precipitato. Introdurre una ancoretta magnetica e agitare leggermente per circa 10 minuti. Si osserva la formazione di un precipitato verde.
11. Controllare che la beuta codata sia pulita. Filtrare sotto vuoto il precipitato utilizzando un filtro da 10-13  $\mu\text{m}$ .
12. Al termine della filtrazione, mettere la parte superiore dell'imbuto nell'apposito punto di raccolta e lasciarlo fino a che il solido non sia ben asciutto. **NOTA:** La resa di reazione è bassa. **Versare la soluzione filtrata nell'apposito contenitore di recupero.**

# Sintesi del Blu di Prussia ( $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ )

## Materiale occorrente:

- due becher (50 mL)
- due ancorette magnetiche
- vetrino da orologio
- spatola di plastica e bacchetta di vetro
- imbuto di Buckner e filtro (6  $\mu\text{m}$  – Whatman n.3)
- beuta codata con anello di gomma e tubo di collegamento
- pipetta graduata da 5 mL
- micropipetta da 5 mL
- agitatore magnetico
- **$\text{FeCl}_3$  2,7M** tricloruro ferrico
- **$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$**  ferrocianuro di potassio- acqua (1/3)
- **$\text{NaOH}$  1M** idrossido di sodio (per lavaggio)

## Procedura da seguire:

1. Pesare **1,4 g** di  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  direttamente in un becher da 50 mL. Aggiungere 5 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata e un'ancoretta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico e lasciare in agitazione fino a completa dissoluzione del sale (agitare moderatamente). Togliere il becher dall'agitatore quando il sale è completamente disciolto e togliere anche l'ancoretta magnetica (utilizzare una bacchetta magnetica)
2. Prelevare con la micropipetta **5 mL** di soluzione 2,7M di  $\text{FeCl}_3$  e introdurla in un becher da 50 mL. Aggiungere un'ancoretta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico e agitare (**moderatamente**).
3. Versare completamente ma a piccole dosi la prima soluzione ( $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ) sulla seconda soluzione ( $\text{FeCl}_3$ ). Si osserva la formazione del precipitato blu scuro intenso. Coprire il becher con un vetrino da orologio e continuare l'agitazione (se necessario, aumentare la velocità di rotazione). **ATTENZIONE. Il pigmento formato tende a macchiare tutta l'attrezzatura. Fare molta attenzione a non farlo fuoriuscire dal contenitore. Utilizzare la stessa attenzione in tutte le operazioni successive.**
4. Continuare ad agitare per circa 5 minuti la massa che si è formata in modo che la reazione vada a completezza. A volte può risultare difficile separare la fase solida dalla fase acquosa. Preparare l'apparecchiatura per la filtrazione sotto vuoto utilizzando un filtro spesso da 6 $\mu\text{m}$  da **CHIEDERE AL TUTOR**. Controllare che il filtro aderisca bene alla superficie dell'imbuto (bagnarli con poca acqua) e aprire il rubinetto del vuoto.

5. Con l'aiuto della bacchetta di vetro trasferire lentamente a piccole dosi tutto il precipitato cercando di raccoglierlo al centro del filtro. Aspettare che la fase liquida si raccolga sulla beuta. Per raccogliere il precipitato rimasto nel becher, aggiungere pochissima acqua (circa 5 mL) e agitare con la bacchetta di vetro. Sempre con l'uso della bacchetta di vetro trasferire nell'imbuto la soluzione residua.
6. Quando la fase liquida è stata completamente aspirata, aggiungere 5 mL di acqua direttamente nell'imbuto per lavare il precipitato (utilizzare la pipetta). Lasciare aspirare fino a che sul filtro rimane soltanto il precipitato blu scuro. Fare altri 3 lavaggi da 5 mL di acqua ciascuno.
7. Al termine della filtrazione, lasciare aspirare sotto vuoto fino ad osservare che nella massa solida si formano delle screpolature. Mettere la parte superiore dell'imbuto nell'apposito punto di raccolta e lasciarlo fino a che il solido non sia ben asciutto.
8. **Lavare subito tutte le attrezzature utilizzate. Se persiste una colorazione blu, servirsi di NaOH 1M per il lavaggio.**

# Sintesi del Blu di Prussia ( $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ )

## (Metodo 2)

### Materiale occorrente:

- becher (100 mL)
- ancorotta magnetica
- bacchetta di vetro
- imbuto di Buckner con filtro (2  $\mu\text{m}$ )
- cilindro graduato da 50 mL
- termometro
- beuta codata con anello di gomma e tubo di collegamento
- micropipetta da 10 mL
- agitatore magnetico con piastra riscaldante
- **$\text{FeCl}_3$  soluzione 1M** tricloruro ferrico
- **$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  soluzione allo 0,5%** ferrocianuro di potassio (con dosatore da 50 mL)
- **$\text{NaOH}$  1M**

### Procedura da seguire:

1. Prelevare **25 mL** della soluzione di  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  allo 0,5% (controllare il volume nel dosatore) e introdurla in un becher da 100 mL. Aggiungere 25 mL di acqua e un'ancoretta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico e lasciare in agitazione (**moderata**).
2. Prelevare con una micropipetta **2 mL** della soluzione di  $\text{FeCl}_3$  1M e aggiungerli molto lentamente alla prima soluzione mantenuta in agitazione. Si osserva la formazione del precipitato blu scuro intenso.
3. Accendere il riscaldamento della piastra e scaldare la soluzione all'ebollizione. Mantenere in agitazione la soluzione per almeno 10 minuti. **ATTENZIONE. Il pigmento formato tende a macchiare tutta l'attrezzatura. Fare molta attenzione a non farlo fuoriuscire dal contenitore. Utilizzare la stessa attenzione per tutte le operazioni successive.**
4. Preparare l'apparecchiatura per la filtrazione sotto vuoto utilizzando un filtro da 2  $\mu\text{m}$  (da chiedere al Tutor). Controllare che il filtro aderisca bene alla superficie dell'imbuto (bagnarla con poca acqua) e aprire il rubinetto del vuoto.
5. Con l'aiuto della bacchetta di vetro trasferire lentamente tutto il precipitato al centro del filtro. Aspettare che la fase liquida si raccolga sulla beuta. Per raccogliere il precipitato rimasto nel becher, aggiungere pochissima acqua (circa 5 mL) e agitare con la bacchetta di vetro. Sempre con l'uso della bacchetta di vetro trasferire nell'imbuto la soluzione residua.

6. Quando la fase liquida è stata completamente aspirata, aggiungere pochissima acqua direttamente nell'imbuto per lavare il precipitato (utilizzare direttamente la spruzzetta). Lasciare aspirare fino a che sul filtro rimane soltanto il precipitato blu scuro.
7. Al termine della filtrazione, mettere la parte superiore dell'imbuto nell'apposito punto di raccolta e lasciarlo fino a che il solido non sia ben asciutto.
8. **Lavare subito tutte le attrezzature utilizzate. Se persiste una colorazione blu, servirsi di NaOH 1M per il lavaggio.**

# Sintesi dell'Azzurrite ( $2\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$ )

## Materiale occorrente:

- due becher (250 e 150 mL alto)
- ancoretta magnetica
- spatola di plastica e bacchetta di vetro
- navicella da pesata
- cilindro da 100 mL
- mortaio grande con pestello
- imbuto di Buckner e filtro (6  $\mu\text{m}$ ; 7-9  $\mu\text{m}$ )
- beuta codata con anello di gomma e tubo di collegamento
- agitatore magnetico
- $\text{Cu}_{(s)}$  rame
- $\text{HNO}_3$  65% acido nitrico (sotto cappa con dosatore tarato a 5 mL)
- $\text{CaO}$  ossido di calcio

## Procedura da seguire:

1. Pesare in un becher alto da 150 mL circa **3 g** di rame metallico in trucioli (o in pezzettini) e aggiungere una ancoretta magnetica.
2. **L'operazione successiva (aggiunta di acido nitrico) va effettuata sotto cappa! Indossare camice, guanti e occhiali.** Mettere il becher sotto il beccuccio del dosatore, prelevare **5 mL** di  $\text{HNO}_3$  65% e farli scendere dentro il becher. Posizionare subito il becher nella parte posteriore della cappa. Si osserva la formazione di un gas marrone mentre la soluzione si colora di azzurro per la formazione dello ione rame(2+). Terminato lo sviluppo del gas, aggiungere con la stessa procedura altri 5 mL di  $\text{HNO}_3$  65%. Si osserva l'ulteriore formazione di un gas marrone. Terminato lo sviluppo del gas, aggiungere con cautela altri 5 mL di  $\text{HNO}_3$  65%. Mettere il becher sull'agitatore magnetico, aggiungere un'ancoretta magnetica, e lasciarlo in agitazione fino a quando tutto il rame ha reagito.
3. Pesare in una navicella **4 g** di  $\text{CaO}$ .
4. Dopo la dissoluzione completa del rame si aggiunge con molta cautela, **restando sotto cappa**,  $\text{CaO}$  in polvere (utilizzare la spatola). L'aggiunta di  $\text{CaO}$  alla soluzione deve essere fatta in piccole dosi poiché la reazione è molto esotermica. Dopo ogni aggiunta mescolare bene con una bacchetta di vetro. Inizialmente la soluzione resta limpida. Continuando nell'aggiunta di  $\text{CaO}$ , si forma un precipitato molto denso di colore celeste tendente al verde. (Con una cartina all'indicatore universale controllare il pH che dovrebbe essere neutro o leggermente basico)

5. Portare il becher nel proprio banco e aggiungere 50 mL di H<sub>2</sub>O distillata. Aggiungere l'ancoretta magnetica e tenere in agitazione per 1-2 minuti (se necessario, servirsi di una bacchetta di vetro per far partire l'agitazione).
6. Preparare per la filtrazione sotto vuoto utilizzando il buckner, un filtro da **6µm** da **CHIEDERE AL TUTOR** e filtrare. La filtrazione può risultare difficoltosa. **ATTENZIONE:** Quando viene versato nell'imbuto, il precipitato potrebbe compattarsi sulla superficie del filtro e ciò renderebbe difficile e lento il processo della filtrazione. Cercare di far scendere molto lentamente la soluzione lungo una bacchetta di vetro in modo che la parte solida che scende si accumuli al centro del filtro. Se la soluzione non riesce ad attraversare il filtro, rimuovere delicatamente con la spatola di plastica il precipitato che si compatta sulla superficie del filtro. Mantenere a tirare sotto vuoto per pochi minuti.
7. Con l'uso di una spatola, trasferire in un mortaio il precipitato di consistenza pastosa e di colore celeste/verde.
8. Pesare circa **1,5** g di CaO e versarli a piccole dosi sul precipitato, mescolando continuamente i due solidi con una bacchetta di vetro. Successivamente mescolare con un pestello fino ad ottenere un impasto omogeneo. Si osserva che il colore passa dal celeste/verde all'azzurro intenso.
9. Con il pestello continuare a mescolare e ad omogeneizzare l'impasto che progressivamente dovrebbe assumere un aspetto consistente. Per staccare i residui dalle pareti, usare una spatola. Continuare il mescolamento per almeno 5 minuti.
10. Mettere tutto il solido ottenuto in un becher da 250 mL e aggiungere 100 mL di acqua e un'ancoretta magnetica. Mettere ad agitare per due-tre minuti. Se il solido ha un aspetto grumoso, frantumarlo con la bacchetta di vetro.
11. Preparare per la filtrazione sotto vuoto utilizzando il buckner, un filtro da **7-9 µm** da **CHIEDERE AL TUTOR** e filtrare. Continuare a tenere sotto vuoto fino ad osservare che nel solido si formano delle screpolature.
12. Al termine della filtrazione, mettere la parte superiore dell'imbuto nell'apposito punto di raccolta e lasciarlo fino a che il solido non sia ben asciutto.

# Sintesi dell'Azzurrite ( $2\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$ )

## Materiale occorrente:

- 3 becher (2 da 25 mL ; 50 mL)
- beuta con tappo di plastica
- spatola di plastica e bacchetta di vetro
- parafilm
- capillare Pasteur e tettarella
- navicella da pesata
- cilindro graduato da 25 ml
- pipetta tarata da 2 ml
- imbuto di vetro e anello metallico
- imbuto con setto poroso
- beuta codata, anello di gomma, pinza per fissaggio
- agitatore magnetico
- ancoretta magnetica
- $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$  solfato di rame-acqua (1/5)
- $\text{CaCO}_3$  carbonato di calcio

## Procedura da seguire:

**Occorre preparare 25 mL di una soluzione satura di carbonato di sodio sapendo che la sua solubilità è di 21,5 g in 100 mL di acqua. Calcolare la quantità di necessaria per fare questa soluzione (confrontare il valore ottenuto con quello riportato nel retro del foglio)**

1. Pesare in una navicella la quantità calcolata di  $\text{CaCO}_3$ .
2. Misurare con il cilindro graduato **25 mL di acqua deionizzata** e versarli nel becher da 50 mL. Aggiungere una ancoretta magnetica e mettere il becher sull'agitatore magnetico. Accendere l'agitazione. Versare lentamente il  $\text{CaCO}_3$  pesato nell'acqua mantenuta in agitazione in modo da portare in soluzione il solido. Attendere fino a quando non si è sciolto completamente.

**Occorre preparare 2 mL di una soluzione satura di solfato di rame sapendo che la solubilità di  $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$  è di 32,0 g in 100 mL di acqua. Calcolare la quantità di necessaria per fare questa soluzione (confrontare il valore ottenuto con quello riportato nel retro del foglio)**

3. Pesare direttamente sul becher da 25 mL la quantità calcolata di  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ . Prelevare con una pipetta graduata **2 mL di acqua deionizzata**. Agitare con una bacchetta di vetro fino a completa solubilizzazione del solido.
4. Prelevare con un capillare Pasteur la soluzione di solfato di rame e aggiungerla molto lentamente, goccia a goccia, alla soluzione di carbonato di calcio mantenuta in vigorosa agitazione (attenzione, non far schizzare la soluzione fuori dal becher). Si osserva la formazione di un precipitato azzurro mentre la soluzione diventa azzurra. Terminata l'aggiunta di tutta la soluzione, lasciare in agitazione per circa 10 minuti. La soluzione tende a diventare blu. Spengere l'agitazione e lasciare decantare la soluzione.
5. Preparare l'apparecchiatura per la filtrazione per gravità. Posizionare l'imbuto di vetro su un anello metallico fissato ad un sostegno. Preparare un filtro di carta

(possibilmente a pieghe) e introdurlo nell'imbuto. Posizionare il becher (pulito) da 25mL sotto il gambo dell'imbuto.

6. Versare nell'imbuto prima la soluzione limpida e lasciarla passare attraverso il filtro. Continuare poi l'aggiunta della restante soluzione con tutto il precipitato. Attendere che tutta la soluzione blu sia passata attraverso il filtro.
7. Chiudere la superficie del becher con un foglio di parafilm e lasciare il becher sulla mensola di vetro.

**Poiché la precipitazione dei cristalli di azzurrite richiede una giornata di tempo lo studente lascia allo studente che verrà il giorno successivo il compito di filtrare la soluzione per separare i cristalli di azzurrite. Lo studente però potrà procedere con la filtrazione della soluzione che è stata preparata da un altro studente il giorno precedente.**

8. Preparare l'apparecchiatura per la filtrazione sotto vuoto. Fissare la beuta codata con un pinza a sua volta fissata ad un sostegno. Collegare il tubo di gomma (fra il rubinetto del vuoto e il portagomma della beuta). Posizionare l'anello di gomma sulla sommità della beuta e introdurre l'imbuto di vetro con il setto poroso. Quando tutto è ben fissato, aprire parzialmente il rubinetto del vuoto.
9. Prendere il becher contenente la soluzione e i cristalli di azzurrite e rimuovere la parafilm. Versare metà della soluzione in un becher da 25 mL e metterlo da parte. Con una bacchetta di vetro agitare la restante soluzione in modo da staccare dalle pareti tutti i cristallini azzurri. Mantenendo in agitazione il becher versare completamente e velocemente tutta la soluzione con tutti i cristalli nell'imbuto. Si osserva che la soluzione passa nella beuta mentre i cristalli restano sulla superficie del setto poroso. Versare parte della soluzione accantonata sul becher che dovrebbe contenere ancora alcuni cristalli di azzurrite rimasti aderenti alle pareti. Agitare di nuovo questa soluzione con i cristallini e versarli completamente e velocemente nell'imbuto. Ripetere l'operazione utilizzando la restante soluzione. A questo punto, tutti i cristallini di azzurrite dovrebbero essere stati raccolti sul setto poroso.
10. Chiudere il rubinetto da vuoto. Togliere l'imbuto con l'anello di gomma e versare la soluzione contenuta nella beuta in una "beuta di raccolta delle soluzioni di azzurrite". Chiudere la beuta con il suo tappo. Collegare al tubo da vuoto il gambo dell'imbuto, tenendolo in verticale inserito nell'anello metallico, e aprire il rubinetto per 5 minuti in modo che i cristallini si asciughino completamente. Al termine raccogliere con una spatola i cristallini e versarli nell'apposito contenitore.

**CaCO<sub>3</sub> = 5,375 g ; CuSO<sub>4</sub>•5 H<sub>2</sub>O = 0,64 g**

# Sintesi del Violetto di Cobalto ( $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2$ )

(varietà bluastra – metodo 1)

## Materiale occorrente:

- tre becher (250, 150 e 100 mL)
- spatola e bacchetta di vetro
- navicella da pesata
- cilindro graduato da 50 mL
- agitatore magnetico e due ancorette magnetiche
- tre provettoni da centrifuga
- $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  soluzione 0,3 M nitrato di Cobalto(II) con dosatore da 50 mL
- $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$  fosfato di sodio-acqua (1/12)

## Procedura da seguire:

1. Pesare in una navicella **3,8** g di  $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ . Trasferirli in un becher da 100 mL e aggiungere 50 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata. Aggiungere un'ancoretta magnetica, porre il becher sull'agitatore magnetico e agitare fino alla dissoluzione del sale.
2. **Indossare i guanti di protezione.** Sistemare il contenitore della soluzione di 0,3M di nitrato di Cobalto nei pressi del becher da 150 mL e fare in modo che il beccuccio del dosatore automatico sia posizionato a livello della parte interna della superficie del becher. Fare un prelievo di **50 mL** (tirando lo stantuffo verso l'alto) e fare scendere lentamente la soluzione (spingendo lo stantuffo verso il basso). Aggiungere 20 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata. Aggiungere un'ancoretta magnetica, porre il becher sull'agitatore magnetico e lasciare in agitazione moderata.
3. Versare lentamente e sotto costante agitazione la prima soluzione nella seconda. Si osserva la formazione del precipitato violetto bluastrato. Mantenere in agitazione la soluzione per alcuni minuti.
4. Trasferire la soluzione nelle 3 provette per centrifuga, bilanciandone i pesi con aggiunta di  $\text{H}_2\text{O}$ . Centrifugare per 4 minuti la soluzione a 4000 rpm. Dopo aver centrifugato i tre provettoni, si osserva il precipitato violetto bluastrato compattato sul fondo e la soluzione limpida surnatante. Capovolgere i provettoni per versare la soluzione in un contenitore.
5. Aggiungere in ciascun provettone circa 30 mL di acqua distillata e, con l'uso di una bacchetta di vetro, agitare per lavare il solido.
6. Ripetere l'operazione di bilanciamento e centrifugare di nuovo. Eliminare di nuovo la fase liquida e mettere i provettoni in stufa a circa 80 °C e lasciarli fino a che il solido non sia ben asciutto.

# Sintesi del Violetto di Cobalto ( $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2$ )

(varietà bluastra – metodo 2)

## Materiale occorrente:

- tre becher (250, 150 e 100 mL)
- spatola e bacchetta di vetro
- navicella da pesata
- cilindro graduato da 50 mL
- agitatore magnetico e due ancorette magnetiche
- tre provettoni da centrifuga
- $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  soluzione 0,3 M nitrato di Cobalto(II) con dosatore da 50 mL
- $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  idrogenofosfato di sodio-acqua (1/12)

## Procedura da seguire:

1. Pesare in una navicella **1,8 g** di  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ . Trasferirli in un becher da 100 mL e aggiungere 50 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata. Aggiungere un'ancoretta magnetica, porre il becher sull'agitatore magnetico e agitare fino alla dissoluzione del sale.
2. **Indossare i guanti di protezione.** Sistemare il contenitore della soluzione di 0,3M di nitrato di Cobalto nei pressi del becher da 150 mL e fare in modo che il beccuccio del dosatore automatico sia posizionato a livello della parte interna della superficie del becher. Fare un prelievo di **50 mL** (tirando lo stantuffo verso l'alto) e fare scendere lentamente la soluzione (spingendo lo stantuffo verso il basso). Aggiungere 20 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata. Aggiungere un'ancoretta magnetica, porre il becher sull'agitatore magnetico e lasciare in agitazione moderata.
3. Versare lentamente e sotto costante agitazione la prima soluzione nella seconda. Si osserva la formazione del precipitato violetto bluastrato. Mantenere in agitazione la soluzione per alcuni minuti.
4. Trasferire la soluzione nelle 3 provette per centrifuga, bilanciandone i pesi con aggiunta di  $\text{H}_2\text{O}$ . Centrifugare per 4 minuti la soluzione a 4000 rpm. Dopo aver centrifugato i tre provettoni, si osserva il precipitato violetto bluastrato compattato sul fondo e la soluzione limpida surnatante. Capovolgere i provettoni per versare la soluzione in un contenitore.
5. Aggiungere in ciascun provettone circa 30 mL di acqua distillata e, con l'uso di una bacchetta di vetro, agitare per lavare il solido.
6. Ripetere l'operazione di bilanciamento e centrifugare di nuovo. Eliminare di nuovo la fase liquida e mettere i provettoni in stufa a circa 80 °C e lasciarli fino a che il solido non sia ben asciutto.

# Sintesi del Violetto di Cobalto ( $\text{Co}_3(\text{AsO}_4)_2$ ) (varietà rossastra)

## Materiale occorrente:

- tre becher (250, 150 e 100 mL)
- spatola e bacchetta di vetro
- navicella da pesata
- cilindro graduato da 50 mL
- agitatore magnetico e due ancorette magnetiche
- tre provettoni da centrifuga
- $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  soluzione 0,3 M nitrato di Cobalto(II) con dosatore da 50 mL
- $\text{Na}_2\text{HAsO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$  arseniato di sodio-acqua (1/7)

- 1) Pesare in una navicella **3,1 g** di  $\text{Na}_2\text{HAsO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ . Trasferirli in un becher da 100 mL e aggiungere 50 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata. Aggiungere un'ancoretta magnetica, porre il becher sull'agitatore magnetico e lasciare in moderata agitazione.
- 2) **Indossare i guanti di protezione.** Sistemare il contenitore della soluzione di 0,3M di nitrato di Cobalto nei pressi del becher da 150 mL e fare in modo che il beccuccio del prelevatore automatico sia posizionato a livello della parte interna della superficie del becher. Fare un prelievo di **50 mL** (tirando lo stantuffo verso l'alto) e fare scendere lentamente la soluzione (spingendo lo stantuffo verso il basso). Aggiungere 20 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata. Aggiungere un'ancoretta magnetica, porre il becher sull'agitatore magnetico e lasciare in agitazione moderata.
- 3) Versare lentamente e sotto costante agitazione la prima soluzione nella seconda. Si osserva la formazione del precipitato violetto bluastrò. Mantenere in agitazione la soluzione per alcuni minuti.
- 4) Trasferire la soluzione nelle 3 provette per centrifuga, bilanciandone i pesi con aggiunta di  $\text{H}_2\text{O}$ . Centrifugare per 4 minuti la soluzione a 4000 rpm.
- 5) Dopo aver centrifugato i tre provettoni, si osserva il precipitato viola compattato sul fondo e la soluzione limpida surnatante. Capovolgere i provettoni per versare la soluzione in un becher.
- 6) Aggiungere in ciascun provettone circa 30 mL di acqua distillata e, con l'uso di una bacchetta di vetro, agitare per lavare il solido.
- 7) Ripetere l'operazione di bilanciamento e centrifugare di nuovo. Eliminare di nuovo la fase liquida e mettere i provettoni in stufa a circa 80 °C e lasciarli fino a che il solido non sia ben asciutto.

# Sintesi dell' Ocra Rossa ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )

## Materiale occorrente:

- becher (250 mL)
- ancoretta magnetica
- spatola di plastica e bacchetta di vetro
- termometro
- 2 capsula di porcellana (piccola e grande)
- mortaio con pestello
- pinze di ferro
- 2 cilindri graduati (50 mL e 100 mL)
- pipetta graduata da 5 mL
- vetrino da orologio
- imbuto di Buckner e filtro (20-25  $\mu\text{m}$ )
- cartina all'indicatore universale
- beuta codata con anello di gomma e tubo di collegamento
- contenitore per pigmenti
- agitatore magnetico **con piastra riscaldante**
- mantello riscaldante
- **$\text{FeCl}_3$  0,6M** Cloruro Ferrico
- **$\text{NH}_3$  2M** (ammoniaca)
- **$\text{NH}_4\text{NO}_3$**  (nitrato di ammonio)

## Procedura da seguire:

1. Prelevare con un cilindro graduato **50 mL** della soluzione di  $\text{FeCl}_3$  0,6M e trasferirli in un becher da 250 mL. Aggiungere un'ancoretta magnetica, porre il becher sull'agitatore magnetico e lasciare in agitazione. Aggiungere una punta di spatola di nitrato di ammonio (circa 0,2 g).
2. Prelevare con un cilindro graduato **80 mL** di ammoniaca 2M e versarla lentamente nel becher contenente la soluzione ioni Ferro(III), mantenuta in agitazione. Si osserva la formazione di un precipitato fioccoso di colore rosso bruno. La soluzione tende ad addensarsi per cui può essere necessario aumentare la velocità di agitazione. La soluzione dovrebbe avere un **pH~7-8** (controllare con una cartina all'indicatore universale che deve diventare di colore giallo-verdino). Se la soluzione fosse ancora acida (colore giallo rossiccio,  $\text{pH}<7$ ), continuare l'aggiunta di ammoniaca in aliquote di 5 mL fino ad ottenere una soluzione leggermente basica.
3. Aggiungere circa **50 mL** di acqua deionizzata e accendere la piastra riscaldante dell'agitatore. Posizionare il vetrino da orologio sul becher. Quando la temperatura della soluzione raggiunge **80-90 gradi** (controllare con un termometro immerso nella soluzione), spegnere il riscaldamento e lasciare in agitazione per 5-10 minuti.
4. Preparare l'apparecchiatura per la filtrazione sotto vuoto utilizzando un Buckner e un filtro da **20-25  $\mu\text{m}$**  da **CHIEDERE AL TUTOR**. Bagnare con acqua il filtro per farlo aderire bene alla superficie dell'imbuto.
5. Togliere l'ancoretta dal becher e filtrare lentamente cercando di raccogliere il precipitato al centro del filtro (utilizzare una bacchetta di vetro). Terminata la

filtrazione, versare circa **10 mL** di acqua e circa **10 mL** di  $\text{NH}_3$  2M nel becher per raccogliere il precipitato rimasto.

6. Sempre con l'uso della bacchetta di vetro trasferire nell'imbuto anche questa soluzione contenete il restante residuo solido. Quando la fase liquida è stata completamente aspirata, aggiungere circa **10 mL** di acqua direttamente nell'imbuto per lavare il precipitato. Lasciare aspirare fino a che sul filtro rimane soltanto il precipitato rosso. Lasciare ancora aspirare per qualche minuto in modo che il precipitato perda la maggior parte dell'umidità (si osserva la formazione di screpolature sulla superficie del precipitato. Chiudere il rubinetto del vuoto.
7. Con l'uso di una spatola, trasferire tutto il precipitato nella **capsula grande** di porcellana. Cercare di sistemare il precipitato umido di idrossido ferrico al centro della capsula.
8. Sistemare la capsula nel **mantello riscaldante** (situato in una apposita postazione) e accendere il riscaldamento in posizione full. Si osserva che il precipitato si asciuga con emissione di vapore di acqua. Di tanto in tanto, tenendo ferma la capsula con le pinze (**attenzione a non scottarsi**), mescolare il precipitato con una bacchetta di vetro in modo da portare tutto il precipitato a contatto con le pareti della capsula (parte più calda).
9. Quando il precipitato è completamente asciutto (aspetto polveroso), afferrare la capsula con la pinza e trasferire il precipitato in un'altra capsula più piccola di porcellana per effettuare la calcinazione che porterà alla formazione dell'ossido ferrico.

**La prossima operazione richiede molta cura e attenzione.**

**Deve essere eseguita in presenza e con la collaborazione del personale tecnico. Devono essere indossati: camice; occhiali di sicurezza; guanti con isolamento termico. La capsula deve essere posta nella muffola preriscaldata a 860°C per 10 minuti e poi deve essere recuperata. Per l'introduzione della capsula e il suo recupero si usano le apposite pinze**

10. Afferrare la capsula con le pinze e introdurla nella **muffola**. Lasciarla 10 minuti. Con l'uso delle pinze, togliere la capsula dalla muffola e appoggiarla sulla reticella di refrattario. Farla raffreddare.
11. Trasferire il solido in un **mortaio**. Con il pestello di un mortaio, **macinare** il solido in modo da ridurlo in polvere fine di un bel colore rosso vivo. Raccogliere in un contenitore l'ossido ferrico.

# Sintesi della Magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

## Materiale occorrente:

- becher di **plastica** (250 mL)
- cristallizzatore
- bacchetta di vetro
- due micro pipette (5 e 10 mL)
- cilindro graduato da 50 mL
- agitatore magnetico e ancoretta magnetica
- magnete (forza di attrazione: 22 Kg)
- **$\text{FeCl}_3$  soluzione 1M in HCl 2M** Cloruro di Ferro(III)
- **$\text{FeCl}_2$  soluzione 2M in HCl 2M** Cloruro di Ferro(II)
- **$\text{NH}_3$  1M** soluzione in buretta a caricamento automatico



## Procedura da seguire

1. Prelevare con una micropipetta **8 mL** ( $\text{Fe}^{3+}$  controllare la taratura a 8 mL) della soluzione 1M di  $\text{FeCl}_3$  e trasferirli in un il becher di **plastica**. Sistemare il becher sull'agitatore magnetico e introdurre una ancoretta magnetica. Agitare con **moderazione**.
2. Sistemare la buretta a caricamento automatico in prossimità del becher in modo che il beccuccio di sgocciolamento sia collocato sopra il becher. Procedere al riempimento della buretta con la soluzione di ammoniaca 1M (**ATTENZIONE: controllare che il rubinetto della buretta sia chiuso**).
3. Prelevare con una micropipetta **2 mL** ( $\text{Fe}^{2+}$  controllare la taratura a 2 mL) della soluzione 2M di  $\text{FeCl}_2$  e versarli nel becher contenente la soluzione di  $\text{FeCl}_3$ . Mantenere in agitazione.
4. Procedere all'aggiunta di **100 mL** della soluzione di ammoniaca. **La soluzione di ammoniaca deve essere aggiunta alla soluzione contenente ioni  $\text{Fe}^{2+}$  e  $\text{Fe}^{3+}$ . La buretta contiene 50 mL per cui dopo il primo svuotamento occorre riempire di nuovo la buretta e procedere al secondo svuotamento.**
5. Aprire il rubinetto della buretta in modo che la soluzione di ammoniaca cada sul becher. Inizialmente si osserva la formazione di un precipitato marrone che poi diventa nero per la formazione della magnetite. All'inizio l'agitazione della soluzione deve essere moderatamente vivace (la soluzione non deve comunque schizzare sulle pareti o fuoriuscire dal becher). Successivamente, dopo l'aggiunta di circa 10 mL di ammoniaca, l'agitazione deve essere vigorosa.



**ATTENZIONE. Per le operazioni successive indossare i guanti di protezione**

6. Terminata l'aggiunta di ammoniaca, appoggiare il becher sopra un forte magnete. Si osserva che tutto il solido viene attirato sul fondo. Mantenendo ben saldo il magnete, inclinare il becher in modo da eliminare la soluzione limpida. Allontanare il becher dal magnete e aggiungere 50 mL di acqua per lavare il precipitato. Mettere il becher sull'agitatore magnetico e agitare. Utilizzare di nuovo il magnete per eliminare la soluzione limpida.
7. Ripetere ancora tre volte l'operazione di lavaggio con 50 mL di acqua ogni volta. Agitare bene la soluzione.
8. Togliere l'ancoretta magnetica dalla soluzione. Per fare ciò servirsi di una bacchetta magnetica che va appoggiata all'esterno della parete del becher. L'ancoretta verrà attirata sulla parete interna del becher. Sollevare verso l'alto la bacchetta magnetica in modo che l'ancoretta si avvicini al bordo del becher. Afferrare l'ancoretta prima che venga a contatto con la bacchetta magnetica. Pulire l'ancoretta con carta assorbente. Lavarla poi con acqua.
9. Trasferire la fase solida in un cristallizzatore (servirsi della pruzzetta e di poca acqua per fare scendere tutto il solido nel cristallizzatore). Sempre con l'aiuto del magnete, eliminare di nuovo tutta l'acqua (eventualmente utilizzare la carta da filtro per assorbire l'umidità residua).
10. Mettere il cristallizzatore in stufa e lasciare asciugare il solido.

# Sintesi del Ferrofluido ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

## Materiale occorrente:

- becher di **plastica** (250 mL)
- pipetta graduata da 5 mL
- bacchetta di vetro
- due micro pipette (5 e 10 mL)
- agitatore magnetico e ancoretta magnetica
- magnete (forza di attrazione: 22 Kg)
- navicella da pesata
- **$\text{FeCl}_3$  soluzione 1M in HCl 2M** cloruro di Ferro(III)
- **$\text{FeCl}_2$  soluzione 2M in HCl 2M** cloruro di Ferro(II)
- **$\text{NH}_3$  1M** soluzione in buretta a caricamento automatico
- **$(\text{CH}_3)_4\text{NOH}$  25%** idrossido di tetrametilammonio



## Procedura da seguire

1. Prelevare con una micropipetta **8 mL** ( $\text{Fe}^{3+}$  controllare la taratura a 8 mL) della soluzione 1M di  $\text{FeCl}_3$  e trasferirli in un il becher di **plastica**. Sistemare il becher sull'agitatore magnetico e introdurre una ancoretta magnetica. Agitare con **moderazione**.
2. Sistemare la buretta a caricamento automatico in prossimità del becher in modo che il beccuccio di sgocciolamento sia collocato sopra il becher. Procedere al riempimento della buretta con la soluzione di ammoniaca 1M (**ATTENZIONE: controllare che il rubinetto della buretta sia chiuso**).
3. Prelevare con una micropipetta **2 mL** ( $\text{Fe}^{2+}$  controllare la taratura a 2 mL) della soluzione 2M di  $\text{FeCl}_2$  e versarli nel becher contenente la soluzione di  $\text{FeCl}_3$ . Mantenere in agitazione.

**PRIMA DI PROCEDERE LEGGERE ATTENTAMENTE I PUNTI 4 E 5**

4. Procedere all'aggiunta di **100 mL** della soluzione di ammoniaca. **La soluzione di ammoniaca deve essere aggiunta molto lentamente alla soluzione contenente ioni  $\text{Fe}^{2+}$  e  $\text{Fe}^{3+}$ . L'aggiunta dei 100 mL di ammoniaca deve essere effettuata complessivamente in circa 20 minuti. La velocità di sgocciolamento dovrà quindi essere regolata in modo che ogni dodici secondi cada all'incirca un millilitro (la regolazione va effettuata variando l'apertura del rubinetto). La buretta contiene 50 mL per cui dopo il primo svuotamento occorre riempire di nuovo la buretta e procedere al secondo svuotamento.**
5. Aprire il rubinetto della buretta in modo che la soluzione di ammoniaca cada goccia a goccia sul becher. Controllare l'apertura del rubinetto per rispettare i tempi di sgocciolamento. Inizialmente si osserva la formazione di un precipitato marrone che poi diventa nero per la formazione della magnetite. All'inizio l'agitazione della soluzione deve essere moderatamente vivace (la soluzione non deve comunque schizzare sulle



pareti o fuoriuscire dal becher). Successivamente, dopo l'aggiunta di circa 10 mL di ammoniaca, l'agitazione deve essere vigorosa.

**ATTENZIONE. Per le operazioni successive indossare i guanti di protezione**

6. Terminata l'aggiunta di ammoniaca, togliere l'ancoretta magnetica dalla soluzione. Per fare ciò servirsi di una bacchetta magnetica che va appoggiata all'esterno della parete del becher. L'ancoretta verrà attirata sulla parete interna del becher. Sollevare verso l'alto la bacchetta magnetica in modo che l'ancoretta si avvicini al bordo del becher. Afferrare l'ancoretta prima che venga a contatto con il magnete. Pulire l'ancoretta con carta assorbente. Lavarla poi con acqua.
7. Appoggiare il becher sopra un forte magnete. Si osserva che tutto il solido viene attirato sul fondo. Mantenendo ben saldo il magnete, inclinare il becher in modo da eliminare la soluzione limpida. Allontanare il magnete e aggiungere 50 mL di acqua per lavare il precipitato. Agitare con una bacchetta di vetro. Utilizzare di nuovo il magnete per eliminare la soluzione limpida.
8. Ripetere ancora due volte l'operazione di lavaggio con 50 mL di acqua ogni volta.
9. Aggiungere 20 mL di acqua, agitare la soluzione con una bacchetta di vetro e versarla completamente in una vaschetta grande da pesata (eventualmente servirsi di altra acqua per completare il trasferimento). Posizionare la vaschetta sopra al magnete e eliminare l'ultima acqua di lavaggio (stesso procedimento precedente). Allontanare il becher dal magnete e aggiungere circa **5 mL** della soluzione di idrossido di tetrametilammonio al 25%. Agitare delicatamente con una bacchetta di vetro, per almeno un minuto, in modo da sospendere il solido nel liquido. Avvicinare il magnete sul fondo del becher e muoverlo in senso rotatorio. Persistere in questa operazione.
10. Tenendo ben fermo il magnete, capovolgere il becher per eliminare la fase liquida scura non trattenuta dal magnete. **(Attenzione! Questo liquido nero tende a macchiare tutto. Versarlo subito nell'apposito contenitore di raccolta dei residui. Fare attenzione a non far cadere il ferrofluido. Eventualmente pulire subito con la carta l'attrezzatura con la quale viene a contatto).**
11. Ripetere l'operazione con altri 5 mL di idrossido di tetrametilammonio.
12. Sistemare il magnete sotto il contenitore (tenerlo leggermente distaccato dal fondo). Si dovrebbe osservare il comportamento magnetico e caratteristico del ferrofluido. Se ciò non si osserva, è necessario cercare di eliminare altra soluzione residua. E' una operazione che richiede attenzione. Questo processo di eliminazione della soluzione in eccesso dovrebbe poi portare a visualizzare correttamente il comportamento magnetico.

# Sintesi del Giallo Cobalto ( $K_3[Co(NO_2)_6] \cdot H_2O$ )

## Materiale occorrente:

- quattro becher (250, 150, 100 e 100 mL)
- tre provettoni da centrifuga
- agitatore magnetico e due ancorette magnetiche
- spatola e bacchetta di vetro
- due navicelle da pesata
- cilindro graduato da 50 mL
- tre provettoni da centrifuga
- apparecchiatura per filtrazione a membrana (sul banco dedicato)
- $Co(NO_3)_2$  soluzione 0,3 M nitrato di Cobalto(II) con dosatore da 50 mL
- $CH_3COOH$  glaciale acido acetico (sotto cappa con dosatore da 10 mL)
- $NaNO_2$  nitrito di sodio
- $KCl$  cloruro di potassio

## Procedura da seguire:

1. Pesare in una navicella **15 g** di  $NaNO_2$ . Trasferirli in un becher da 100 mL e aggiungere 30 mL di  $H_2O$  distillata. Aggiungere un'ancoretta magnetica e porre il becher sull'agitatore magnetico. Lasciare in agitazione per sciogliere il sale.
2. Prelevare **30 mL** (controllare la taratura a 30 mL del dosatore) della soluzione di nitrato di cobalto(II) e versarli in un becher da 150 mL. Aggiungere 20 mL di  $H_2O$  distillata. Aggiungere un'ancoretta magnetica e portare il becher sotto cappa unitamente al becher contenente la soluzione di  $NaNO_2$ .

### Operazioni da effettuare sotto cappa.

(**ATTENZIONE:** controllare che il dosatore dell'acido acetico glaciale sia impostato su 2 mL; se necessario girare la ghiera fino a fissare il prelievo a 2mL)

3. Aggiungere **2 mL** di  $CH_3COOH$  glaciale alla soluzione di nitrato di cobalto. Mettere il becher sull'agitatore e agitare.
4. Versare lentamente su questa soluzione la soluzione contenente l' $NaNO_2$ . Si osserva la soluzione che imbrunisce e lo svolgimento di un gas di colore marrone ( $NO_2$ ). Mantenere in agitazione la soluzione per alcuni minuti.

### Operazioni da effettuare nel proprio banco

5. Pesare in una navicella **2 g** di  $KCl$ . Trasferirli in un becher da 100 mL e aggiungere 20 mL di  $H_2O$  distillata. Aggiungere un'ancoretta magnetica e porre il becher sull'agitatore magnetico. Lasciare in agitazione per sciogliere il sale.

6. Recuperare la soluzione sotto cappa e aggiungere 20-30 mL di H<sub>2</sub>O distillata. Versare lentamente su questa la soluzione di KCl e attendere la formazione del precipitato giallo. Agitare ancora per alcuni minuti e successivamente lasciar decantare
7. Trasferire la soluzione nelle 3 provette per centrifuga, bilanciandone i pesi eventualmente con aggiunta di H<sub>2</sub>O (consultare la procedura da seguire).
8. Centrifugare per 4 minuti la soluzione a 4000 rpm. Dopo aver centrifugato i tre provettoni, si osserva il precipitato giallo compattato sul fondo e la soluzione limpida surnatante. Capovolgere i provettoni per versare la soluzione in un becher.
9. Mettere i provettoni in stufa a circa 80 °C e lasciarli fino a che il solido non sia ben asciutto.

# Sintesi del Giallo Cadmio (CdS)

## Materiale occorrente:

- becher (250 mL)
- ancoretta magnetica e bacchetta di vetro
- vetrino da orologio
- micropipetta da 5 mL
- cilindro graduato da 50 mL
- apparecchiatura per filtrazione a membrana (sul banco dedicato)
- termometro
- agitatore magnetico con **piastra riscaldante**
- **Cd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> soluzione 1M** nitrato di cadmio (con dosatore da 10 mL)
- **Na<sub>2</sub>S soluzione contenente 0.1 g per mL** solfuro di sodio

## Procedura da seguire:

1. Prelevare con il dosatore **10 mL** della soluzione di Cd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> e trasferirli in un becher da 250 mL. Ripetere il prelievo di altri **10 mL**. Aggiungere 50 mL di H<sub>2</sub>O distillata e un'ancoretta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico e lasciare in agitazione.
2. Prelevare con la micropipetta **5 mL** della soluzione di Na<sub>2</sub>S (0.1g/mL) e versarli lentamente nel becher contenente la soluzione di Cd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. Si osserva la formazione di un precipitato giallo. Ripetere il prelievo e il versamento altre tre volte in modo che complessivamente vengano aggiunti 20 mL della soluzione di Na<sub>2</sub>S. Al termine dell'aggiunta continuare l'agitazione per 5 minuti
3. Scaldare la soluzione a circa 40-50 °C e poi lasciare decantare la soluzione.
4. Ottenuta la separazione delle fasi, versare in un becher la maggior parte della soluzione facendo attenzione a non versare anche la fase solida.
5. La filtrazione sotto vuoto va effettuata con un filtro a membrana.  
**Chiedere l'assistenza ad un tutor**
6. Filtrare e lavare il precipitato con H<sub>2</sub>O distillata versandola direttamente sulla fase solida .
7. Al termine della filtrazione, recuperare il filtro a membrana con la fase solida e metterlo in un vetrino da orologio.
8. Mettere il vetrino nell'apposito punto di raccolta e lasciarlo fino a che il solido non sia ben asciutto.



# Sintesi del Giallo Cromo ( $\text{PbCrO}_4$ )

## Materiale occorrente:

- due becher (250 e 100 mL)
- ancoretta magnetica e bacchetta di vetro
- micropipetta da 10 mL
- 2 vetrini da orologio
- termometro
- apparecchiatura per filtrazione a membrana (sul banco dedicato)
- cilindro graduato da 50 mL
- agitatore magnetico con **piastra riscaldante**
- **$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  soluzione 0,5 M** nitrato di piombo
- **$\text{K}_2\text{CrO}_4$  soluzione 0,5 M** cromato di potassio (con dosatore da 10 mL)

## Procedura da seguire: Indossare i guanti di protezione

- 1) Prelevare **20 mL** della soluzione di  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  (due prelievi con una micropipetta da 10 mL), trasferirli in un becher da 100 mL e aggiungere 50 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata.
- 2) Prelevare **20 mL** della soluzione di  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  (due prelievi con dosatore da 10 mL) e trasferirli in un becher da 250 mL.
- 3) Aggiungere 50 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata e un'ancoretta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico e lasciare in agitazione
- 4) Versare con cautela la prima soluzione nella seconda e attendere la formazione del precipitato. Mettere il vetrino sul becher e scaldare fino a circa  $50^\circ\text{C}$  mantenendo in agitazione la soluzione per circa 10 minuti.
- 5) Spegnerne l'agitazione e lasciare decantare. Ottenuta la separazione delle fasi, versare in un becher la maggior parte della soluzione facendo attenzione a non versare anche la fase solida.
- 6) La filtrazione sotto vuoto va effettuata con un filtro a membrana. **Chiedere l'assistenza ad un tutor**
- 7) Filtrare e lavare il precipitato con  $\text{H}_2\text{O}$  distillata versandola a più riprese e in piccole aliquote direttamente sulla fase solida.
- 8) Al termine della filtrazione, recuperare il filtro a membrana con la fase solida e metterlo in un vetrino da orologio.
- 9) Mettere il vetrino nell'apposito punto di raccolta e lasciarlo fino a che il solido non sia ben asciutto.



# Sintesi del Giallo Cromo ( $\text{PbCrO}_4$ )

## verifica stechiometrica effettuata da tre studenti

### Soluzioni

- $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  soluzione 0,5 M nitrato di piombo (con dosatore da 10 mL)
- $\text{K}_2\text{CrO}_4$  soluzione 0,5 M cromato di potassio (con dosatore da 10 mL)

### Materiale occorrente per ciascun studente:

- due becher (250 e 100 mL)
- ancoretta magnetica
- bacchetta di vetro
- cilindro graduato da 50 mL
- vetrino da orologio
- termometro
- agitatore magnetico con piastra riscaldante
- apparecchiatura per filtrazione a membrana (sul banco dedicato)

### Quantità da prelevare

STUDENTE	$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ soluzione 0,5 M	$\text{K}_2\text{CrO}_4$ soluzione 0,5 M
1°	10 mL	5 mL (un prelievo da 5 mL)
2°	10 mL	10 mL (due prelievi da 5 mL)
3°	10 mL	15 mL (tre prelievi da 5 mL)

### Procedura da seguire da ciascuna coppia:

#### Indossare i guanti di protezione

1. Prelevare il volume indicato nella tabella della soluzione di  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ . Trasferirli in un becher da 100 mL e aggiungere **50 mL di  $\text{H}_2\text{O}$**  distillata.
2. Prelevare il volume indicato nella tabella della soluzione di  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ . Trasferirli in un becher da 250 mL. Aggiungere **50 mL di  $\text{H}_2\text{O}$**  distillata e un'ancoretta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico e lasciare in agitazione
3. Versare con cautela la prima soluzione nella seconda e attendere la formazione del precipitato. Mettere il vetrino sul becher e scaldare fino a circa **50°C** mantenendo in agitazione la soluzione per circa **10 minuti**. Lasciar decantare. Ottenuta la separazione delle fasi, versare in un becher la maggior parte della soluzione facendo attenzione a non versare anche la fase solida.

4. La filtrazione sotto vuoto va effettuata con un filtro a membrana. Chiedere l'assistenza ad un tutor
5. Filtrare e lavare il precipitato con H<sub>2</sub>O distillata versandola direttamente sulla fase solida.



 Pesare un vetrino e annotare il peso.

6. Al termine della filtrazione, recuperare il filtro a membrana con la fase solida e metterlo nel vetrino da orologio.
7. mettere il vetrino in stufa a circa **80 °C** e lasciarlo fino a che il solido non sia ben asciutto (circa **30 minuti**).
8. Togliere dalla stufa il vetrino contenente il precipitato e lasciarlo raffreddare

 Pesare il vetrino contenente il precipitato e prendere nota del peso.

### QUESITI

#### Lavoro di ciascun studente:

- calcolare il numero di grammi e di moli di **Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>** utilizzati nella reazione
- calcolare il numero di grammi e di moli di **K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>** utilizzati nella reazione
- calcolare il numero di grammi e di moli di **PbCrO<sub>4</sub> che dovrebbero essere ottenuti considerando la reazione completa**
- calcolare il numero di grammi e di moli di **PbCrO<sub>4</sub> che sono stati realmente ottenuti (il filtro a membrana pesa 0,13g)**
- calcolare **la resa della reazione**

#### Lavoro dell'intero gruppo:

Riportare in un grafico il numero di **millimoli di PbCrO<sub>4</sub>** ottenute in funzione del numero di **millimoli di K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>** utilizzate

Commentare il risultato ottenuto.

# Sintesi dell'Arancio Cromo ( $\text{PbCrO}_4 \bullet \text{Pb(OH)}_2$ )

## Materiale occorrente:

- due becher (250 e 100 mL)
- due ancorette magnetiche, bacchetta di vetro e spatola
- cilindro graduato da 50 mL
- 2 vetrini da orologio
- termometro e due gommini salvadita
- micropipetta da 5 mL
- agitatore magnetico con piastra riscaldante
- apparecchiatura per filtrazione a membrana (sul banco dedicato)
- $\text{Pb(NO}_3)_2$  soluzione 0,5 M nitrato di piombo (con dosatore da 50 mL)
- $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  soluzione 0,4 M cromato di potassio
- $\text{NaOH}$  in grani idrossido di sodio

## Procedura da seguire: Indossare i guanti di protezione

1. Prelevare **16 mL** (controllate la taratura del dosatore) della soluzione di  $\text{Pb(NO}_3)_2$  e trasferirli in un becher da 100 mL e aggiungere 50 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata. Coprire il becher con un vetrino e metterlo a riscaldare su un agitatore magnetico con piastra riscaldante. Riscaldare fino a raggiungere la temperatura di circa  $90^\circ\text{C}$ .
2. Con l'uso dei gommini salvadita togliere il becher dall'agitatore magnetico
3. Prelevare con la micropipetta **5 mL** della soluzione di  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  e trasferirli in un becher da 250 mL. Aggiungere 50 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata, **3** grani di  $\text{NaOH}$  (da prelevare con la spatola) e un'ancoretta magnetica. Porre il becher sull'agitatore magnetico con piastra riscaldante, coprirlo con un vetrino e riscaldare fino a circa  $90^\circ\text{C}$ .
4. Con l'uso dei gommini salvadita, togliere i vetrini e versare con cautela la prima soluzione nella seconda mantenuta in agitazione e attendere la formazione del precipitato. Rimettere il vetrino sul becher e lasciare decantare. Ottenuta la separazione delle fasi, versare in un becher la maggior parte della soluzione facendo attenzione a non versare anche la fase solida.
5. La filtrazione sotto vuoto va effettuata con un filtro a membrana.  
**Chiedere l'assistenza ad un tutor.**
6. Filtrare e lavare il precipitato con  $\text{H}_2\text{O}$  distillata versandola direttamente sulla fase solida .
7. Al termine della filtrazione, recuperare il filtro a membrana con la fase solida e metterlo in un vetrino da orologio.
8. Mettere il vetrino nell'apposito punto di raccolta e lasciarlo fino a che il solido non sia ben asciutto.



# Sintesi dello Smaltino $\text{Co}(\text{SiO}_2)_n$

## Materiale occorrente:

- navicella da pesata
- spatola
- mortaio con pestello
- crogiolo metallico
- $\text{CoCO}_3$  carbonato di cobalto
- $\text{SiO}_2$  biossido di silicio/silice
- $\text{K}_2\text{CO}_3$  carbonato di potassio
- $\text{Al}_2\text{O}_3$  ossido di alluminio/allumina

## Procedura da seguire:

**ATTENZIONE:** Le sostanze da utilizzare possono essere pesate in successione utilizzando una navicella e azzerando la tara dopo ogni aggiunta. In alternativa, si può pesare la singola sostanza nella navicella e trasferirla direttamente dentro il mortaio prima di procedere alla successiva pesata utilizzando la stessa navicella.

1. Pesare le seguenti quantità:

$\text{SiO}_2$	<b>3,25 g</b>
$\text{K}_2\text{CO}_3$	<b>1,10 g</b>
$\text{Al}_2\text{O}_3$	<b>0,25 g</b>
$\text{CoCO}_3$	<b>0,90 g</b>

2. Trasferire le sostanze nel mortaio, macinare e amalgamarle con cura con il pestello.
3. Aggiungere con una pipetta graduata 2,5 mL di acqua distillata e amalgamare di nuovo molto bene, utilizzando il pestello, fino a che tutto il solido si sia inumidito.
4. Trasferire l'impasto amalgamato nel crogiolo metallico.

**La prossima operazione richiede molta cura e attenzione.**

**Deve essere eseguita in presenza e con la collaborazione del personale tecnico. Devono essere indossati: camice; occhiali di sicurezza; guanti con isolamento termico. Il contenitore deve essere posto nella muffola preriscaldata a  $860^\circ\text{C}$  e poi recuperato. Per l'introduzione del contenitore e il suo recupero si usano le apposite pinze**

5. Sistemare il crogiolo nella muffola e lasciarlo per 30 minuti
6. Preparare un becher da 1000 mL e riempirlo con acqua

7. Con la stessa attenzione utilizzata in precedenza, aprire la muffola e con l'uso delle pinze prendere il crogiolo e immergerlo direttamente nell'acqua.
8. Il pigmento vetroso si frammenterà (fare attenzione a non disperderlo nell'acqua). Recuperare il crogiolo (e, eventualmente, i frammenti e trasferire il contenuto sopra un foglio di carta assorbente. Asciugare il pigmento ottenuto con carta assorbente. Metterlo nell'apposito apparecchio di frammentazione.
9. Quando si è accumulata una quantità sufficiente di pigmento (4-5 sintesi) mettere in funzione l'apparecchio di frammentazione e lasciarlo in funzione fino a completa polverizzazione del pigmento.

# Sintesi del Blu Egiziano $\text{CaCuSi}_4\text{O}_{10}$

## Materiale occorrente:

- navicella da pesata
- spatola
- mortaio con pestello
- crogiolo di ceramica
- pipetta graduata da 5 mL
- $\text{CaCO}_3$  carbonato di calcio
- $\text{SiO}_2$  biossido di silicio/silice
- $\text{NaHCO}_3$  idrogenocarbonato di sodio
- $\text{CuCO}_3\text{Cu}(\text{OH})_2$  malachite /carbonato idrossido di rame

## Procedura da seguire:

**ATTENZIONE:** Le sostanze da utilizzare possono essere pesate in successione utilizzando una navicella e azzerando la tara dopo ogni aggiunta. In alternativa, si può pesare la singola sostanza nella navicella e trasferirla direttamente dentro il mortaio prima di procedere alla successiva pesata utilizzando la stessa navicella.

1. Pesare le seguenti quantità:

$\text{SiO}_2$	<b>3,01 g</b>
$\text{NaHCO}_3$	<b>0,40 g</b>
$\text{CuCO}_3\text{Cu}(\text{OH})_2$	<b>0,87 g</b>
$\text{CaCO}_3$	<b>0,73 g</b>

2. Trasferire le sostanze nel mortaio, macinare e amalgamarle con cura con il pestello.
3. Aggiungere con una pipetta graduata **2,5 mL di acqua** distillata e amalgamare di nuovo molto bene, utilizzando il pestello, fino a che tutto il solido si sia inumidito.
4. Trasferire l'impasto amalgamato nel crogiolo di porcellana.

**La prossima operazione richiede molta cura e attenzione.**

**Deve essere eseguita in presenza e con la collaborazione del personale tecnico. Devono essere indossati: camice; occhiali di sicurezza; guanti con isolamento termico. Il contenitore deve essere posto nella muffola preriscaldata a  $860^\circ\text{C}$  e poi recuperato. Per l'introduzione del contenitore e il suo recupero si usano le apposite pinze**

5. Sistemare il crogiolo nella **muffola** e lasciarlo per 60 minuti

6. Con la stessa attenzione utilizzata in precedenza, aprire la muffola e con l'uso delle pinze prendere il crogiolo e appoggiarlo nella retina di refrattario, lasciarlo raffreddare e, tenendolo fermo con le pinze di ferro macinare con un pestello la sostanza che ha un aspetto granuloso. La macinazione deve limitarsi alla frammentazione dei grumi di solido che si possono essere formati. Rimettere il crogiolo nella muffola e lasciarlo per altri 60 minuti.
7. Togliere il crogiolo dalla muffola e lasciarlo raffreddare.
8. Mettere il pigmento nell'apposito apparecchio di frammentazione.
9. Quando si è accumulata una quantità sufficiente di pigmento (4-5 sintesi) mettere in funzione l'apparecchio di frammentazione e lasciarlo in funzione fino a completa polverizzazione del pigmento.

# Sintesi del Giallo di Zinco ( $\text{ZnCrO}_4 \cdot \text{Zn(OH)}_2$ )

## Materiale occorrente:

- due becher (50 mL)
- 2 ancorette magnetiche e bacchetta di vetro
- navicella da pesata
- pinzetta
- imbuto di vetro, anello con morsetto, beuta di raccolta
- micropipetta tarata a 1,5 mL (prelievo di NaOH 6M)
- micropipetta tarata a 5 mL (prelievo di  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  0,5 M)
- pipetta graduata da 5 mL con propipetta
- agitatore magnetico
- $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  solfato di zinco-acqua (1/7)
- $\text{K}_2\text{CrO}_4$  soluzione 0,5 M cromato di potassio
- NaOH 6M idrossido di sodio

## Procedura da seguire: Indossare i guanti di protezione

1. Pesare in una navicella **3,3 g** di  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ . Trasferire il sale in un becher da 50 mL e aggiungere 5 mL di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata prelevata con la pipetta graduata. Aggiungere un'ancoretta magnetica e porre il becher sull'agitatore magnetico. Lasciare in agitazione fino a completo scioglimento del sale.
2. Prelevare **5 mL** della soluzione di  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  (con la micropipetta tarata a 5 mL) e trasferirli in un becher da 50 mL. Porre il becher sull'agitatore magnetico, aggiungere un'ancoretta magnetica e lasciare in agitazione
3. Versare con cautela la prima soluzione nella seconda. Si osserva la formazione del precipitato giallo.
4. Aggiungere alla soluzione **1,5 mL** di NaOH 6M per rendere basica la soluzione e mantenere in agitazione per circa 10 minuti.
5. Preparare l'apparato per la filtrazione su imbuto.
6. Filtrare cercando di portare tutto il precipitato nel filtro servendosi eventualmente di poca acqua. Lavare il precipitato con poca acqua  $\text{H}_2\text{O}$  distillata versandola direttamente sulla fase solida.
7. Al termine della filtrazione, recuperare il filtro con la fase solida, usando una pinzetta, e metterlo in un vetrino da orologio.
8. Mettere il vetrino nell'apposito punto di raccolta e lasciarlo fino a che il solido non sia ben asciutto.