

KIMIKA INORGANIKOKO PRAKTIKAK

KIMIKA-FAKULTATEA

DONOSTIA

1. PRAKTIKA

PAPER-KROMATOGRAFIA

OHARRAK:

Praktika honetan garbitasuna eta txukuntasuna ezinbestekoak dira prozedura osoan zehar. Kromatografi paperari goiko aldetik bakarrik heldu behar zaio eta gainazal garbi baten gainean jarri.

EZTABAIDA:

Banaketa kromatografikoa, kontrakorronteko banaketa-teknika da; solutua fase higikor eta fase geldikorraren artean banatzearen arabera banaketa-teknika, hain zuzen. Fase geldikorra, ura, euskarri batean mantentzen da, edozein solido hidratatutan alegia; silize-geletan edo zelulosatan, esate baterako. Praktikan, normalean, kalitate oneko iragazpapera erabiltzen da. Disolbatutako osagaiak banantzeko erabiltzen den disolbatzaileari eluitzaile deritzo. Banaketa-prozesuari lerradura deritzo. Solutuen eluitzailearekiko higidura R_f -ren balioaren bidez neurtzen da.

$$R_f = \frac{\text{solutuaren higidura-abiadura}}{\text{disolbatzailearen higidura-abiadura}}$$

Disolbatzailearen konposizioa, bereziki ur-edukina, kritikoak dira.

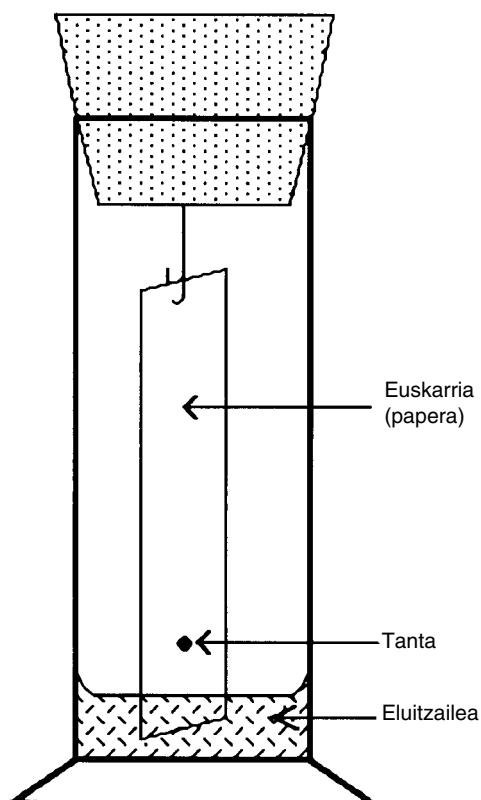
PROZEDURA:

Kloruro, bromuro eta ioduroaren banaketa:

250 ml-ko probeta batean 25 ml azetona eta 5 ml ur nahasten dira. Estalkia jartzen zaio, baina gero paper kromatografikoa zintzilik jartzeko modua eskaintzen duen estalki bat (adibidez gako-forma duen alambre bat) (Ikus irudia).

Paper-zerrenda irakasle arduradunak eskuratuko dizu (1 zenbakiko Whatman kalitateko iragazpapera). Ahalik eta garbitasun handienaz erabili behar da iragazpapera, beti paperezko orri baten gainean jarri eta ahalik eta gutxien helduz eta goiko aldetik bakarrik, hau da, gero estalkitik zintzilikatzeko erabiliko den lekutik bakarrik, ondoko irudian ikus daitekeenez.

Kapilarra erabiliz, jarri analizatu nahi den disoluzioko bi tanta paperaren mutur batean (hedatutakoan, 0,5 cm diametro baino gutxiagoko zirkulua osatzeko moduan) eta lehortzen utzi. (Aurrez saio batzuk egin iragazpaper arrunta erabiliz).



Paper-zerrenda probetaren estalkian zintzilikatu, tantak eluitzailearen gainazala baino 1 cm gorago geratu behar du. Arkatzaz markatu tantaren posizioa paperaren ertzean marratxo bat eginez eta airean utzi lehortzen.

Paper-zerrenda estalkitik zintzilikatu eta probetan sartu honen paretak ez ukitzen saiatuz. Utzi kromatogramari lerratzen, eluitzailea ia goiko ertzeraino heldu arte. Atera orduan papera, markatu arkatza noraino heldu den eluientea eta lehortzen utzi airean.

Presta itzazu 200 ml ur distilatu bero prezipitatu-ontzi batean eta zilar nitratoa erloju-beira batean. Kromatograma lehor dagoenean, segundo batzuez zilar nitratozko disoluziotik pasatzen da eta soberan dagoena galtzeko 20 bat segundoz ur berotan ikuzten da. Ondoren, aldeztu aurretik H_2S -tan asetako azetonatik pasatzen da papera, kromatograma ikuskorra egiteko helburuz. Ur berotan ikuzi pixka batez eta lehortzen utzi.

Azkenik, orban bakoitzaren R_f balioak neurtu eta kromatograma irakasleari erakutsi.

ARIKETAK:

- 1.– Aurkitutako R_f balio desberdinak arrazoitu, kromatograman zein haluro-ioi higitu den azkarren eta zergatik adieraziz.
- 2.– Nola egiazta daiteke fluoruro-ioia bertan dagoen ala ez?
- 3.– Zeintzuk dira AgNO_3 eta H_2S -arekin gertatzen diren erreakzioak?
- 4.– Zergatik jartzen da azetona- eta ur-nahastea?
- 5.– Egin ezazu kimikan erabiltzen diren metodo kromatografikoen deskribapena.

2. PRAKTIKA

IOI-TRUKAKETAREN KROMATOGRAFIA

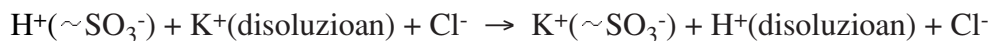
OHARRAK:

Praktika honetan behar-beharrezkoa da oso kromatografi zutabe homogenoa prestatzea eta ainerik sar ez dadin, likido-maila beti betegarriaren gainetik mantentzea.

EZTABAIDA:

Teknika hau fase solido geldikor baten eta beste fase likido higikor baten arteko ioi-trukaketa itzulgarrian oinarritzen da. Fase geldikorra oinarri polimeriko bati lotutako talde ionizagarriek osatzen dute eta hauek dira ioi-trukaketan parte hartuko dutenak. Erretxina hauek bi eratakoak izan daitezke:

- a) “Azidoak” deiturikoeak, H^+SO_3^- bezalako taldeak izaten dituzte oinarri polimerikoari lotuak eta katioi-trukaketako erretxinak edo erretxina kationikoak ematen dituzte. Honela jokutzen dute:



Honela lortzen da K^+ ioia atxikitzea.

- b) “Basikoak” deiturikoeak, $\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{OH}^-$ bezalako taldeak izaten dituzte oinarri polimerikoari lotuak eta anioi-trukaketako erretxinak edo erretxina ionikoak ematen dituzte. Honela jokutzen dute:



Honela lortzen da Cl^- ioia atxikitzea.

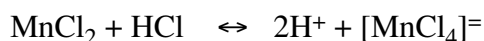
Erretxinaren kargadun talde guztiak kontrako kargako ioiekin elkartuta egongo dira noski, neutraltasun elektrikoa mantentzeko.

Ioi-trukaketazko kromatografiaren erabilgarritasuna, erretxinak ioi desberdinekiko duen afinitate desberdinaren arabera izango da. Adibidez, IA eta IIA taldeetako ioiekiko afinitatea txikiagotu egiten da erradio ionikoa txikitzean: $\text{Mg}^{2+} < \text{Ca}^{2+} < \text{Sr}^{2+} < \text{Ba}^{2+}$ eta gauza bera gertatzen da anioiekin ere: $\text{F}^- < \text{Cl}^- < \text{Br}^- < \text{I}^-$.

Joera espero zitekeenaren kontrakoa bada ere, erraz uler daiteke ur-disoluzioan benetan daudenak, ioi hidratatuak direla eta hauen erradioa taldean jaistean txikiagotu egiten dela kontutan hartuz.

Trantsizio-metalen ioien banaketa.

Esperientzia honetan Cr(III), Mn(II) eta Fe(III) ioiak, dagokien tetraklorokonplexu bihurtzen dira azido klorhidrikoaren eraginez. Ingurune honetan trantsizio-metal askoren haluroak klorokonplexu anioniko bihurtzen dira. Adibidez:



Espezie hauek erretxina anioniko batean trukatzeko-erreakzioak dituzte. Eluitzaile moduan erabiltzen den HCl-aren kontzentrazioa jaistean, konplexuak hautsi egiten dira eta katioi hidratatuak osatzen dituzte, zeinak zutabearen atxikiak geratzen ez diren; eluitu egiten baitira:



Katioi desberdinen eluzio-ordena, konplexuen egonkortasun erlatiboaren arabera izango da eta, beraz, egonkortasun horien ordenaren hurbilpen bat emango digu.

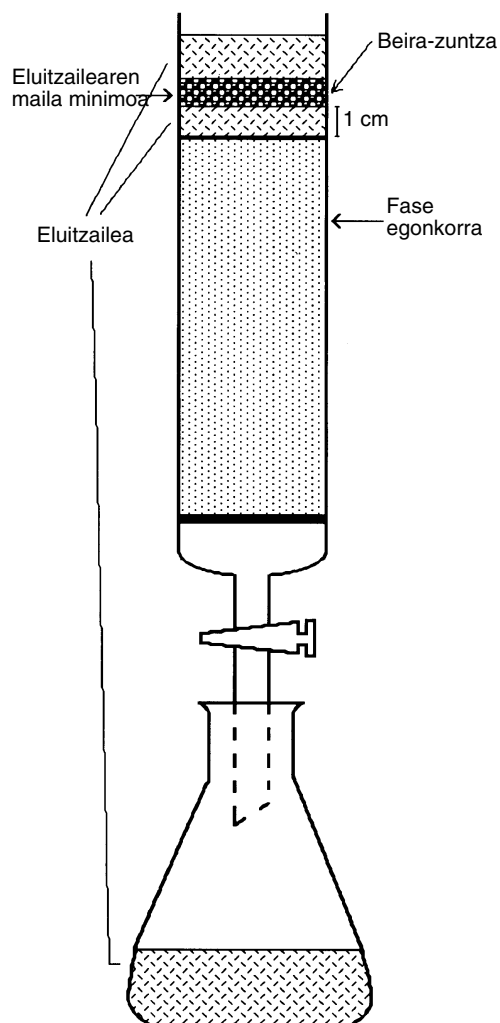
PROZEDURA:

Murgildu 100 ml erretxina anioniko 100 ml ur distilatutan eta gau osoan utzi trukaketa eraginkorra izateko erretxina puztu edo handiagotu dadin. Hurrengo egunean kontu handiz dekantatu soberan duen ura.

Ondoren, kromatografi zutabea prestatu (ikus irudia) honela jokatu: jarri zutabea euskarri batean eta erdiraino bete ur distilatuz. Jarraian erretxina hezea goilaraz erantsi, poliki, grabitatez eror dadin. Erretxina guztia zutaberatu ondoren, beira-zuntza jarri erretxinaren gainazala baino 1 cm gorago.

Ondorengo urratsetarako OSO GARRANTZITSUA da likidoaren maila beti erretxinaren gainetik mantentzea. Horregatik, erabiliko ditugun disoluzioak likido-maila beira-zuntzaren erdi-parera heltzean erantsiko ditugu.

Eluitzailearen fluxu-abiadura 1-2 ml/min-koa izango da.



Lehenengoz, HCl 9M-aren 100 ml-ko frakzioa isuriko da erretxina kloruro formara pasatzeko. Ondoren, banandu behar diren ioiak dituen disoluzioa, hau da, 0,27 g $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, beste 0,27 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ eta 0,20 g $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 6 ml HCl 9M-tan disolbatuz lortzen dena erantsi. Jarraian, beste 25 ml HCl 9M erantsi zutabea eta eluitzailearen lehen frakzioa biltzen hasi.

Bigarren urratsean eluitzaile-aldaketa egingo da, oraingoan HCl 3M izango baita, eta honetatik 50 ml pasaraziko dira. HCl 3M hau eranstean biltzeko ontzia aldatu egingo dugu, kolore berdeko bigarren frakzioa bildu ahal izateko.

Bukatzeko berriro ere aldatu egingo dugu eluitzaile: HNO_3 0,5M-etik 50 ml-ko bi frakzio pasaraziko ditugu. Lehenengo frakzioarekin eluzio-likidua kolore horiska hatzen joango da eta hau izango da bilduko dugun hirugarren frakzioa. HNO_3 -aren bigarren frakzioa isurtzean, laugarren frakzioa biltzen hasiko gara oraingoan guztiz horia.

HNO_3 guztia pasatu ondoren, ur distilatua pasatzen segitu, eluitzailea kolorega izatera heldu arte.

Banaketa bukatu ondoren, zutabea betegarria birgaitu egin behar da eta horretarako NaOH-zko % 4eko disoluzioaren 100 ml pasaraziko dira beti ere abiadura beraz. Eluitzaile guztia pasa denean, zutabea hustu eta erretxina ur distilatutan utzi.

PROBA ANALITIKOAK:

- Jarri hiru saioditan 1 ml $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1M, $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 0,1M eta $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,1M hurrenez hurren eta erantsi bakoitzari NaOH-zko % 4eko disoluzioaren tanta batzuk. Ikus ezazu hauspeakinik sortzen den, eta hala balitz, NaOH soberan erantsi berriz disolbatzeko.
- Presta itzazu beste hiru saiodi (a) atalean bezala eta 0,1M den KSCN-zko disoluzioaren tanta batzuk erantsi. Ondorioak aztertu.
- Kromatografian bildutako lau frakzioetatik mililitro bana jarri lau saioditan eta aztertu NaOH-zko disoluzio asea eranstean zer gertatzen den.

d) Presta itzazu beste lau saioidi (c) atalean bezala eta aztertu 0,1M den KSCN-zko disoluzioa eranstea zer gertatzen den.

Froga analitikoak burutu ondoren, frakzio bakoitzean dauden ioiak zeintzuk diren ondorioztatu ahal izango da. Amaitzeko, froga analitikoak irakasleari erakutsi.

ARIKETAK:

- 1.– Zergatik erabili da erretxina anionikoa banandu nahi direnak katioiak badira?
- 2.– (a) eta (b) froga analitikoetako emaitzak. Aztertutako hiruren artean ba al dago ioi anfoterorik?
- 3.– (c) eta (d) froga analitikoen emaitzak.
- 4.– Zeintzuk dira kromatografian bildutako frakzio bakoitzean agertzen diren ioiak?
- 5.– Zergatik erabiltzen da HCl 3M bigarren eluitzaile moduan?
- 6.– Zergatik erabiltzen da HNO₃-zko disoluzioa ondoren?
- 7.– Azaldu ikusitako eluzio-ordena.
- 8.– Adierazi metodo hau hiru ioiak banantzeko zenbateraino den erabilgarri.

3. PRAKTIKA

ALUMINOTERMIAREN BIDEZKO SILIZIOAREN LORBIDEA DIOXI-DOTIK ABIATUZ

OHARRAK:

Dioxidoak erreakzioan zehar 2.000°C-ko tenperatura erdiesten du. Arragotik irteten diren partikula goriak arriskutsuak dira eta beraz, zertxobait aldentzea beharrezkoa da. Horrexegatik egin behar da praktika hau nahitaez airetan, leku irekian.

Ondoren, ura eransteako, lanerako bitrinara sartuko dugu; H₂S ugari (gas pozoitsua da) askatzen baitu.

EZTABAIDA:

Helburua, silizioa lortzea da, bere oxidoa erreduzituz (SiO₂-a, harearen osagai nagusia da). Oxido hau oso egonkorra da termodinamikaren ikuspuntutik (ΔG oso negatiboa), baina are eta ere oxido egonkorragoa (ΔG are negatiboagoa) duen elementu baten aurrez aurre jarritz, SiO₂-aren oxigenoa beste elementu horrekin konbinatu ahal izango da. Gure kasuan elementu hori aluminioa izango da (Jo ezazu testuren batera Ellingham-en diagramak kontsultatzeko). Termodinamikaren ikuspuntutik Al₂O₃-a, SiO₂-a baino egonkorragoa bada ere, tenperatura jakin bat erdietsi beharko da erreakzioa zinetikoki bideragarria izan dadin.

PROZEDURA:

Nahastu almaritzean harea, honen pisua adina aluminio-hauts eta 1,2 aldiz pisua azufre-hauts, espatularekin ondo nahastuz. (Egin nahastea arretaz, almaritza paper baten gainean jarritz, aluminio-hautsa laborategi osora barreia ez dadin). Jarri nahastea irakasleak emango dizun arrago erregogorrean eta mahaiaren gainean kolpe txikiak eman trinkotu dadin.

Arragoko nahastea erretzen hasteko, paper nitratzeko zerrenda bat erabiltzen da drunda edo metxa moduan (paper hori prestatzeko, iragazpaper-zerrenda bat potasio nitratozko disoluzio kontzentratuan murgildu eta ondoren airean lehortzen utzi). Drunda arragoaren hondoraino sartu ahal izateko, bildu ezazu beirazko hagatxo mehe bat paperarekin, paperaren beheko muturra tolestuz, hagatxoa arragoan sartzean, papera berarekin hondoraino eraman dezan. Hau lortu ondoren, nahikoa da paperaren kanpoko muturrari eutsi eta hagatxoa ateratzea. Honela, paperezko tutu bat izango dugu nahastearen barruan (kanpoko aldeak tutu-formarik ez izateak ez du garrantzirik) eta tutu honetan barrena magnesio-hautsa sartuko dugu Al/S nahastearen azaleraino espatula batez lagunduz. (Ez dio axola zerrendaren alderdi guztiak magnesioz zikintzea; aitzitik, erraztu egingo du erretzen hastea).

Arragoa honela prestatu ondoren, irakaslearengana jo piztu aurretik eta toki irekian piztu. Masa osoa erretzen hasiko da eta bukatutakoan, heldu arragoari matxarda luzeak erabiliz eta kolpe leunak eman gainazal gogor baten kontra, masa urtu guztia arragoaren hondoan bil dadin. (Kontu izan kanporantz salto egin dezaketen material urtuaren zipristinekin). Arragoa hoztutakoan, hautsi eta bildu bertan dagoen produktu guztia.

Arragoaren hondoko zatia da bereziki aberats siliziotan (distira metalikoa dela eta, ikus daiteke hori) eta komeni da aparte hartzea. Silizio-zatia, HCl pixka batez azidotutako eta iturriko urez betetako ontzi batean bitrinan jarri; H_2S -zko gasak askatzen baitira. (Lortutako gainerako produktua zakarrontzira bota daiteke). Silizioa gainerakoetatik banandu denean, espatulaz hartu eta HCl kontzentratua duen ontzi ertain batean jarri eta berotu.

Beharrezkoa dela ikusiz gero, aldatu azido klorhidrikoa eraso erabatekoa izan dadin eta guztia hauts bihurtzen denean erreakzioa amaitutzat jo dezakegu. Ondoren, solidoa ikuzi behin eta berriro iturriko urez eta iragazi. Labean lehortu, pisatu, etekina kalkulatu eta irakasleari erakutsi.

ARIKETAK:

- 1.– Idatzi eta komentatu aluminoteknian eta purifikazioan gertatu diren erreakzio guztiak.
- 2.– Kalkula itzazu substantzia errakzionatzaileen mol-kopurua eta lortutako balioak azaldu.
- 3.– Kalkula ezazu erabilitako SiO_2 -arekin egindako erredukzio aluminotermikoan askatutako beroa. Zergatik erabili dira aluminioa eta sufrea soberan?
- 4.– Zeintzuk dira azken produktuak izan ditzakeen ezpurutasunak? Zeintzuk dira uretan disolbagarri? Zeintzuk dira azido klorhidrikotan disolbagarri? Zeintzuk geratzen dira disolbatu gabe?
- 5.– Lortutako silizioaren pisua. Eragiketaren etekina, azken produktua purutzat joz.

4. PRAKTIKA

WOLFRAMIOAREN LORBIDEA, EZPURUTASUNAK DITUEN BERE GATZ BATETIK ABIATUZ

OHARRAK:

Azido eta amoniako kontzentratuekin egin beharreko eragiketak bitrina barruan egin behar dira.

EZTABAIDA:

Praktika honen helburua, wolframioa duen mineral batetik (scheelitatik, hain zuzen) wolframio metalikoa lortzea da. Prozesuak bi atal ditu: hezea lehenengoa, zeinetan zenbait tratamenduren ondorioz (azidoak eta basikoak) wolframato bat isolatzen baita, eta lehorra bestea, zeinetan tenperatura altutan, metala lortuz erredukzioa burutzen baita.

PROZEDURA:

Banaketa-metodoak, ongi xehetutako mineralaren eta azido klorhidrikoaren arteko erreakzioan du oinarria. Hondakin disolbaezinean geratuko da wolframioa, $\text{WO}_3 \cdot x \text{H}_2\text{O}$ forman. Azken hau amonio hidroxidotan disolbatzen da amonio wolframatoa emateko eta hone-tatik, kaltzinazioz lehenengo eta erredukzioz ondoren, wolframioa erauzten da.

Hasierako produktua 50 ml azido klorhidriko kontzentratuz tratatzen da, orduerdiz emeki berotuz eta amaieran irakinaraziz. Orduan hozten utzi, 100 ml ur gutxi gora-behera erantsi eta ponparen laguntzaz iragazi. Produktu solidoa, 6M den HCl-zko 50 ml-z ikuzi, gatz disolbagarri guztiak erauzteko.

Produktu solidoa bitrinan tratatu amoniako kontzentratuz (50 ml-rekin nahikoa izango da, noski) eta irakin arte berotu, amonio wolframatoaren formazioa errazteko. Disoluzioa iragazi bitrinaren barruan, inbutu arrunta erabiliz. Iragazia kapsula batean bildu eta lehortu arte lurrindu kontzentratzeko; beroketa emeki gertatzen dela zaindu proiektzioak sahiesteko.

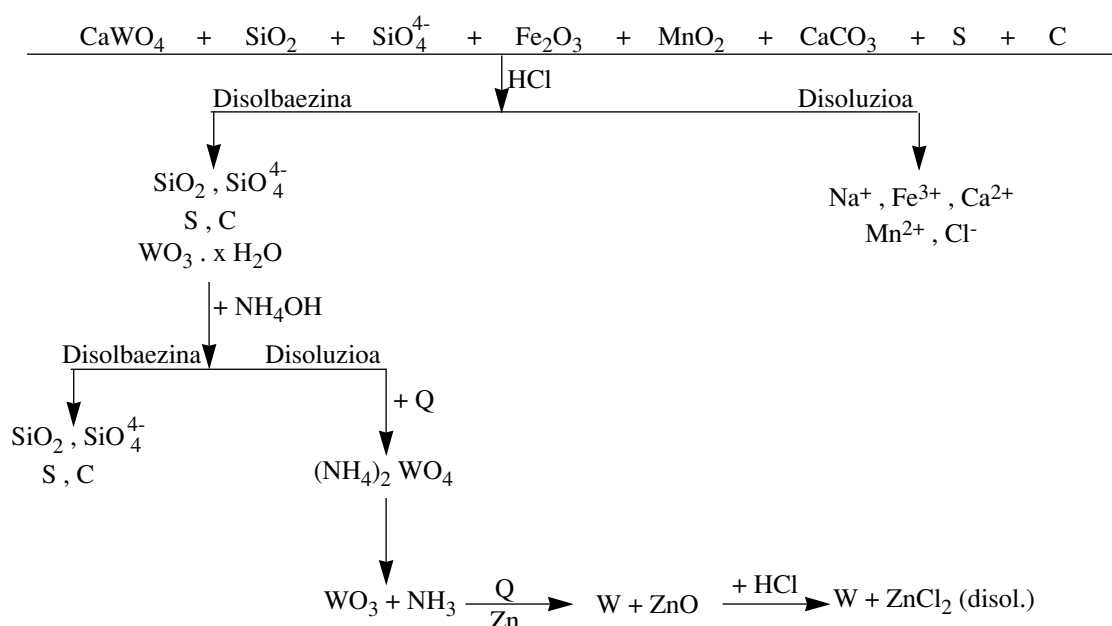
Geratzen den solidoa arragora (irakasleari eskatu) pasa eta kaltzinatu, hasteko, bitrina barruan, zuzenean metxeroan jarriz eta ondoren, labean, gutxi gora-behera 400°C-tan (kontrol-agintea 3. posizioan), lortutako wolframatoak amoniakoa gal dezan. Horrela lortzen da wolframio oxidoa (kolorez horia).

Ondorengo urratsean, oxido hori erreduzitu egingo dugu zink metalikoa erabiliz (ikus 3. praktikako eztabaida). Horretarako wolframio oxidoa bere pisua halako hiru zink-hautsarekin nahastuko dugu; xehetu, ondo nahastu eta arragoa labean jarri 600°C inguruko tenperaturan

(kontrol-agintea 4. posizioan). Minutu batzuk pasa ondoren, atera arragoa labetik, espatulaz eragin eta berriro ere sartu minutu batzuetarako.

Azken produktua ontzi batera pasako dugu eta azido klorhidriko kontzentratua erantsi-ko diogu erredukzioaren azpiproduktuetatik garbitzeko. Bukatzeko eta beharrezkoa bada, berriro ere berotu daiteke eraso amaitzeko. Ondoren uretan diluitu, ponparen laguntzaz iragazi eta urez ondo garbitu. Lortutako hauts beltz-urdinska da wolframioa. Pisa ezazu, etekina kalkulatu eta irakasleari erakutsi.

Hauxe litzateke prozesuaren organigrama:



WOLFRAMIOAREN EGIAZTAPENA:

Bideetako bat W_2O_5 -aren kolore urdina da. Ontzi txiki batean eta bitrinan lortutako wolframioaren kantitate txiki bati azido klorhidriko pixka batez eta eztainu-puska batez erasoko diogu. Berotu, eraso gertatzen dela ziurtatzeko. Baldintza hauetan urdinu egin beharko litzateke.

ARIKETAK:

- 1.– Adieraz ezazu praktikan gertatzen diren erreakzioak zeintzuk diren.
- 2.– Kalkula ezazu praktikaren etekina, hasierako mineralaren purutasuna CaWO_4 -tan % 60koa zela kontsideratuz.
- 3.– Adieraz ezazu wolframioaren egiaztapenean gertatzen diren erreakzioak zeintzuk diren. Adieraz ezazu egiaztapena egiteko erabil daitekeen beste bideren bat.
- 4.– Deskriba ezazu WO_3 -aren tenperatura altuko erredukzioaren prozesua termodinamikaren ikuspuntutik. Kontsulta itzazu Ellingham-en diagramak oxidoentzat eta adierazi beste zein erreduktore erabil zitekeen eta zergatik.

5. PRAKTIKA

BaCl₂·2H₂O-aren LORBIDEA

OHARRAK:

Arragoa hoztu ondoren, bertan dagoena uretan disolbatzeko eta azido klorhidrikoarekin erasotzeko, arragoa bitrinan sartuko dugu; H₂S gasa (gas pozoitsua) askatzen baita.

EZTABAIDA:

Helburua, bario sulfatotik abiatuz (hau da, naturan dagoen baritina izeneko mineraletik abiatuz), bario kloruro dihidratatua lortzea da. Horretarako, egurrikatza erabiliko dugu sulfurora erreduzitzeko. Sortzen den solidoa azido klorhidrikoz erauziko dugu eta gatza (BaCl₂), disolbagarria, kontzentrazio-prozesu arruntari jarraituz kristalduko da. Ioi amankomuna dela eta, HCl-a erantsiz txikiagotuko dugu bere disolbagarritasuna.

PROZEDURA:

Arragoentzako labea piztu, itzalita baldin badago (4. posizioa). Pisatu 7 g bario sulfato eta 3,5 g egurrikatz (biak xehe-xehe eginda eta nahastuta almaritzean). Jarri nahastea arragoan eta ikatz-geruza batez estali. Arragoa bera estali orain, beste arrago bat estalki moduan jarri eta labera sartu. Utzi ordu t'erdi gori dagoela.

Arragoa labetik atera eta hoztu ondoren, bere edukina 60 ml ur irakinen gainera isuri (bitrinan) eta irakiten mantendu. Denbora gutxi barru, 10 ml HCl kontzentratu erantsi eta segi bitrina barruan berotzen H₂S guztia askatu arte. Horrela dela egiaztatzeko, berun azetatozko disoluzioan bustitako iragazpapera erabiliko dugu.

Utzi hozten eta ponparen laguntzaz iragazi. Iragazpapera pasa duen hauspeakinik baldin badago, iragazitakoa berriro berotu eta likidoa dekantatu (berriro ere iragazteko saioa egin daiteke). HCl pixka bat gehiago erantsi eta bolumena pixka bat txikiagotu disoluzioak ase itxura hartu arte (beirazko hagaska disoluziora sartu eta ateratzean, geruza batez estaltzen da). Hozten utzi. HCl kontzentratu tanta batzuk erantsi eta irabiatu. Sortu diren kristalak iragazi, ponpaz lehortu, pisatu, etekina kalkulatu eta irakasleari erakutsi.

PROBA ANALITIKOAK:

Lortutako produktuaren kristal batzuk ur distilatutan disolbatu eta disoluzio hori bi saioditan banatu; egiazta itzazu ondorengo ioiak eta komenta itzazu emaitzak:

Kloruro-ioia: AgNO_3 tanta batzuk erantsi. Amoniakoa erantsi.

Bario-ioia: H_2SO_4 diluituzko tanta batzuk erantsi.

KRISTALIZAZIO-URA:

Kalkula ezazu kristalizazio-uraren portzentaia lortutako gatzean. BaCl_2 hidratatuak ura galtzen du 100°C -tan berotuz gero eta gatz anhidroa egonkorra da tenperatura altutan. Deshidratatu ondoren pisatu gatz eta egin kalkuluak.

ARIKETAK:

- 1.– Idatzi eta komentatu praktikan zehar gertatu diren erreakzio guztiak.
- 2.– Zergatik erabiltzen da ikatza? Zein beste substantzia erabil zitekeen eta zergatik? Abantailak eta desabantailak? (Kontsulta ezazu libururen batean metal-erazketaren gaia; Gutierrez Ríos-en liburuan, adibidez)
- 3.– Zergatik estaltzen da arragoa labean?
- 4.– Kloruro-ioiaren frogan, zein da amoniakoa eranstea gertatzen den erreakzioa?
- 5.– Zein da koordinazio-uraren eta kristalizazio-uraren arteko diferentzia?

6. PRAKTIKA

POTASIO NITRATOAREN LORBIDEA KRISTALIZAZIO FRAKZIONATUAREN BIDEZ

EZTABAIADA:

Praktika hau bi gatz-bikoteen tenperatura desberdinetako disolbagarritasunaren arteko diferentzian oinaritzen da. NaNO_3 eta KCl konposatuetatik abiatuko gara eta hauek disolbatuz, lau ioi lortuko ditugu, lau gatz desberdin hauspeatzeko aukera izango dugularik. Lau gatz hauen disolbagarritasunak desberdinak izanik, hauetariko bat (disolbagarritasunik txikienekoa) lortu ahal izango dugu eta ahalik eta puruen lortzen saiatuko gara.

PROZEDURA:

Abiaturuko gatza sodio nitratoa da. Hau, bere pisua halako 1,2 pisuko ur distilatutan disolbatuko dugu, irakin arte berotuz. Erantsi orain sodio nitratoaren pisuaren halako 2/3 potasio kloruro, pixkanaka-pixkanaka eta irabiatuz.

Segitu irakinez eta disoluzioa kontzentratzen, disoluzioa hasierako bolumenaren erdira etorri arte. Baldintza hauetan, eta irakiten ari dela ere bai, sodio klorurozko hauspeakin kristalino zuria lortuko dugu.

Komeni da disoluzioa irakite-tenperaturan iragaztea eta horretarako, buchner inbutua eta kitasatoa berotu egingo ditugu irakiten ari den, ura behin eta berriro bertatik pasaraziz. Berehala, eta kitasatoa hutsik eta ur-ponpara konektatuta dagoela, iragazi disoluzioa irakiten ari dela. Iragazia ontzi batera pasa berehala eta izotz-bainu batean hoztu.

Bestetik bildu itzazu hauspeaketa egiteko erabili den ontzian geratu diren kristalak eta buchnerrean daudenekin elkartu. Kristal hauek pisatu aurretik, huts-ponpaz eta ondoren labean lehortu; etekina kalkulatu eta gorde.

Izotz-bainuan sortutako kristalak ere iragazi eta kloruro-ioirik dagoen egiaztatzeko saiakuntza egin. Ur distilatutan disolbatutako gatz-kantitate txiki bati, zilar nitratozko disoluzio baten tanta batzuk eransten zaizkio. Berriro ere birkristalizatu, horretarako kloruro nahikorik baldin badago (erakutsi irakasleari saiakuntza), ahalik eta ur bero gutxiena erabiliz eta deskribatu ditugun urratsei jarraituz. Azkenean, kristalak ponpaz lehortu, pisatu, etekina kalkulatu eta irakasleari erakutsi, lehenago lortutakoekin batera.

ARIKETAK:

- 1.– Idatzi eta eztabaidatu potasio nitratoa lortzeko prestatu den erreakzioa.
- 2.– Egin ezazu taula bat KCl, NaNO₃, KNO₃ eta NaCl gatzen 0°C eta 100°C-ko disolbagarritasunak adieraziz. Datu hauek erabiliz grafiko bat egin.
- 3.– Zein da disolbatzen zailena 100°C-tan? Nolakoa izango litzateke erreakzioa laneko baldintzetan eta tenperatura horretan?
- 4.– Zein da KCl eta NaNO₃ gatzien kontzentrazioa hasierako disoluzioetan eta 100°C-tan, 100 ml ureko gatz-moletan adieraziz? Zein da gatz horien kontzentrazioa disoluzio aseetan eta tenperatura horretan? Zein da kontzentrazioen arteko erlazioa, eta zergatik?
- 5.– Zein ur-bolumen behar da 100°C-tan disoluzioa KNO₃-tan asea edo saturatua egoteko, etekina % 100ekoa dela kontsideratuz?
- 6.– 12,5 ml ur geratu arte lurrinduz gero, zenbat NaCl geratuko litzateke 100°C-tan disolbatuta? Egin ezazu kalkulu bera 20 ml-raino lurrintzen dela suposatuz.
- 7.– 12,5 ml-raino lurrindutako disoluzioa 100°C-tan iragazi eta 0°C-raino hozten bada, zenbat KNO₃ eta NaCl hauspeatuko da? Egin ezazu kalkulu bera 20 ml-raino lurrintzen dela kontsideratuz. Alderatu emaitzak.
- 8.– Zergatik komeni da lurrintze-tenperaturan iragaztea?
- 9.– Lehenengo iragazketan lortutako kristalen pisua. Zein substantzia da?
- 10.– Bigarren iragazketan lortutako kristalen pisua. Zein substantzia da?
- 11.– Zein da eragiketaren etekina?

7. PRAKTIKA

BURDIN ETA ZINK-NAHASTEAREN BANAKETA, OXIDOAK OSATUZ

OHARRAK:

Praktika honen lehen partean abiaburuko nahasteari azido sulfuriko eta nitrikoz erasoko diogu eta urrats hori bitrinaren barruan burutu behar da.

EZTABAIDA:

Praktikaren helburua zink eta burdinazko nahastea metodo kimiko batez banatzea da, eta horretarako, bi metal hauen hidroxidoak erraz banatu ahal izatea aprobetxatuko dugu. Ondoren, oxidoak osatu eta hauek erreduzitu egingo ditugu bi metalak banatuta izateko.

PROZEDURA:

Burdin eta zink-nahastea 250 ml-ko kapsulan jarri eta bertara erantsi nahastearen pisuaren halako zortzi den % 30eko azido sulfurikoa. Azidoa pixkanaka-pixkanaka erantsi eta emeki berotu, lurrintzen den ura erantsiz. Gas gehiagorik askatzen ez denean, 150 ml ur erantsi kapsulari itsatsita geratu den hondakina disolbatzeko eta berriro emeki berotu, orain ere gasik askatzen ez den arte eta lurrintzen den ura erantsiz.

Erasoa amaitutakoan, kapsularen edukina iragazi eta iragazia 400 ml-ko ontzi batean jaso.

Iragaziari 5 ml azido nitriko kontzentratuz eta berotan eraso, eta ondoren, 5 minutuz irakin azido nitrikozko soberakina guztiz desagertarazteko.

Disoluzio hotza uretan diluitu 250 ml-ko bolumenera iritsi arte, eta orduan, 15M den sodio hidroxidozko 75 ml erantsi pixkanaka-pixkanaka eta irabiatuz. Disoluzio hau orduerdiz irakiten mantendu, beti ere irabiatuz, bapateko irakite-kolperik gerta ez dadin. Hozten eta osatu den hauspeakin nabarra hondoratzen utzi. Dekantatu eta iragazi inbutu arrunta eta iragazpaper berezia (irakasleari eskatu) erabiliz. Iragazia gorde.

Hauspeakin lehorra kapsula batera pasa eta metxeroarenugarretan zuzenean jarritz kiskali. Lortutako solidoa hoztu, pisatu, etekina kalkulatu eta gorde.

Aurreko urratsean bildutako iragazia, azido klorhidriko kontzentratua pixkanaka erantsiz neutralizatu, pH-a 7 eta 8 artekoa izan arte. Horrela lortutako hauspeakin zuriari 5 minutuz irakinarazi. Hozten eta hondoratzen utzi, ondoren dekantatu eta buchner batez iragazteko.

Hauspeakin hau ere, metxeroarenugarretan zuzenean jarritako kapsula batean kiskali, pisatu, etekina kalkulatu eta irakasleari erakutsi, aurretik lortutako hauspeakinarekin batera.

ARIKETAK:

- 1.– Erabilitako azido sulfuriko kontzentratuaren bolumena. Erabilitako % 30eko azido sulfurikoaren bolumena. Zenbatekoa da bere molaritatea?
- 2.– Zergatik erabiltzen da azido sulfuriko diluitua? Zer gertatuko litzateke kontzentratua balitz?
- 3.– Idatzi eta doitu erreakzio guztiak.
- 4.– Zein da azido nitrikoaren papera?
- 5.– Erabilitako sodio hidroxidoaren pisua.
- 6.– Lortutako burdin hauspeakinaren pisua kiskali ondoren. Zein da bere konposizioa? Etekina kalkulatu.
- 7.– Sodio hidroxidoa eranstearen ondorioz, Fe^{3+} eta Zn^{2+} banatu egiten dira. Zein da banaketa honen oinarria?
- 8.– Zink-hauspeakinaren pisua kiskali ondoren. Zein da bere konposizioa?

8. PRAKTIKA

MANGANESO KLOORURO TETRAHIDRATATUAREN LORBIDEA, MANGANESATIK ABIATUZ

OHARRAK:

Praktika honen lehen partean, bitrina barruan egin behar den muntaia erabili behar da.

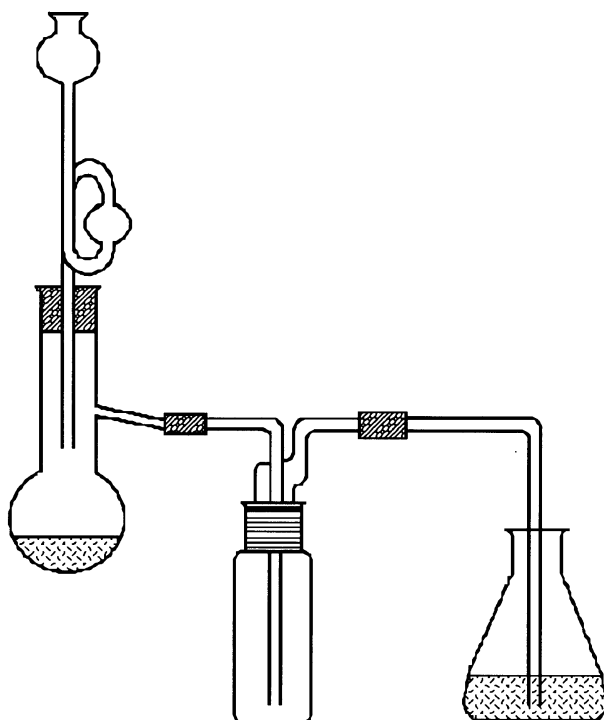
EZTABAIDA:

Praktikaren helbura manganeso-konposatu bat lortzea da, abiaburuko produktua MnO_2 izanik eta produktu honek beti burdin konposatuak dituela eta hauek ere hasierako erasoan erreakzionatu egingo dutela jakinik. Horregatik purutze-prozesua burutu egin beharko dugu praktikan burdina hori desagertarazteko.

PROZEDURA:

Jarri abiaburuko produktua 250 ml-ko distilazio-matraze batean eta ihesbideko hodia lotu flasko ikuzle huts batekin; flasko honen ihesbide-hodia beste hodi ukondotu batez luzatu eta hau 500 ml-ko erlenmeyer bateraino eraman, bertan % 5eko sodio karbonatozko disoluzioaren 300 ml daudela.

Ikus irudiko muntaia:



Matrazea elikatzeke inbutu batez zeharkatutako tapoi batez estali eta inbutu horretatik erantsi hasierako managaneso dioxidoaren pisua adina azido klorhidriko kontzentratu pixkanaka-pixkanaka. Erreakzioa abiarazteko emeki berotu metxeroaz eta eraso mantendu kloro gehiagorik ez askatu arte.

Utzi matrazeko edukina hozten eta ontzi batera isuri, uraren laguntzaz, hondakin solidak garraiatuz. Buchner batean iragazi eta bildu alde batetik solidoa (labean lehortu eta pisatu) eta bestetik iragazia, ontzi batera pasatuz.

Disoluzio honek ezpurutasunak ditu eta hauen artean burdina da nabarmenena. Banatzeko, 4M den amonio hidroxidozko disoluzioa erantsiko diogu pH-a 5 ingurukoa izatera heldu arte. Horrela, burdina hauspeatzea lortuko dugu. Irakin hauspeakina trinkotzeko eta iragazi.

Iragazi honi sodio karbonatozko disoluzio ase erantsi, $\text{pH} = 9$ izatera heldu arte (gutxi gora-behera). Disoluzioa iragazi eta iragazian egiaztatu hauspeaketa osorik burutu dela (karbonatozko disoluziotik pixka bat gehiago erantsi). Hauspeakina zenbait alditan urez ikuzi.

Lortutako hauspeakina ontzi txiki batean disolba ezazu azido klorhidriko kontzentratuz, horretarako, ahalik eta azido-kantitaterik txikiena erabiliz (azido-soberakinik izan ez dadin).

Metxeroan zuzenean jarri disoluzioa lurrintzen, berau ase arte (hagatxoa disoluzioan sartutakoan, hauspeakina lotzen zaio). Utzi hozten eta azido sulfurikozko lehorgailuan sartu kristaldu arte.

Produktu solido hau berriro ere kristaldu daiteke beharrezkoa bada. Horretarako ponpaz iragaziko dugu eta ahalik eta ur beroko kantitaterik txikienean disolbatuko. Utzi lehorgailuan hozten. Azkenean iragazi, lehortu ponparen laguntzaz eta lehorgailuan utzi. Pisatu, etekina kalkulatu eta irakasleari erakutsi.

PROBA ANALITIKOAK:

Disolba itzazu ur distilatuz manganeso kloruro tetrahidrtatuzko kristal batzuk saiodi batean eta disoluzio hau beste lau saioditan banatu, guztietan kantitate bera jarritz. Ondorengo urratsak burutu:

- Lehenengo saiodian jar itzazu 0,1M den sodio hidroxidozko disoluzioaren tanta batzuk.
- Bigarrenean, sodio sulfurozko disoluzio batean tanta batzuk jarri.
- Hirugarren saiodiari potasio ferrozianurozko disoluzio baten tanta batzuk erantsi.
- Laugarren saiodiari zilar nitratozko disoluzio baten tanta batzuk erantsi.

Kasu bakoitzean lortutako emaitzak ikusi eta oharrak idatzi.

ARIKETAK:

- 1.– Zein bolumen azido klorhidriko kontzentratu erabili beharko litzateke teorikoki, hasierako produktuaren purutasuna MnO_2 -tan % 70ekoa balitz?
- 2.– Prozeduran gertatzen diren erreakzio guztiak idatzi, doitu eta komentatu.
- 3.– Zergatik erabiltzen da sodio karbonatozko disoluzio kontzentratua mangesaren erasoan askatutako gasak jasotzeko?
- 4.– Lehen iragazketan lortutako hauspeakinaren pisua.
- 5.– Nola prestatzen dira % 15eko kontzentrazioa duen sodio karbonatozko disoluzioaren 400 ml?
- 6.– Zein da amonio hidroxidozko eta sodio karbonatozko hauspeakinen helburua?
- 7.– Lortutako manganeso-gatzaren pisua.
- 8.– Prozeduraren etekina hasierako produktuaren purutasuna MnO_2 -tan % 70ekoa dela suposatuz.
- 9.– Zergatik ez da gatza berotuz lehortzen?
- 10.– Froga analitikoetan gertatzen diren erreakzioak idatzi eta doitu, lortutako emaitzak azalduz.

9. PRAKTIKA

BURDINA(II) SULFATO HEPTAHIDRATATUAREN LORBIDEA

EZTABAIDA:

Helburua, gatz bat prestatzea da, horretarako, metalari, prestatu nahi dugun gatzari dagokion azidoz erasoko diogularik. Hasierako metala lan-baldintzetan erreakzionatzen ez duen beste batekin elkartuta eskuratzen saiatu gara, esperimentutik ondorio didaktikoak ateratzeko moduan egon gaitezen.

PROZEDURA:

Jarri tripode ganean amianto-zko sarea eta bertan distilazio-matraxe bat. Matrazean abiaburuko produktua jarriko dugu, hau da, burdin eta kobre-nahastea, eta pisan % 20ko kontzentrazioa duen azido sulfuriko diluituaren 70 ml-z erasoko diogu. Azido hau oso pixkaka erantsi behar da segurtasun-inbutu bat erabiliz eta matraxe aldi berean metxeroan emeki berotuz.

Bertan askatzen den hidrogenoa flasko ikuzle huts baten bidez erlenmeyer bateraino eramane. Erlenmeyerrean, iodoa eta potasio ioduroa jarriko ditugu ihesbideko hodia estaltzeraino iristeko moduan. 8. praktikan agertzen den irudiaren arabera egin muntaia. Erreakzioa bere horretan mantendu, burdinak guztiz erreakzionatu arte. Orduan desegin muntaia eta matraxe hozten utzi.

Jarri saiodi batean iodo/ioduro disoluzioaren lagin bat eta zink-txirbila eta azido klorhidriko pixka bat erantsi. Ikusi emaitzak. Erlenmeyerrean geratu den disoluzioaren gainerakoa hasierako botilara itzul daiteke.

Matrazeko edukina buchner batean iragazi eta geratzen den solidoa labean lehortu eta pisatu.

Iragazia ontzi batean jaso, burdinazko iltze bat erantsi eta ur-bainutan kontzentratzen jarri, bolumena, burdina (II) sulfato heptahidratatuaren ur hotzetako disoluzio ase bati legokiokeen bolumenaren erdia izatera heldu arte (jo ezazu tauletara disolbagarritasunaren balioak kontsultatzeko). Disoluzioa hozten utzi kristaltzeko, edo beharrezkoa bada, gehiago kontzentratu. Lortutako kristalak banatzeko iragazi, ponparen laguntzaz lehortu eta pisatu. Etekin kalkulatu eta irakasleari erakutsi.

PROBA ANALITIKOAK:

Disolba itzazu saiodi batean lortutako gatzaren kristal batzuk ur distilatua erabiliz eta lau zati gutxi gora-behera berdinak egin lau saioditan.

- a) Lehenengo saiodiari, bario klorurozko tanta batzuk erantsiko dizkiogu.
- b) Bigarrenari sodio hidroxidozko tanta batzuk erantsi eta berotzen jarri. Ondoren erantsi sodio hidroxidoa soberan.
- c) Hirugarrenari, sodio sulfurozko tanta batzuk erantsiko dizkiogu.
- d) Laugarrenari potasio ferrozianurozko tanta batzuk erantsi.

Ikus itzazu saiakuntza bakoitzaren emaitzak eta oharrak idatzi.

ARIKETAK:

- 1.– Zergatik disolbatzen du azido sulfuriko diluituak burdina eta ez kobrea? Azido kontzentratua erabiliz gero, gauza bera gertatuko al litzateke?
- 2.– Burdinari egindako erasoari dagokion erreakzioa idatzi eta komentatu.
- 3.– Erabilitako azido sulfuriko kontzentratuaren bolumena.
- 4.– Zergatik ez du kolorerik galtzen iodoak askatutako hidrogenoarekin eta bai aldiz, zinka eta azido klorhidrikoa erantsitakoan? Idatz itzazu erreakzioak.
- 5.– Erreakzio-matrizeko disoluzioa iragazitakoan geratzen den solidoaren pisua.
- 6.– Zein da burdinazko iltzearen papera burdina(II) sulfatozko disoluzioan? Idatz itzazu erreakzioak.
- 7.– Zein izango litzateke burdina(II) sulfatozko ur-disoluzioaren pH-a? Zergatik?
- 8.– Azal ezazu froga analitikoetan ikusitakoa, dagozkien erreakzioak idatziz.

10. PRAKTIKA

ALUMINIO KLOORURO HEXAHIDRATATUAREN ETA SODIO SULFATO DEKAHIDRATATUAREN LORBIDEAK

OHARRAK:

Praktikaren lehen partea, hau da, hasierako erasoa eta ondorengo muntaia, bitrinaren barruan egin behar dira.

EZTABAIDA:

Ondorengo hauek dira praktikaren helburuak:

- a) Tentsio-taulako ordenazioa egiaztatzea.
- b) Hezetasunarekiko sentikorra den susbstantzia bat ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ -a izango da kasu honetan) isolatzea, kasu horretarako egokia den teknika erabiliz.
- c) Hidrato batzuen propietateak aztertzea, horretarako $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ -a erabiliz.

PROZEDURA:

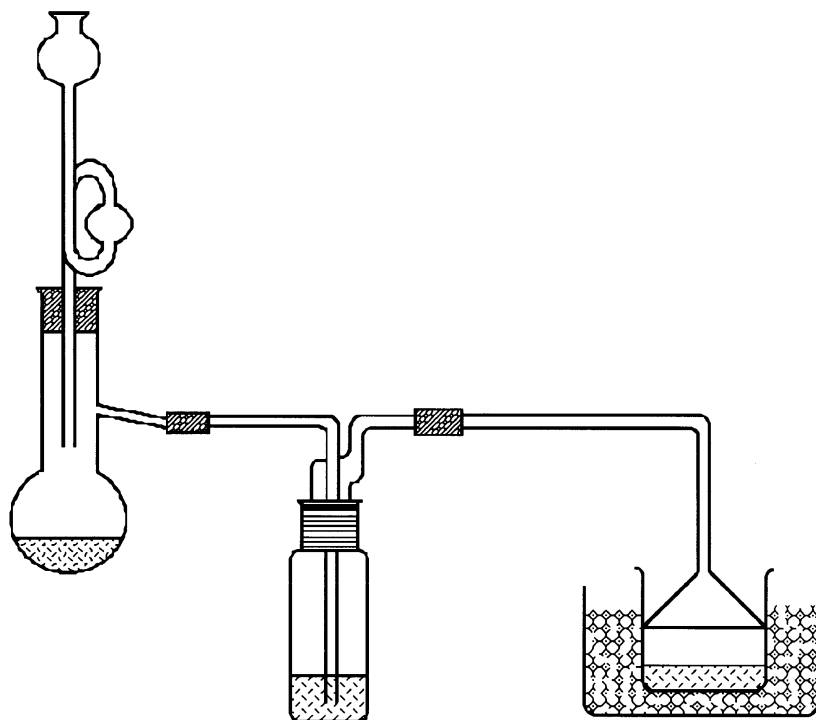
Abiaturuko produktua aluminioa da eta berau, 250 ml-ko kapsula batean jarri eta bere pisua halako hogeitabost azido klorhidriko kontzentratuz erasoko diogu, azidoa pixkanaka erantsiz (erasoa hobeto burutzen da azido diluituarekin kontzentratuarekin baino, baina azken hau erabiliko dugu ondorengo kristalizaziorako HCl-zko disoluzio asean behar delako) eta azkenik, emeki berotu aluminio guztiak erreakziona dezan.

Lortutako disoluzioa iragazi eta lortutako solidoa labean lehortu, pisatu eta gorde.

Iragazia 400 ml-ko ontzi batera aldatu. Lortu nahi den gatzaren higroskopikoa dela eta, disoluzio hau kaltzio klorurozko lehorgailura sartuko dugu. Irudiko muntaia prestatu eta likidoaren gainean jarri inbutu bat buruz behera. Muntaia hau bitrinaren barruan egin behar da.

Jarri matrazean 30 g sodio kloruro eta gasetarako flasko ikuzlean azido sulfuriko kontzentratua. Atera disoluzioa lehorgailutik eta izotz eta gatzeko bainu batean sartu, irudian agertzen den bezala kokatuz.

Segurtasun-hodian zehar H_2SO_4 kontzentratua pixkanaka eransten joan, erreakzioaren estekiometriari dagokiona 1,2 aldiz erantsi arte. Gehiegi berotu ez dadin kontuz ibili.



Horrela, aluminio klorurozko disoluzioa hidrogeno kloruroz ase egingo da eta hexahidratoaren kristalizazioa gertatuko da.

Lortutako kristalak iragazi, guztiz ondo xukatu eta, ondoren, kaltzio klorurozko lehorgailuan lehortu. Kristalak lehortu ondoren, pisatu, etekina kalkulatu eta gorde.

Erreakzio-matrizean gelditzen dena, behar den ura erabiliz disolbatu eta disoluzioaren hamarrena 250 ml-ko ontzi batera intsuldatu. Disoluzio hau neutralizatzeko, sodio karbonatozko disoluzio ase erantsiko diogu frakzio txikitik, disoluzioaren pH-a neutroa izatera heldu arte.

Solidorik geratzen bada, inbutuz iragazi eta iragazia ontzi batean bildu. Kontzentratu, lortu nahi den produktua kristaltzeko eta hozten utzi. Lortutako kristalak buchner batean iragazi eta lehortu, lehenengo huts-ponpa erabiliz eta ondoren, kaltzio klorurozko lehorgailuan sartuz. Lehor daudenean, pisatu, etekina kalkulatu eta irakasleari erakutsi aurretik lortutako $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ -zko kristalekin batera.

Jarri kristalen parte bat saioidi batean eta sartu saioidi hori ura duen ontzi batera. Matxar-da batez eutsi, saiodiak hondoa uki ez dezan. Bainua poliki berotu bitartean, kristalei so egin eta ikusi likidoa saiodian zein tenperaturatan agertzen den.

Tenperatura hau hidratoa sortzen denekoa puntua da.

PROBA ANALITIKOAK

Aluminio kloruro kristalduaren lagin bat disolbatu ur distilatuz saiodi batean; hiru frakzio gutxi gora-behera berdin egin eta ondorengo frogak burutu:

- a) Lehenengo frakzioari zilar nitratozko disoluzio-tanta batzuk erantsi. Ondoren, amoniakoa soberan erantsi.
- b) Bigarren frakzioari amoniako diluituzko tanta batzuk erantsi eta ondoren soberan, eta berotu.
- c) b) urratsa errepikatu, baina oraingoan sodio hidroxidoa erabiliz.

Begiratu saiakuntza bakoitzean gertatutakoa eta oharrak idatzi.

ARIKETAK:

- 1.– Aluminioari erasotzeko erabili den azido klorhidriko kontzentratuaren bolumena.
- 2.– Azido klorhidrikoarekin erreakzionatu ez duen solidoaren pisua.
- 3.– Lorbidean gertatu diren erreakzio guztiak idatzi, doitu eta komentatu.
- 4.– Zergatik burutzen da aluminio kloruroaren kristalizazioa hidrogeno klorurozko atmosferan?
- 5.– Lortutako aluminio kloruro hexahidratatuzko kristalen pisua.
- 6.– Eragiketaren etekina $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ -arekiko, abiaburuko produktuan aluminioa % 70 dela kontsideratuz.
- 7.– Sodio kloruroari erasotzeko erabili den azido sulfurikoaren bolumena eta pisua.
- 8.– Lortutako sodio sulfato dekahidratatuzko kristalen pisua.
- 9.– Eragiketaren etekina $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ -arekiko.
- 10.– Zein da hartu duzun aldaketa-tenperatura?
- 11.– Adierazi xehetasun guztiekin hidratoen aldaketa-tenperatura.
- 12.– Proba analitikoetan hartutako ohar guztiei dagozkien erreakzioak idatzi eta azaldu.

11. PRAKTIKA

ZENBAIT KOBRE-GATZEN LORBIDEA

EZTABAIDA:

Praktika honetan, kobre matalikotik abiatuz eta honi, bere oxidazio-potentziala gainditzeko baldintza egokitan erasoz, gatz bakun bat, $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$, gatz bikoitz bat, $(\text{NH}_4)_2\text{Cu}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ eta kobre-konplexu bat, $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ lortzea dira helburuak.

PROZEDURA:

Jarri abiaburuko kobrea distilazio-matraxe batean eta egin 8. praktikako muntaia, erlenmeyerrean, % 10ekoa den sodio hidroxidozko disoluzioaren 100 ml jarritz.

Kobreari erasotzeko 12M den azido sulfuriko 40 ml erabili.

Azido sulfurikoa frakzio txikitan erantsi segurtasun-inbutuan zehar eta bitartean, matraxe metxeroan jarri berotzen.

Erasoa amaitu ondoren, erlenmeyerra gorde; bere edukinarekin aurrerago proba analitikoak egingo baititugu. Utzi matraxe hozten, 80 ml ur erantsi eta iragazi, iragazia bilduz. Iragazia kontzentratu zuzenean berotuz, kobre sulfato pentahidratatuzko ur hotzetako disoluzio aseari legokiokeen bolumenaren erdia baino gutxigo izatera haldu arte (jo disolbagarritasun-tauletara). Kontzentrazio hau burutu bitartean, ke zuri trinkoa (SO_3) askatzen bada, kontzentrazioa bitrinan bukatu. Hozten utzi kristaltzen hasteko. Behar baldin bada, pixka bat gehiago kontzentratu.

Lortutako kristalak buchner batean iragazi eta ponpaz lehortu. Iragazia aldiz, berriro ere kontzentratu kristal gehiago lortzeko. Kristal hauek ere aurrekoak bezala iragazi eta lehortu eta bi txandetako pisuak batu eragiketa osoaren etekina kalkulatzeko.

Lehenengo kristalizazioan lortutako kristalak pisu ezaguneko hiru frakziotan banantzen dira. Horietako bat erlenmeyer batean jarri eta amoniakotan disolbatu, kobre-gatzean % 25eko kontzentrazioa eta amoniakotan % 10eko kontzentrazioa duen disoluzioa lortzeko. Disoluzio honi, bere bolumenaren gutxi gora-behera halako alkohol etiliko bolumena erantsi. Erlenmeyerra estali eta orduerdiz izotz-bainuan jarri. Kolore urdin sendoko produktu bat (kobre-konplexua) lortuko dugu; iragaz ezazu eta ondoren, lehenengo ponpaz eta gero airean edo lehorgailuan lehortu. Lehortu denean pisatu, etekina kalkulatu eta gorde.

Kobre sulfatozko kristalen beste frakzio bat uretan disolbatuko dugu eta amonio sulfatoa erantsiko diogu, kobre-gatzean % 28,5eko kontzentrazioa eta amonio sulfatotan % 15eko

kontzentrazioa duen disoluzioa lortzeko. Pixka bat berotu beharra dago gatzaren guztizko disoluzioa lortzeko. Ur-bainuan hoztutakoan kristal urdinak lortuko ditugu (kobre-gatz bikoitza). Iragaziz banandu eta ponpaz edo lehorgailuz lehortu. Lortutako etekina kalkulatu eta irakasleari erakutsi, aurretik lortutako beste bi gatzekin batera.

PROBA ANALITIKOAK:

Ondorengo probak egin erlenmeyerrean daukagun disoluzioarekin:

- a) Iodo-disoluzio batera tanta batzuk bota.
- b) Azido sulfurikoz azidotutako potasio permanganatozko disoluzio batera tanta batzuk bota.
- c) Azido sulfuriko kontzentratua erantsi.

Disolba itzazu ur distilatutan lortutako hiru kobre-gatzen kristal batzuk hiru saioditan. Disoluzio bakoitza beste hiru frakziotan zatitu eta ondorengo saiakuntzak burutu:

- a) Disoluzioen kolorea alderatu.
- b) Amoniako-disoluzioaren tanta batzuk erantsi eta kolore-aldaketak alderatu.
- c) Potasio iodurozko disoluzioaren tanta batzuk erantsi.
- d) Bario klorurozko disoluzioaren tanta batzuk erantsi.

Proba bakoitzean lortutako emaitzak aztertu eta oharrak hartu.

ARIKETAK:

- 1.– Kobre ez litzateke azido sulfuriko diluitutan disolbatuko, baina azido sulfuriko kontzentratutan disolbatu egiten da. Zergatik?
- 2.– Idatz itzazu hiru gatzen prestakuntzan gertatzen diren erreakzio guztiak eta labur komentatu.
- 3.– Lortutako kobre sulfato pentahidratatuzko kristalen pisua.
- 4.– Eragiketaren etekina abiaburuko produktua kobre purua dela suposatuz.
- 5.– $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ konplexuaren prestakuntzan erabilitako amoniako kontzentratuaren eta uraren bolumenak.
- 6.– Zein da alkohol etilikoaren papera?

- 7.– $(\text{NH}_4)_2\text{Cu}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ -aren lorbidean erabilitako amonio sulfatoaren pisua eta ur-bolumena.
- 8.– Lortutako tetramin konplexuzko kristalen pisua.
- 9.– Eragiketaren etekina $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ -arekiko.
- 10.– Lortutako gatz bikoitzezko kristalen pisua.
- 11.– Eragiketaren etekina $(\text{NH}_4)_2\text{Cu}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ -arekiko.
- 12.– Anhidrido sulfurosozko disoluzio alkalinoarekin egindako probetan ikusitakoari dagozkion erreakzioak idatzi eta azaldu.
- 13.– Egin taula bat proba analitiko bakoitzean gatz bakoitzarekin lortutako emaitzak agertuz.
- 14.– Egindako probetan hiru gatzek izandako portaera idatzi eta azaldu.
- 15.– Zeintzuk dira sulfato bikoitzezko eta sulfato konplexuzko disoluzioetako ioiak? Adieraz itzazu gatz bikoitzaren eta gatz konplexuaren arteko diferentziak.

12. PRAKTIKA

MOHR GATZAREN, $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ -aren, LORBIDEA

OHARRAK

Praktika honetan hidrogenoa askatzen da. Hidrogenoa sukoia da eta oxigenoarekin nahastuta baldin badago (nahaste detonatzailea) leherketa arriskutsua gerta daiteke. Hori dela eta, lehen urratsak bitrinan burutu behar dira.

EZTABAIDA:

Praktika honen helburua gatz bikoitz bat lortzea da, baina Fe^{2+} erraz oxidatzea saihesteko prozedura bat erabiliz (kontsulta itzazu tentsio-taulak).

PROZEDURA:

Abiaturuko burdinari 1M den azido sulfurikoz erasoko diogu burdinaren pisuaren halako 30 azido sulfuriko erabiliz. Erasoa azkartzeko berotu eta erasoan zehar bolumena mantentzen dela zaindu (bolumena mantentzeko ur distilatua erantsi noizean behin). Bitartean azido beraren 50 ml neutralizatu behar den amonio hidroxido kontzentratua eta metil laranja tanta batzuk indikatzaile gisa erabiliz.

Burdinari egindako erasoa bukatzen denean, iragazi eta ontzia eta iragazpapera urez ikuzi disoluzio guztia garraia dezan. Iragazia ontzi batera intsuldatu eta amonio hidroxidoz neutralizatutako disoluzioa erantsi. Disoluzio hau lurrinketaz kontzentratu (hasieran zuzenean eta hasierako bolumenaren erdia heltzen denean, ur-bainu batean produktu solidoaren proiektzioak saihesteko) disoluzioaren liskatasuna handitzen ari dela ikusi arte. Orduan hozten utzi interesatzen zaigun gatz bikoitza kristaltzen hasi arte.

Lortutako kristalak iragaziz banandu eta beharrezkoa bada, birkristaldu, 5 ml azido sulfuriko 1M eta ahalik eta ur-kantitaterik txikiena erantsiz eta irakitera eramanez. Hozten utzi eta lortutako kristalak berriro iragazi. Ponpaz eta gero airean utziz lehortu. Pisatu, etekina kalkulatu eta irakasleari erakutsi.

ARIKETAK:

- 1.– Zer gertatuko litzateke azido sulfuriko kontzetratua hotzean erabiliz? Eta berotan?
- 2.– Zergatik eransten da azido sulfuriko diluitua?

- 3.– Zergatik erabiltzen da metil laranja eta ez beste indikatzailearen bat?
- 4.– Zein da gatz bikoitzaren eta gatz konplexuaren arteko diferentzia?
- 5.– Mohr gatzaren garrantzia.
- 6.– Lortutako kristalen pisua. Etekina kalkulatu.
- 7.– Zein da gatz honen eta burdin eta amonio-alunbrearen (14. praktika) arteko diferentzia nagusia?

13. PRAKTIKA

ZINK- ETA AMONIO-GATZ BIKOITZAREN, $(\text{NH}_4)_3\text{ZnCl}_5$ -aren, LOR-BIDEA

OHARRAK:

Praktika honetan hidrogenoa askatzen da; hidrogenoa sukoia da eta oxigenoarekin nahastuta baldin badago (nahaste detonatzailea) leherketa arriskutsua gerta daiteke. Hori dela eta, lehen urratsak bitrinan burutu behar dira.

PROZEDURA:

Jarri kapsula batean abiaburuko produktua (zink-granaila) eta zinkaren pisuaren halako hamar azido klorhidriko 6N erantsi. Erasoak aurrera egin ahala, ur pixka bat erantsi paretetan behera solidorik ez geratzeko eta bukaeran emeki berotu, gas gehiagorik ez askatu arte. Orduan hozten utzi kristaltzeko eta beharrezkoa bada, izotz-bainuan.

Kristalak buchnerrean iragazi eta lehenengo ponpaz eta ondoren labean lehortu. Pisatu, etekina kalkulatu eta irakasleari erakutsi.

ARIKETAK:

- 1.– Lorbidean zehar gertatutako erreakzioak idatzi.
- 2.– Erabilitako azido klorhidriko 6N-aren bolumena
- 3.– Amonio klorurozko disoluzio asean lortzeko erabilitako ur-bolumena.
- 4.– Lortutako $(\text{NH}_4)_3\text{ZnCl}_5$ -aren pisua.
- 5.– Lorbidearen etekina.
- 6.– Zein da gatz bikoitzaren eta gatz konplexuaren arteko diferentzia?

14. PRAKTIKA

BURDIN ETA AMONIO-ALUNBREAREN LORBIDEA

OHARRAK:

Praktika honetan hidrogenoa askatzen da. Hidrogenoa sukoia da eta oxigenoarekin nahastuta baldin badago (nahaste detonatzailea) leherketa arriskutsua gerta daiteke. Kolorez horiak eta oso toxikoak diren lurrin nitrosoak ere askatzen dira eta, beraz, praktika honen lehen urratsak bitrinan burutu behar dira.

EZTABAIDA:

Alunbreak, oxidazio-egoera trivalentean dagoen metal baten eta beste metal monobalente baten edo amonioaren sulfato bikoitzak dira. Alunbreak $M_2^{II}SO_4 \cdot M_3^{III}(SO_4)_3 \cdot 24H_2O$ formula orokorra duten hidrato gisa kristaltzen dira.

Praktika honen helburua, burdin eta amonio-alunbrea, hau da, burdina(III) eta amonio sulfato bikoitza lortzea da, horretarako, Fe^{3+} oxidaziora heltzeko behar diren baldintzak kontuan izanik. Konposatu honen formula sinplifikatua $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ da.

PROZEDURA:

Abiaturuko produktu gisa 2 g burdina metaliko erabiliko ditugu eta bitrinan erasotzeari ekingo diogu burdinaren pisuaren halako 20 azido sulfuriko 1M erabiliz. Berotu erasoazkartzeko, baina bolumena manten dadin zainduz (bolumen bera mantentzeko noizean behin ur distilatua erantsi). Burdina guztiak erreakzionatu ondoren, erreakzionatu gabe geratu den solidoa iragazi eta lortutako disoluzio berdea 250 ml-ko prezipitatu-ontzi batera pasa eta kontu handiz eta bitrinan, 2 ml azido klorhidriko kontzentratu eta 4 ml azido nitriko kontzentratu erantsi. Lortutako disoluzioa berotu irakiten hasi arte eta irakiten mantendu zenbait minutuz, gas gehiago ez askatu arte.

Bitartean eta beste prezipitatu-ontzi batean, amonio sulfatozko disoluzio bat prestatu, 1M den H_2SO_4 -aren 50 ml, behar den amoniako kontzentratuz neutralizatuz eta metil laranja tanta batzuk indikatzaile gisa erabiliz.

Amonio sulfatozko disoluzioa prestatu ondoren, Fe^{3+} -zko disoluzioari erantsi eta ur-bainu batean berotu proiektzioak saihesteko, disoluzioa nahikoa kontzentratua egon arte. Hozten utzi giro-tenperaturan kristaltzen hasteko eta gau osoan giro-tenperaturan egonean utzi ondoren, lortutako kristalak iragazi, airean lehortzen utzi, pisatu, etekina kalkulatu eta irakasleari erakutsi.

PROBA ANALITIKOAK:

- a) Lortutako kristalen kantitate txiki bat saiodi lehor batean jarri eta berotu. Aldaketak aztertu eta oharrak idatzi.
- b) Beste saiodi batean disolba ezazu kristalen zati txiki bat uretan eta 2M den NaOH tanta batzuk erantsi. Gertatzen dena ikusi eta 2M den NaOH-zko disoluzioa soberan erantsi.

ARIKETAK:

- 1.– Lorbidean zehar gertatzen diren erreakzio guztiak idatzi eta komentatu.
- 2.– Zenbateko bolumena behar dugu azido sulfuriko komertzialetik 100 ml azido sulfuriko 1M prestatzeko?
- 3.– Zein da HNO_3 erabiltzearen helburua? Zergatik ez da H_2SO_4 kontzentratua erabiltzen?
- 4.– Zein bolumen amoniako kontzentratu behar da 50 ml H_2SO_4 1M neutralizatzeko?
- 5.– Zein litzateke disoluzioaren pH-a aurreko neutralizazioko baliokidetza-puntuan? Posible al litzateke indikatzaile gisa fenoftaleina erabiltzea?
- 6.– Lortutako kristalen pisua eta eragiketaren pisua.
- 7.– Froga analitikoetan gertatzen dena azaldu eta arrazoitu.
- 8.– Zein da gatz honen eta Mohr gatzaren (12. praktika) arteko diferentziarik nagusia?

15. PRAKTIKA

POTASIO FERRATO(III) TRIOXALATO TRIHIDRATATUAREN, $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ -aren, LORBIDEA.

PROZEDURA:

Urrats guztiak abiaburuko burdina(III) sulfato nonahidratatuaren pisuarekiko zehaztuko dira.

Tamaina egokiko ontzi batean disolba itzazu burdina(III) sulfatoa eta bere pisua halako 1,5 potasio oxalato monohidratatua bere pisua halako 23 ur distilatutan.

Besteik, presta ezazu bere pisua halako 1,7 bario oxalatoa, aurrez bi ontzitan prestatuta-ko bi disoluzio bero nahastuz (lehenengoa bario kloruro dihidratatuzkoa eta bigarrena potasio oxalato monohidratatuzkoa) biak kantitate estekiometrikoetan eta 150 ml ur distilatutan disolbatuak. Lortutako produktua buchnerrean iragazi eta ur bero pixka batez ikuzi.

Ondoren, burdina(III) sulfatoa duen disoluzioa berotu eta buchnerrean dugun produktua erantsi. Ontzia bi ordu t'erdiz ur-bainu batean mantendu gogor irabiatuz.

Lortutako produktua iragazi eta hauspeakina, ur bero pixka batez ikuzi, ur hori iragazia-rekin jaso. Solidoa, ponpaz lehenengo eta labean ondoren, lehortu. Pisatu eta gorde.

Iragazia, harea-bainu batean kontzentratu 50 ml bakarrik geratu arte. Sarri samar irabiatu solidoa ontziaren paretetan hauspea ez dadin.

Azkenik, airean utzi lehortzen eta beharrezkoa bada, izotz-bainu batean, konplexuaren kristal berdeak lortu arte. Iragazi eta ponpaz lehenengo eta airean ondoren, lehortu. Bukatze-ko, pisatu, lortutako etekina kalkulatu eta irakasleari erakutsi.

PROBA ANALITIKOAK:

Behaketa guztiak jaso.

(A) saiodian disolba ezazu lortutako gatzaren kantitate txiki bat. (B) beste saiodi batean, burdina(III) sulfatozko disoluzioaren kantitate txiki bat jarri. Konpara itzazu (A) eta (B) bi disoluzioen koloreak. Erantsi orain potasio sulfozianurozko disoluzio-tanta batzuk saiodi bakoitzean eta berriro ere aldera itzazu koloreak.

(C) saiodian jarri burdina(III) sulfatozko disoluzioaren 1 ml eta (D) beste saiodi batean burdina(III) nitratozkoaren 1 ml. (E), (F) eta (G) beste hiru saioditan, jar ezazu bakoitzean burdina(III) klorurozko disoluzioaren 1 ml.

Begiratu disoluzio hauen koloreei. Azidotu itzazu anioiari dagokion azidotik tanta-pare bat erantsiz. Hau da, (C) disoluzioari, azido sulfurikoa, (D) disoluzioari azido nitrikoa eta (E), (F) eta (G) disoluzioei azido klorhidrikoa erantsi.

Erantsi (F)-ri azido fosforikozko laugarren bolumena eta (G)-ri potasio fluorurozko beste bolumen bat. Begiratu bost saioiditako disoluzioen koloreari eta erantsi bakoitzari potasio sulfozianurozko disoluziotik tanta batzuk. Begiratu berriro ere koloreei.

ARIKETAK

- 1.– Lorbidean zehar gertatzen diren erreakzio guztiak idatzi eta azaldu.
- 2.– Kalkula ezazu substantzia bakoitzetik zenbat minimol erabili diren eta konpara itzazu.
- 3.– Bario oxalatoa prestatzeko erabilitako bario kloruro dihidratatuaren eta potasio oxalato monohidratatuaren pisuak.
- 4.– Zein da lehen iragazketako iragazian dagoen konposatua?
- 5.– Zein konposatu da bigarren iragazketako hauspeakina?
- 6.– Lortutako kristalen pisua.
- 7.– Zein da eragiketaren etekina, abiaburuko $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ -aren purutasuna % 71koa dela kontsideratuz?
- 8.– Zein kolore dute (A) eta (B) saioidiek potasio sulfozianuroa erantsi aurretik eta ondoren? Azaldu ezazu.
- 9.– Taula bat osatu (C)-tik (G)-rainoko saioidietan egindako probetan lortutako emaitzak bilduz. Emaitza horiek azaldu. Aztertutako konplexuen egonkortasunei beheranzko ordena eman, sulfozianuroa kontutan hartu gabe.
- 10.– Arropan egindako burdinazko orbanak azido oxalikoz garbi daitezke. Zergatik? Tintak burdina(II) tanatoa du eta airean burdina(III)-ra oxidatzen da. Nola garbi daitezke tintazko orbanak? Zergatik?

16. PRAKTIKA

POTASIO KROMATO(III) TRIOXALATO TRIHIDRATATUAREN, $K_3[Cr(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ -aren, LORBIDEA

PROZEDURA:

250 ml-ko prezipitatu-ontzi batean, 11 g azido oxaliko eseki 20 ml ur hotzetan eta ondoren, pixkanaka-pixkanaka eta irabiatuz, 3,6 g potasio dikromato. Nahasteak laranja-kolorea du eta prozesuan zehar era espontaneoan ia irakite-punturaino berotu egiten da, gasak oso modu bortitzean askatzen dituelarik. Gasak askatzen dituen bitartean irabiatu egin behar da, proiektziorik gerta ez dadin.

Erreakzioa bukatutakoan, lortu dugun kolore berde-beltzaskako disoluzioan, eta oraindik bero dagoela, disolba ezazu 4,6 g potasio oxalato monohidratatu. Disoluzio hau ontzi txikiago batera intsuldatu eta izotzaren laguntzaz kanpotik hoztu.

Hartu disoluzio horretatik 1 ml gutxi gora-behera eta jarri saiodi batean. Erantsi 5 ml alkohol etiliko hauspeakina sortzeko. Hauspeakin hori gorde aurrerago kristalizazio-nukleo gisa erabiltzeko. Ontzian geratu den disoluzioari 6 ml alkohol etiliko erantsi irabiatuz eta ondoren, izotz-bainuan sartu, aldi berean, aurretik kristalizaziorako gorde dugun materiala erantsiz.

Ordubetera gutxi gora-behera hasiko da konplexua hauspeatzen disoluzioaren baitan; mantendu izotz-bainuan eta geldirik hauspeaketa osorik burutu arte.

Lortutako hauts itxurako hauspeakin hori iragazi; ondo xukatu ondoren, birkristalizazioari ekin. Horretarako, ahalik eta ur-kantitaterik txikienean disolbatu disoluzio asea lortzeko (20 eta 30 ml arteko ur-bolumena beharko da). Ondoren, irakin arte berotu likidoaren bolumena guztiz txikitzeko eta honela, pixkanaka hozteko utzitakoan konplexua kristaldu egingo da. Lortutako kolore berde-urdinskako kristalak iragazi eta ponpaz lehenengo eta airean ondoren, lehortu. Pisatu, etekina kalkulatu eta irakasleari erakutsi.

PROBA ANALITIKOAK:

Ondorengo probetako emaitzen oharrrak hartu:

- a) Disolba ezazu lortutako produktuaren kantitate txiki bat uretan saiodi batean eta bario klorurozko disoluzioaren tanta batzuk erantsi.
- b) Jarri beste saiodi batean kromo(III) klorurozko disoluzioaren lagin txiki bat eta erantsi gutxi gora-behera 2M den sodio hidroxidozko tanta batzuk. Erantsi ondoren NaOH-zko disoluzioa soberan.

- c) Lortutako kristalen kantitate txiki bat disolbatu uretan beste saioldi batean eta 2M den sodio hidroxidozko disoluzio baten tanta batzuk erantsi. Erantsi ondoren NaOH-zko disoluzioa soberan.

ARIKETAK:

- 1.– Lorbide honetan zehar gertatutako erreakzioak idatzi eta komentatu.
- 2.– Zergatik aldatzen du hasierako disoluzioak bere kolorea laranjatik berdera gasak askatzen diren bitartean?
- 3.– Zein da sortzen den gas hori eta nondik dator?
- 4.– Substantzia bakoitzetik erabili ditugun milimolak kalkulatu eta erreakzioaren erlazio estekiometrikoen arabera beharko liratekeenekin konparatu.
- 5.– Zein da alkohol etilikoaren papera?
- 6.– Zergatik eransten zaizkio kristalizazio-nukleoak alkohola erantsi ondoren eta ez aurretik erreakzioaren emaitza den disoluzioari?
- 7.– Lortutako kristalen pisua eta eragiketaren etekina.
- 8.– a) proba analitikoaren emaitzak azaldu eta arrazoitu.
- 9.– b) eta c) proba analitikoaren emaitzak alderatu eta interpretatu.

17. PRAKTIKA

TETRAMINDINITRONIKEL(II)-aren, $[\text{Ni}(\text{NO}_2)_2(\text{NH}_3)_4]$ -aren LORBI-DEA

PROZEDURA:

Disolba itzazu 250 ml-ko prezipitatu-ontzi batean, 12 g nikel(II) kloruro hexahidratatu 100 ml ur berotan. 400 ml-ko beste prezipitatu-ontzi batean disolba itzazu 5,5 g sodio karbonato anhidro 150 ml ur irakinetan eta ondoren, berotan, lehenengo disoluzioa bigarrenari erantsi hiru txandatan eta bortizki irabiatuz. Honela lortutako nahastea berotu eta irabiatu, agertu den kolore berdeskako hauspeakina egonkortzen hasi arte. Hozten utzi disoluzioa eta ponpaz iragazi. Solidoa ikuzi 50 ml ur irakin erantsiz eta likido guztia galtzen utzi. Honela lortu dugun karbonato hezea, 250 ml-ko ontzi batean 6 ml azido azetiko eta 10 ml ur erantsiz disolbatu lurrin-bainu baten gainean. Hozten utzi eta beste bost tanta azido azetiko gehiago erantsi gatzaren balizko hidrolisia konpentsatzeko.

Ondoren, 30 ml amoniako kontzentratu erantsi eta irabiatu kolore moreko disoluzioa agertuko delarik.

250 ml-ko prezipitatu-ontzi batean disolba itzazu 60 g amonio azetato eta 40 g sodio nitrito 50 ml uretan. Irabiatu eta oso kontu handiz berotu, 25-30°C-ko tarte gaingitu gabe, guztiz disolbatzeko.

Guztiz disolbatzen bada, likido argi eta nahikoa biskosoa oso ondo nahasten da nikel-eta amoniako-disoluzioarekin. Geldirik utzi giro-tenperaturan. Kolore granateko konplexu bat hasiko da hauspeatzen.

Utzi gau osoan geldirik eta hurrengo egunean kontu handiz dekantatu ama-urak. Konplexua bildu eta iragazi ahal izateko, alkohol etiliko garraiatu. Lortutako kristalak alkohol etiliko ikuzi eta ponpaz lehortu. Lehortu ondoren pisatu, etekina kalkulatu eta irakasleari erakutsi.

PROBA ANALITIKOAK:

- a) Saiodi lehor batean konplexuaren kantitate txiki bat jarri eta metxeroz berotu. Lurrina askatzen hastean, uretan pixka bat hezetako paper indikatzailea jarri saiodiaren ahoan, baina paretak ukitu gabe. Paper indikatzailean aldaketarik gertatzen den begiratu.
- b) Konplexu-kantitate txiki bat disolbatu saiodi batean amonio azetatozko disoluzio ase batez. Lortutako disoluzioa hiru saioditan banandu. Saiodietako bat lekuko gisa gordeko dugu eta beste biak ondorengo proba analitikoan erabiliko ditugu.

- c) Aurreko proban gorde ditugun bi saiodiak, (A) eta (B), hartu eta beste bi, (C) eta (D), pres-tatu bakoitzean nikel(II) kloruro hexahidratatuzko disoluzioaren 1 ml erabiliz. (A) eta (C) saiodiei 2M den amoniakoa tantaz tanta eta ondoren soberan erantsi eta aldaketei buruzko oharak hartu. (B) eta (D) saiodiei aldiz, 2M den NaOH-zko disoluzioaren tanta batzuk eta ondoren soberan erantsi, hemen ere, gertatzen denaren berri jasoz.

ARIKETAK:

- 1.– Lorbidean zehar gertatu diren erreakzio guztiak idatzi eta komentatu.
- 2.– Nolakoa da lorbidean zehar agertzen diren hauspeakin desberdinen izaera?
- 3.– Substantzia bakoitzetik erabili ditugun milimolak kalkulatu eta erreakzioaren erlazio estekiometrikoen arabera beharko lirakeenekin konparatu.
- 4.– Zergatik uzten da azken hauspeakina gau osoz egonean?
- 5.– Lortutako kristalen pisua eta eragiketaren etekina.
- 6.– Nola koordinatzen da NO_2^- taldea Ni(II) ioiarekin?
- 7.– a) froga analitikoan gertatutakoa agertu eta azaldu.
- 8.– c) frogako saiakuntzetako emaitzak konparatu eta komentatu eta emaitza hauetan oinarrituz ondorioak atera.

18. PRAKTIKA

BOROAREN ZENBAIT KONPOSATUREN LORBIDEA BORAX-ETIK ABIATUZ

PROZEDURA:

Azido borikoa.– 20 g borax pisatu; 250 ml-ko ontzi batean jarri. Pisu bera ur eta pisu bera % 24eko kontzentrazioko azido klorhidriko erantsi. Irakiten izan zenbait minutuz.

Disoluzioa izotz-bainu batean hoztu eta ondoren, lortutako produktu kristalinoa buchner batean iragazi. Kristalak 0°C-tan dagoen ur pixka batez ikuzi, ponpaz lehenengo eta H₂SO₄-zko lehorgailuan ondoren, lehortu, pisatu eta etekina kalkulatu.

Potasio tetrafluoroboratoa.– Aurreko saiakuntzan lortutako produktuaren 3/4 matraze batean jarri (gehienez 7 g erabili) eta ondo xehetutako 22 g kaltzio fluoruro eta % 24eko kontzentrazioko HCl 64 ml erantsi. Estali matrazea beirazko hodi batez zeharkatutako tapoi bat erabiliz (irakasleari eskatu) eta bi orduz irakiten mantendu bitrinan.

Matrazeko edukina diluitu bere bolumenaren erdia ur-bolumena erantsiz eta hozten utzi giro-tenperaturan, ondoren iragazteko.

250 ml-ko ontzi batean jasotako iragaziari 11 g potasio kloruro dituen disoluzio asean erantsi.

Tratamendu horren bidez hauspeatutako gatza iragazi, urez ikuzi eta ponpaz lehortu. Solidoa jaso, labean lehortu 100°C baino tenperaturaz azpitik, pisatu, etekina kalkulatu eta irakasleari erakutsi aurreko produktuarekin batera.

ARIKETAK:

- 1.– Zenbateko boro-proportzioa du boraxak?
- 2.– Erabilitako azido klorhidriko komertzialaren bolumena. Zenbat ur behar da diluitzeko?
- 3.– Azido borikoaren lorbideko erreakzioa idatzi eta komentatu.
- 4.– Zergatik hozten da izotzez eta ikuzten da 0°C-tan dagoen urez?
- 5.– Lortutako azido borikoaren pisua.
- 6.– Zergatik da ezinezkoa berotuz lehortzea?

- 7.– Potasio tetrafluoroboratoaren lorbidean gertatzen diren erreakzio partzial guztiak idatzi eta komentatu.
- 8.– Potasio kloruroa disolbatzeko erabili den ur-bolumena.
- 9.– Lortutako potasio tetrafluoroboratoaren pisua.
- 10.–Eragiketaren etekina, lortutako azidoaren 3/4 besterik ez direla erabiltzen kontutan hartuz.

19. PRAKTIKA

BERUN-KONPOSATUEN LORBIDEA MINIOTIK ABIATUZ

SARRERA:

Minioa, burdina oxidaziotik babesteko pinturaren arloan erabiltzen den merkatal produktu bat da. Hauxe da bere konposizioa: Pb_3O_4 ($2 \text{PbO} + \text{PbO}_2$) .

PROZEDURA:

Jarri 30 g minio kapsula batean eta bere pisua halako 1,5 % 38ko azido nitrikoz eraso; irabiatu eta emeki berotu hamar minutuz. Denbora hori pasatakoan, hauspeakin marroi iluna agertuko da. 100 ml ur erantsi diluitzeko eta buchner batean iragazi, hasieran ponparik gabe eta gero ponpa jarritz (eskatu paper berezia irakasleari). Ur pixka batez ikuzi eta ur hori jaso filtratuarekin batera. Ondoren, ponpaz lehortu.

Lortutako hauspeakina labean lehortu, pisatu eta gorde.

Lortutako iragazia hiru frakzio berdinetan zatitu.

Beruna(II) nitratoaren lorbidea. Lehen frakzioa berotu, ontzia harea-bainu batera sartuz. Horrela lurrinduz joango da lortu nahi den bolumenera heldu arte, beti ere gatzaren disolbagarritasuna kontutan hartuz. Ondoren, kanpotik urez hoztu eta lortutako kristalak buchner batean iragazi. Iragazia birkristalizatu, berriro ere kontzentratu eta aurreko eragiketak errepikatuz, disoluzioaren 10 ml besterik ez gelditu arte.

Buchnerrean jasotako kristalak ponpaz eta ondoren labean lehortu, pisatu eta etekina kalkulatu.

Beruna(II) oxidoaren lorbidea. Hartu aurrekoan lortu dugun beruna(II) nitratotik 5 g, arragoan jarri eta metxeroaren garretan berotu. Arragoan geratzen dena espatula batez bildu, pisatu eta etekina kalkulatu.

Beruna(II) kloruroaren lorbidea. Bigarren frakzioari 5 ml HCl kontzentratu erantsi, irabiatu eta hauspeakina egoten utzi izotz-bainu batean sartuta. Disoluzioa hotz dagoenean, beste tanta bat azido klorhidriko erantsi. Eransketa honen ondoren hauspeakinik sortzen bada, tantaz tanta eransten jarraitu hauspeakinik ez sortu arte.

Disoluzio hotza buchner batean iragazi eta 0°C-tan dagoen urez ikuzi; ponpaz lehortu, pisatu eta gorde.

Iragazia ontzi batera pasatu eta azido sulfuriko diluitua pixkanaka-pixkanaka eta irabiatuz erantsi. Azido sulfuriko hori prestatzeko, 1 ml azido kontzentratuari 2 ml ur erantsi saiodi batean. Azidoa erantsi hauspeakin gehiagorik ez sortu arte. Hauspeakina iragazi, labean lehortu, pisatu eta etekina kalkulatu.

Beruna(II) sulfatoaren lorbidea. 2,5 ml azido sulfuriko kontzentratuari 10 ml ur erantsi azido diluitu hau hirugarren frakzioari eransteke. Azidoa eransten jarraitu, hauspeakin gehiagorik ez sortu arte.

Hauspeakina ponparen laguntzaz iragazi, labean lehortu, pisatu, etekina kalkulatu eta irakasleari erakutsi aurretik lortutako produktuekin batera.

PROBA ANALITIKOAK:

Beruna(II) nitratozko kristal batzuk disolbatu 5 ml uretan eta hiru frakzio gutxi gorabehera berdin egin hiru saioditan.

- a) Lehenengoari potasio kromatozko disoluzioaren tanta batzuk erantsi eta azido klorhidriko kontzentratua ondoren.
- b) Bigarenari amoniako diluituzko tanta batzuk eta ondoren soberan erantsi.
- c) Hirugarrenari sodio hidroxido diluituzko tanta batzuk eta ondoren soberan erantsi, metxeroaren garretan emeki berotuz.

Behatu eta emaitzei buruzko oharrak hartu.

ARIKETAK:

- 1.– Gertatutako erreakzio guztiak idatzi.
- 2.– Minioa Pb_3O_4 purua dela suposatuz, zein da disoluzioan sortu den hauspeakina?
- 3.– Kalkula ezazu zein bolumen % 38ko azido nitriko behar den teorikoki minioari erasotzeko.
- 4.– Lehen hauspeakinaren pisua.
- 5.– Zein pisu beruna(II) nitrato galdu da kristalizazioan, 10 ml-ko bolumena galtzen dela kontsideratuz?
- 6.– Lortutako beruna(II) nitratoaren pisua.
- 7.– Lortutako beruna(II) oxidoaren pisua.

- 8.– Zergatik da beharrezko hauspeaketaren ondoren bigarren frakzioa izotzez hoztea? Zein pisu PbCl_2 galtzen da disoluzioan 0°C -tan iragaziz?
- 9.– Lortutako beruna(II) kloruroaren pisua.
- 10.–Zergatik sortzen da hauspeakina beruna(II) klorurozko hauspekinaren iragaziari azido sulfurikoa eranstean? Hauspeakin horren pisua.
- 11.– Hirugarren frakzioan lortutako hauspekinaren pisua.
- 12.–Zergatik ez dio azido sulfurikoak berunari erasotzen?
- 13.–Kalkulatu beruna(IV) oxidoaren eta beruna(II) nitrato, kloruro eta sulfatoen lorbideen etekina.
- 14.–Froga analitikoetan hartutako oharrak azaldu, emaitzak komentatu eta gertatzen diren erreakzioak idatzi.

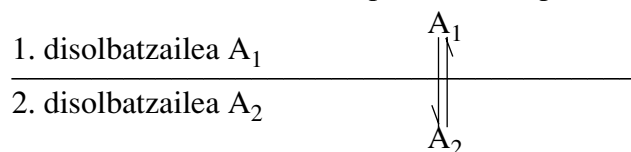
20. PRAKTIKA

BANAKETA-KROMATOGRAFIAREN SIMULAZIOA

SARRERA

Banaketa-kromatografieta solutuak bi faseren artean banatzen dira (bata higikorra da eta bestea geldikorra) solutuek fase bakoitzarekiko duten afinitatearen arabera.

Bi disolbatzaile nahastezinen artean banatutako “A” espezie bat izanik, bi faseetako kontzentrazioen arteko ratioa beti bera da, presio eta tenperatura jakin batzuetan:



F + Ask = Osag +2 (Faseak + Askatasun-graduak = Osagaiak +2
eta gure kasuan haxe dugu: 2 fase nahastezin eta 3 osagai (1. disolbatzailea, 2. disolbatzailea eta A solutua). Ondorioz,
2 + Ask = 3 + 2 eta beraz, Ask=3 (Presioa, Tenperatura eta beste aldagai bat)

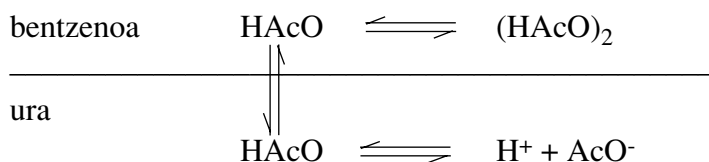
Aldagai hori, A-k 1. disolbatzailean eta 2. disolbatzailean duen kontzentrazioaren arteko ratioa izan daiteke.

$$K = \frac{[A_1]}{[A_2]}$$

Normalean, ur-fase batekin eta fase organiko batekin (nahastezinak) lan egiten da eta solutua era batean baino gehiagotan egon daiteke fase bakoitzean. Horregatik arruntagoa da D banaketa-ratioa erabiltzea.

$$D = \frac{[A]_{\text{guztira fase organikoan}}}{[A]_{\text{guztira ur-fasean}}}$$

Adibidez:



bi faseen arteko banaketa-ratioa ondorengo izango da:

$$D = \frac{\text{CHAcO}_{\text{org.}}}{\text{CHAcO}_{\text{ur}}} = \frac{[\text{HAcO}]_{\text{org.}} + 2[(\text{HAcO})_2]_{\text{org.}}}{[\text{HAcO}]_{\text{ur}} + [\text{AcO}^-]_{\text{ur}}}$$

HELBURUAK

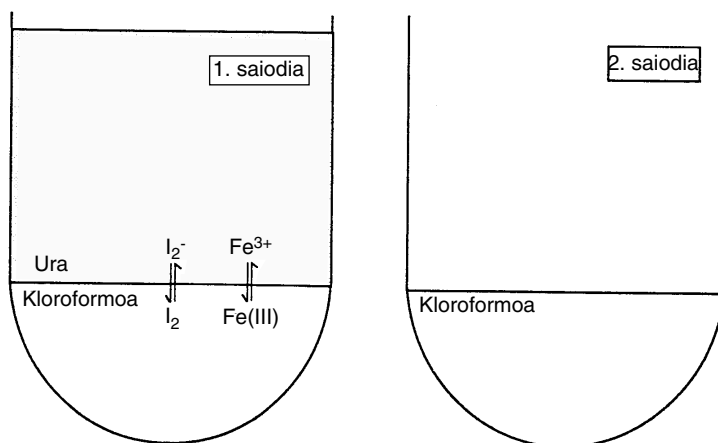
Praktika honen helburu nagusia saiodietan banaketa-kromatografia baten simulazioa egitea da. Fase geldikorra kloroformoa (HCCl_3) eta higikorra ura izango dira eta banandu beharreko solutuak ur-disoluzio bateko I_2 eta Fe(III) izango dira.

Iodoa, I_3^- forman disolbatua dago ur-fasean, baina fase organikoan aldiz, I_2 forman dago nagusiki eta horregatik agertzen du fase honek kolore larrosa-moreska.

Saiakuntza burutzen deneko baldintzetan Fe(III) -ak ur-fasearekiko afinitate handiagoa du.

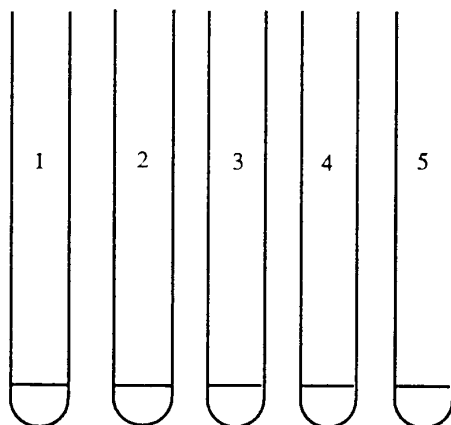
Kloroformoak urak baino dentsitate handiagoa du eta horregatik saiodiaren beheko partean geldituko da eta ura aldiz, gainean.

Fase higikorraren lerradura simulatzeko, ur-fasea (erauzketa egin ondoren) beste saiodi batera intsuldatuko da.

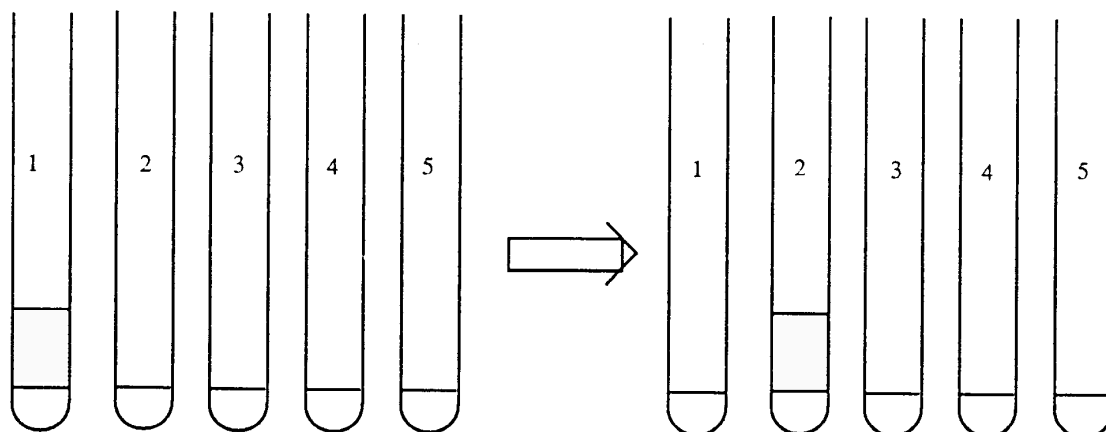


PROZEDURA

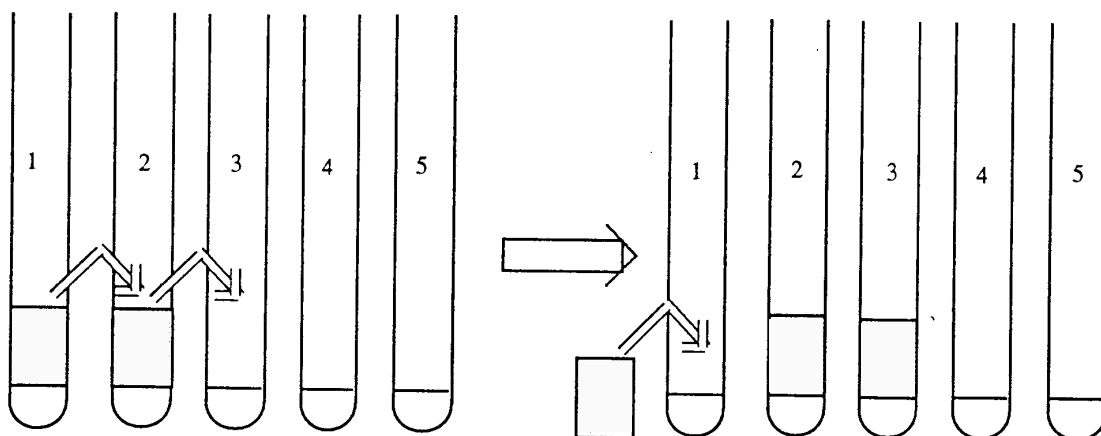
Hartu bost saiodi (oso garbiak) eta jarri bakoitzean 1 ml kloroformo.



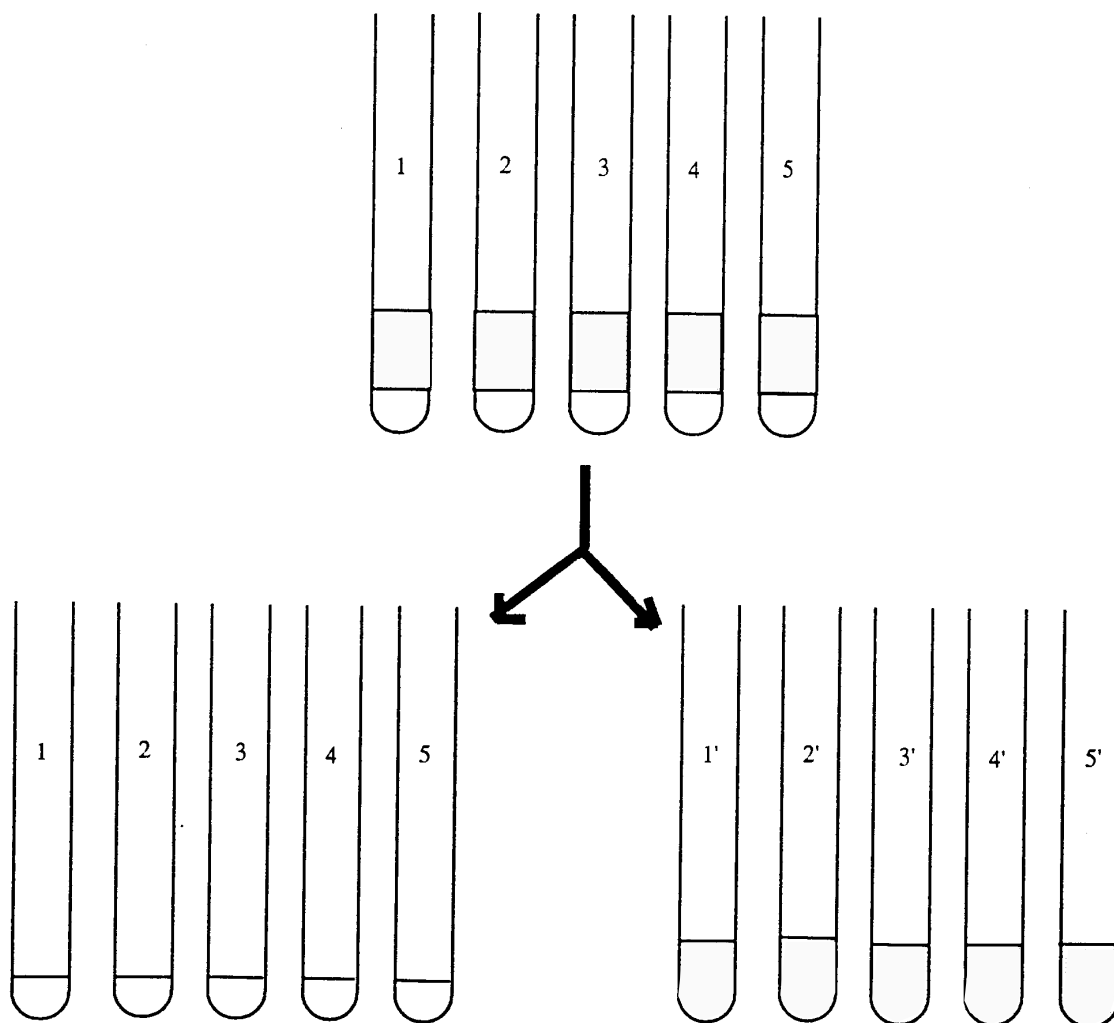
Ondoren erantsi 1. saiodiari aztertu behar dugun disoluzioaren 2 ml. Disoluzio honek ondorengo osagai hauek ditu: $2,50 \cdot 10^{-3} \text{ M}$ den $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $5,00 \cdot 10^{-3} \text{ M}$ den I_2 eta $7,50 \cdot 10^{-2} \text{ M}$ den KI . Bi minutuz indarrez astindu saiodia. Utzi 30 segundoz geldirik. Pasteur pipeta bat (irakasleari eskatu) tanta-kontailu gisa erabiliz, jaso ur-fasea (gainekoa), baina kontu handiz fase organikotik (azpikotik) ezer ere hartu gabe. Erantsi ur-fase hori bigarren saiodiari.



Erantsi lehenengo saiodiari 2 ml ur distilatu. Ondoren bi saiodiak astindu bi minutuz eta aurreko urratsean egin bezala ur-faseak ondorengo saiodietara pasatu, hau da, bigarren saiodiko ur-fasea hirugarren saiodira, lehenengokoa bigarrenera eta lehenengoari 2 ml ur distilatu erantsi.



Prozesuari jarraitu, bostgarren saiodiko erauzketa egitera heldu arte. Horrela bost fase organikoak eta bost ur-faseak bananduta izango ditugu.



Fase organikoaren koloreari buruzko oharrak hartu (Ez bota fase hau). Ur-faseak hiru frakziotan zatitzen dira eta ondorengo probak burutzen dira:

a) saiodiak: 0,1 M den potasio hexazianoferrato(II) bi tanta erantsi.

b) saiodiak: Ondorengoak erantsi ordena honi jarraituz:

1. HCl kontzentratuzko tanta bat
2. 0,1 M den potasio metabisulfitozko bi tanta
3. 0,1 M den potasio hexazianoferrato(II)-zko bi tanta

c) saiodiak: 0,1 M den 2,2'-bipiridinazko (disoluzio etanolikozko) bi tanta erantsi.

Proba analitiko hauen emaitzei buruzko oharrak hartu eta azaltzen saiatu.

ARIKETAK:

1.– I_2 eta Fe^{3+} -arentzat ondorengoak banaketa-ratioak onartuz,

$$D_{I_2} = \frac{[I_2]_{\text{fase organikoa}}}{[I_3^+]_{\text{ur-fasea}}} = 10$$

$$D_{Fe} = \frac{[Fe(III)]_{\text{fase organikoa}}}{[Fe(III)]_{\text{ur-fasea}}} = 0,2$$

kalkula ezazu espezie bakoitzaren mol-kopurua prozesuan zehar fase eta saiodi bakoitzean eta erauzketaren aurretik eta ondoren, lehenengo hiru erauzketetarako (kontuan izan ur-fasearen bolumena fase organikoaren bolumenaren bikoitza dela). Osa ezazu taula, 10^{-8} mol balioak arbuigarritzat joz. Egin ezazu hirugarren erauzketako saiodi eta fase bakoitzeko $Fe(III)$ -aren eta iodoaren mol-kopuruaren adierazpide grafikoa.

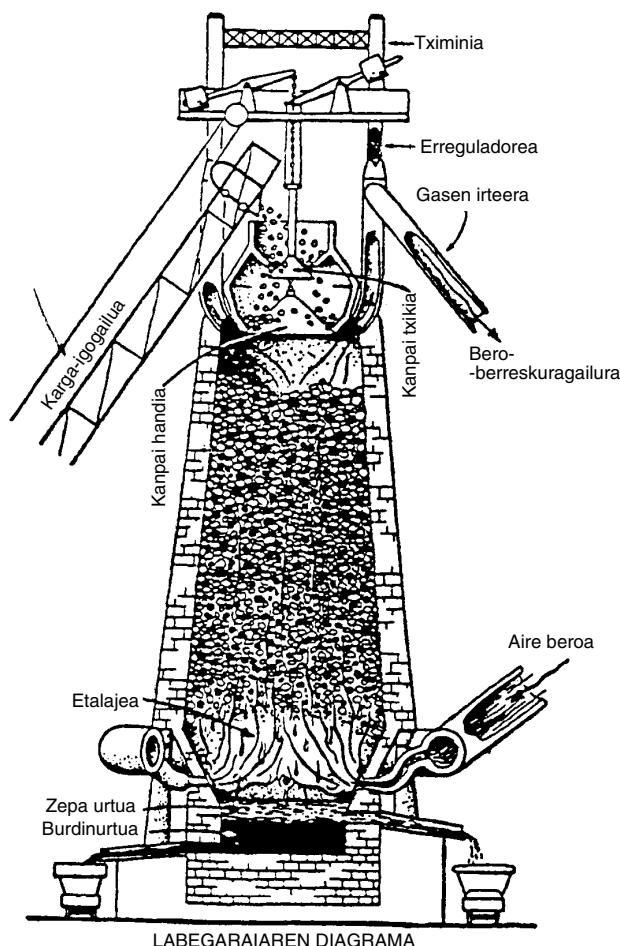
- 2.– Zer gertatuko litzateke fase higikorrean ioduro-ioiak erantsiz gero? Zergatik ez zaizkio eransten?
- 3.– Azal ezazu $Fe(III)$ ioia egiaztatzeko erabilitako metodoa.
- 4.– Aldera itzazu taulako datu teorikoak experimentalki lortutakoekin (kolorimetria).

	1. Saiodia	2. Saiodia	3. Saiodia
Ur-fasea Aurretik Fase organikoa Lehenengo Erauzketa Ur-fasea Ondoren Fase organikoa			
Ur-fasea Aurretik Fase organikoa Bigarren Erauzketa Ur-fasea Ondoren Fase organikoa			
Ur-fasea Aurretik Fase organikoa Hirugarren Erauzketa Ur-fasea Ondoren Fase organikoa			

21. PRAKTIKA

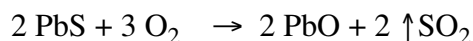
BERUNAREN LORBIDEA, MINIOTIK ABIATUZ

Metalik ohizkoenen lorbidean erabiltzen diren prozedura metalurgiko gehienak, metala duen mineralaren erredukzioan oinarritzen dira.

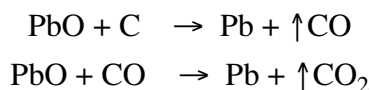


Burdinaren metalurgia, hau da, siderurgia, da hauen artean prozesurik interesgarrienetakoa. Siderurgian, burdin oxidoa duten mineralak, hematite gorria (Fe_2O_3) edo pirita (FeS_2), txigortu ondoren erreduzitu egiten dira burdina eskuratzeko. Prozesu hau labegariaian burutzen da. Bertan oxidoa ikatzarekin (cokearekin) nahasten da. Askatzen diren CO eta CO_2 gasak labearen goiko aldetik irteten dira eta lortutako burdina beheko aldera (tenperatura altueneko aldera) iristean urtu eta hondotik isuri egiten da. Urtugarri egokia erantsiz zepa urtzea lortzen da (gatz urtuetan disolbatutako zepak) eta honek osatzen duen geruza likidoa metal urtuaren gainean geratzen da flotatzen.

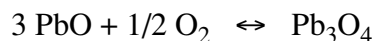
Berunaren lorbidean erabiltzen den prozesu metalurgikoa ere oso antzekoa da. Beruna zenbait mineral desberdinen osagai izan daiteke, baina merkatal erabilerarik zabalena duena galena (PbS) da. Mena hau, airean txigortu egiten da berun monoxidoa osatzeko (PbO).



C eta CO-ak beruna(II) oxidoa erreduzitu egiten dute labegariaian eta honela metal librea lortzen da labegariaren beheko alderdian.



Bi prozesuak oso antzekoa izanik eta laborategiko eskalan beruna lortzea errazagoa dela kontuan izanik, hauxe lortuko dugu bere oxidorik ezagunenetako batetik, miniotik (Pb_3O_4 -tik), abiatuz. Minioa bera, berun monoxidoa, airean, 550°C baino tenperatura baxuagoetan berotuz lortuko dugu.



PROZEDURA:

Hasteko, 1,2 g minio hartuko ditugu eta CO osatzeko behar dugun C kantitate estekiometrikoa. Oso ondo nahastu almaritzean (15 minutuz). Nahastea, aurretik pisatutako portzelanazko arrago batera pasatu (irakasleari eskatu). Kolpe arin batzuk eman krisolaren hondoan nahastea ondo trinkotzeko. Jarri harrikatz-geruza mehe bat (1 eta 2 mm-ko lodierakoa) nahaste honen gainean eta beste arrago bat estalki gisa eta labean sartu. Bi orduz izan labea 3. posizioan (700°C) (kontuan izan, labea gutxienez ordubete lehenago piztu behar dela).

Atera arragoak labetik, zein itxura duten begiratu eta hozten utzi. Giro-tenperaturara heltzen direnean, pisatu eta diferentzia zein den ikusi. Azter ezazu nahastea eta itxurari buruzko oharrak hartu (irakasleari erakutsi).

Nahaste honi erantsi (arragoan bertan) 0,25 g K[BF₄] (fusio-puntua 350°C), urtugarri gisa joka dezan. Ondo nahastu eta bost minutuz sartu labean (tenperatura berean) arragoa estalki gisa jarri berriro. Kendu estalkia labearen barruan, itxura aztertu, arrago metaliko hotz, garbi eta lehor batera berehala isuri (irakasleari eskatu) **(EZ ISURI SEKULA METAL URTUA ARRAGO HEZE BATERA, SORTUKO DEN UR-LURRINAREN INDARRA DELA ETA, EZTANDAREKIN PROIEKZIOAK GERTA BAITAITEZKE)**. Airean utzi lehortzen eta moldetik atera. Lortutako beruna pisatu eta irakasleari erakutsi.

ARIKETAK

- 1.– Oxido-eraketen ΔG° versus tenperatura diagramak kontsultatu eta kalkulatu prozesua gertatu ahal izateko beharko litzatekeen tenperatura minimoa zein litzatekeen (kontsideratu abiaburuko oxidoa PbO dela). Zein metal lor daitezke honela 1000°C-tan diagramaren arabera?
- 2.– Zenbat gramo C erabili dira minioarekin nahasteko? Idatzi gertatzen diren erreakzioak.
- 3.– Erreakzioa erabatekoa izan dela kontsideratzen badugu (urtugarria erantsi aurretik), zein izan da pisu-galera esperimentalak? Zein izango litzateke teorikoa?
- 4.– Azkenean lortutako berun-gramoak eta eragiketaren etekina.
- 5.– Zergatik jartzen da ikatz-geruza? Eta estalkia?
- 6.– Zergatik eransten da urtugarria? Zein diferentzia ikusi dituzu nahaste beroan urtugarria erantsi aurretik eta ondoren?