eman ta zabal zazu

Universidad del País Vasco
Euskal Herriko Unibertsitatea

Ingeniaritza Kimikoa. Laborategiko praktiken gidoiak

Egileak

IRENE SIERRA GARCÍA
UNAI IRIARTE VELASCO

EUSKARAREN ETA ETENGABEKO PRESTAKUNTZAREN ARLOKO ERREKTOREORDETZAREN SARE ARGITALPENA

Argitalpen honek UPV/EHUko Euskararen eta Etengabeko Prestakuntzaren arloko Errektoreordetzaren laguntza izan du

ISSN 2603-8900

Egileak:

Irene Sierra García
EHUko Farmazia Fakultatea, Ingeniaritza Kimikoa Saila
Unibertsitateko Pasalekua, 7
01006 - Gasteiz (Araba)
(+34) 945013290
irene.sierra@ehu.eus

Unai Iriarte Velasco
EHUko Farmazia Fakultatea, Ingeniaritza Kimikoa Saila
Unibertsitateko Pasalekua, 7
01006 - Gasteiz (Araba)
(+34) 945013030
unai.iriarte@ehu.eus

Gasteiz, 2019ko apirila

Aurkibidea

LABORATEGIKO PRAKTIKAK

1. praktika **5**
Karga-galera instalazio hidrauliko batean
2. praktika **12**
Tutuerietan zeharreko jarioen batez besteko abiaduraren zehaztapena
3. praktika **16**
Materia-balantzeen ebazpena nahasketa-eragiketa batean
4. praktika **22**
Masa- eta energia-balantzeen ebazpena lurrungailu batean
5. praktika **26**
Etanolaren oxidazioaren azterketa zinetikoa
6. praktika **31**
Sedimentadore jarraitu baten diseinua
7. praktika **36**
Koagulazioa-flokulazioa
8. praktika **40**
Ikatz aktibatuaren bidezko arazketa: adsortzioa

LABORATEGIKO PRAKTIKAK

1. PRAKTIKA

KARGA-GALERA INSTALAZIO HIDRAULIKO BATEAN

A) Karga-galera teoriko eta errealaren zehaztapena tutueria sinpleetan

Helburua. Tutueria sinpleetan, hau da, diametro konstanteko tarte zuzen batean, jario batek pairatzen duen karga-galera teorikoa eta erreala alderatzea.

Oinarri teorikoa. Jariakin batek, tutueria batean zehar mugitzen denean, energia mekanikoa galtzen du, marruskaduraren eraginez; energia hori bero bihurtzen da. Energia-galera horri *karga-galera* deritzo, eta presio-energiaren murrizketa bezala nabarmentzen da. Hodi zuzenetan izango den karga-galera teorikoa 1.1 ekuazioaren bidez kalkula daiteke, jariakinaren eta tutueriaren ezaugarrien arabera:

$$h_f = f\frac{L}{D}\frac{v^2}{2g} \quad [m] \qquad (1.1)$$

Non:

g: grabitatearen azelerazioa, m/s^2
v: jariakinaren batez besteko abiadura, m/s
f: marruskadura-faktorea. Zimurtasun erlatiboaren (ε/D) eta Reynolds zenbakiaren ($Re = D\ v\ \rho/\mu$) menpekoa da. 1.4. irudiko grafikotik lortzen da.
L: tutueriaren luzera, m
D: tutueriaren diametroa, m

Atal esperimentala

1.1.irudian erabilitako ekipo esperimentala erakusten da.

Prozedura esperimentala

a) Ura bultzatzen duen ponpa piztu baino lehen, ziurtatu irekita daudela 1 eta 8 zenbakiekin adierazitako balbulak, eta 9 balbula itxita dagoela (ikus 1.2. irudia).
b) Ponpa piztu.
c) Ur-emaria erregulatu, 1 balbula erabiliz eta errotametroa begiratuz (2 zenbakia). Lau emari ezberdinetarako (1000; 1300; 1700; 2000 L/h) karga-galera erreala (edo esperimentala) neurtu kobrezko tutuerian (3 elementua). Horretarako, aire-ur manometroa erabili (kable gorria eta urdina), zeinak jarioak pairatutako karga-galera mm ur-zutabetan (mm. u. z.) ematen baitu.
d) c) puntua errepikatu PVCzko tutuerian (D=21,2 mm) (1.2. irudia, 4 elementua).

Laborategian egin beharreko kalkuluak

e) Jarioaren batez besteko abiadura v kalkulatu, c) atalean erabilitako lau emarietarako (errotametroan neurtuak), $Q = v \cdot S$ izanik (*Q* emaria da, v batez besteko abiadura eta *S* tutueriaren zeharkako sekzioa).

f) Karga-galera teorikoa kalkulatu, erabilitako lau emarietarako, 1.1 ekuazioa erabiliz.
g) c) ataleko karga-galera errealak eta f) atalean kalkulatutako karga-galera teorikoak alderatu. Honako irudikapen grafiko hauek egin:
   i) Karga-galera teorikoa eta erreala *vs* emaria.
   ii) Karga-galera teorikoa *vs* karga-galera erreala.

Datuak

f-ren balioa zehazteko, PVCzko tutueria guztiz laua dela jo daiteke; hau da, bere zimurtasuna zero dela. Kobrezko tutueriaren zimurtasuna ε = 0,00152 cm da.

Uraren propietateak: dentsitatea 998 g/dm^3 eta biskositatea 1 cP

Kobrezko tutueria (3): Luzera: 1 m Diametroa: 16 mm
Zimurtasuna: .....mm Zimurtasun erlatiboa: .....

1.1. taula. Emaitzak jasotzeko taula.

Emaria (L/h)	Likidoaren altuera 1 puntuan (mm.u.z.)	Likidoaren altuera 2 puntuan (mm.u.z.)	$P_{sarrera}$ – $P_{irteera}$ (mm.u.z.)	Karga-galera erreala (mm.u.z)	Reynolds zenbakia (Re)	Marrusk. faktorea (f)	Karga-galera teorikoa (mm.u.z.)
1000							
1300							
1700							
2000							

PVCzko tutueria (4): Luzera: 1 m Diametroa: 21,2 mm
Zimurtasuna: .....mm Zimurtasun erlatiboa: .....

1.2. taula. Emaitzak jasotzeko taula.

Emaria (L/h)	Likidoaren altuera 1 puntuan (mm.u.z.)	Likidoaren altuera 2 puntuan (mm.u.z.)	$P_{sarrera}$ – $P_{irteera}$ (mm.u.z.)	Karga-galera erreala (mm.u.z)	Reynolds zenbakia (Re)	Marrusk. faktorea (f)	Karga-galera teorikoa (mm.u.z.)
1000							
1300							
1700							
2000							

B) Karga-galera kokatuak (90º-ko ukondoa)

Helburua. Osagarri baten K eta L_e parametroak kalkulatzea, eta bibliografian eskuragarri dauden balio teorikoekin alderatzea.

Oinarri teorikoa. Karga-galera kokatuak dira instalazioaren elementu osagarriek eragindakoak. Hala nola, jarioaren norantza edo zeharkako sekzioan aldaketak eragiten dituzten elementuak (adibidez, T motako konexioak, ukondoak, etab.), tutuen arteko loturak, balbulak, eta abar. Osagarri horiek eragindako karga-galera honako adierazpen honen bidez kalkula daiteke:

$$h_{f_{kokatua}} = K\frac{v^2}{2g} \text{ [m]} \qquad (1.2)$$

non K, galera-koefizientea, elementu bakoitzaren konstante bereizgarria baita.

Karga-galera kokatuak kalkulatzeko badago beste metodo bat, Darcy-Weisbach-en ekuazioan (1.1 ekuazioa) oinarrituta, emaria oso zurrunbilotsua denean erabili ohi dena. Metodo horretan, luzera baliokidearen (L_e) kontzeptua erabiltzen da, hau da, elementuaren karga-galera berdina eragingo lukeen hodi zuzenaren luzera.

$$h_{f_{kokatua}} = f\frac{L_e}{D}\frac{v^2}{2g} \text{ [m]} \qquad (1.3)$$

Atal esperimentala

1.1. irudian erabilitako ekipo esperimentala erakusten da.

Prozedura esperimentala

h) Ura bultzatzen duen ponpa piztu baino lehen, ziurtatu irekita daudela 1 eta 8 zenbakiekin adierazitako balbulak, eta 9 balbula itxita dagoela (ikus 1.2. irudia).
i) Ponpa piztu.
j) Ur-emaria erregulatu, 1 balbula erabiliz. Errotametroan (2 zenbakia) irakurri emaria. Presio-aldaketa neurtu 90º-ko ukondoan (10 elementua), lau emari ezberdinetarako (1000; 1300; 1700; 2000 L/h). Horretarako, aire-ur manometroa erabili (kable gorria eta urdina).

Laborategian egin beharreko kalkuluak

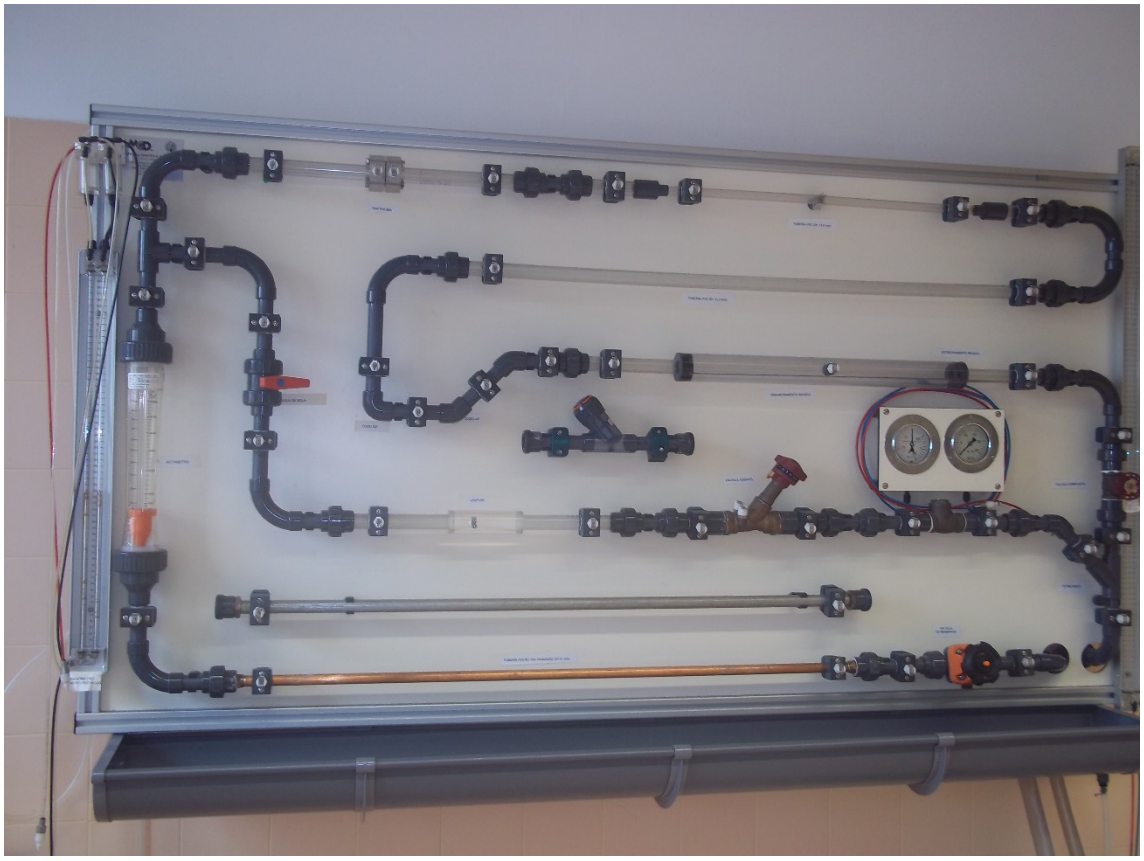
k) Jarioaren batez besteko abiadura *v* kalkulatu, j) atalean erabilitako lau emarietarako (errotametroan neurtuak), Q = v·S izanik (*Q* emaria da, *v* batez besteko abiadura eta *S* tutueriaren zeharkako sekzioa).
l) 90º-ko ukondoan neurtutako presio-aldaketaren balioak (k) atala) Bernoulliren ekuazioan ordezkatu, eta ukondoak eragindako karga-galera kalkulatu. Horretarako, ukondoaren sarrera eta irteerako altuera diferentzia (z_1-z_2) neurtuko da erregela batekin.
m) K eta L_e balioak zehaztu, metodo grafikoa erabiliz. 1.2 ekuazioaren arabera, h_f *vs* $v^2/2g$ irudikatuz, erabilitako lau emarietarako, maldaren balioa K da. Era berean, h_f *vs* $fv^2/2gD$ irudikatuz (1.3 ekuazioa), malda L_e da.

n) Alderatu ukondoarentzat lortutako L_e balio esperimentala eranskineko nomograma (1.3. irudia) erabiliz lortzen den balio teorikoarekin.

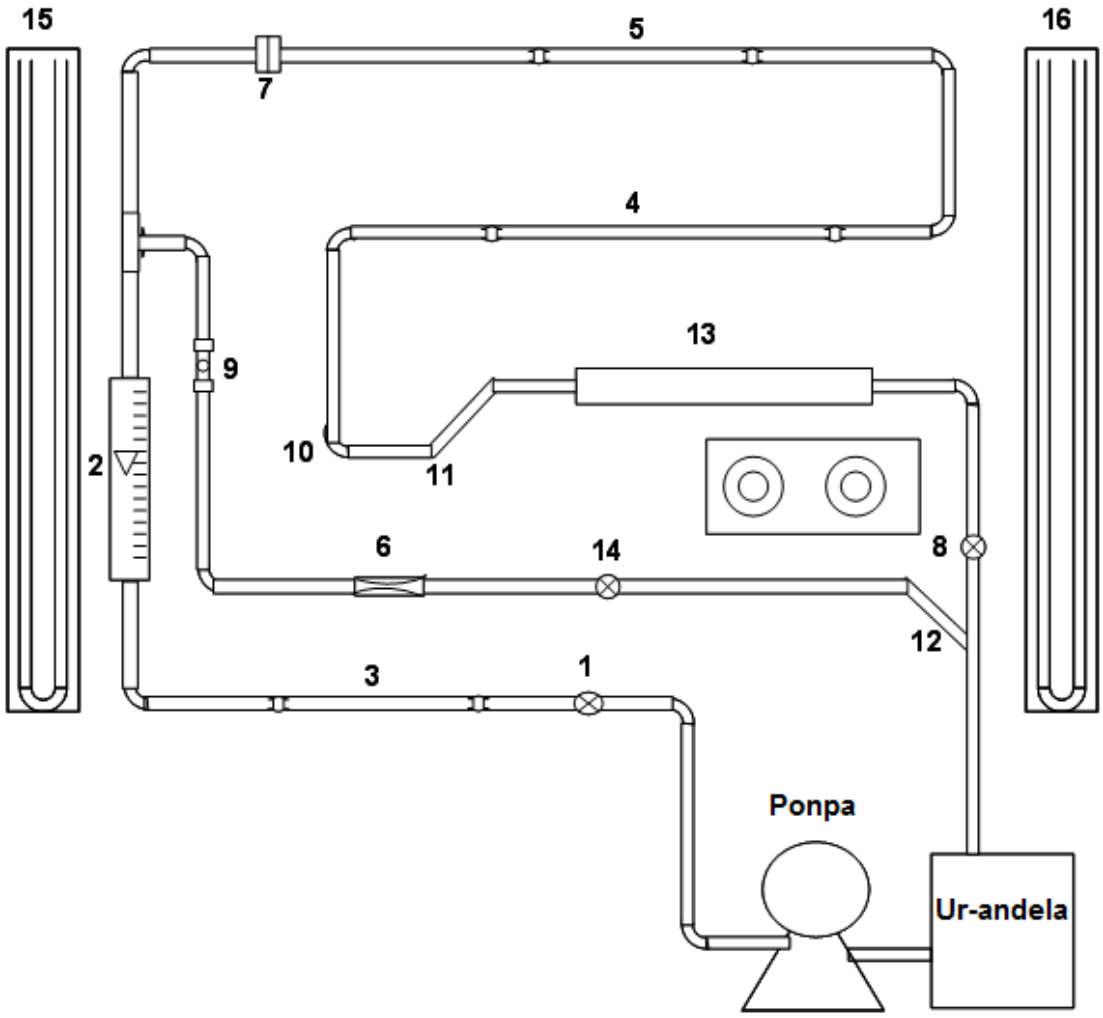
90º-ko ukondoa (10): Tutueriaren diametroa: 21,2 mm

1.3. taula. Emaitzak jasotzeko taula.

Emaria (L/h)	Likidoaren altuera 1 puntuan (mm.u.z.)	Likidoaren altuera 2 puntuan (mm.u.z.)	$P_{sarrera} - P_{irteera}$ (mm.u.z.)	$h_{fukondoa}$ (m)	Jarioaren abiadura (m/s)	Reynolds zenbakia (Re)	Marrusk. faktorea (f)
1000							
1300							
1700							
2000							

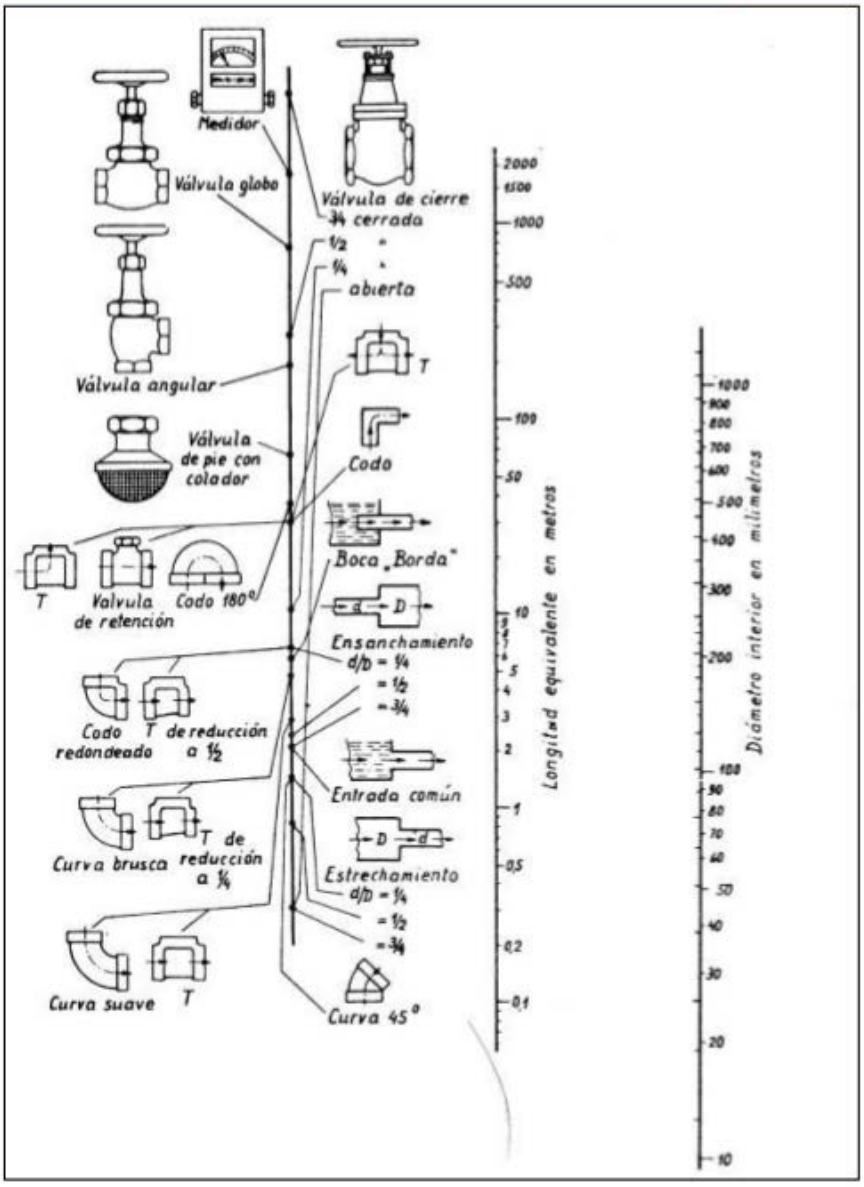


1.1. irudia. Hidraulikako praktikak egiteko ekipo esperimentalaren argazkia.

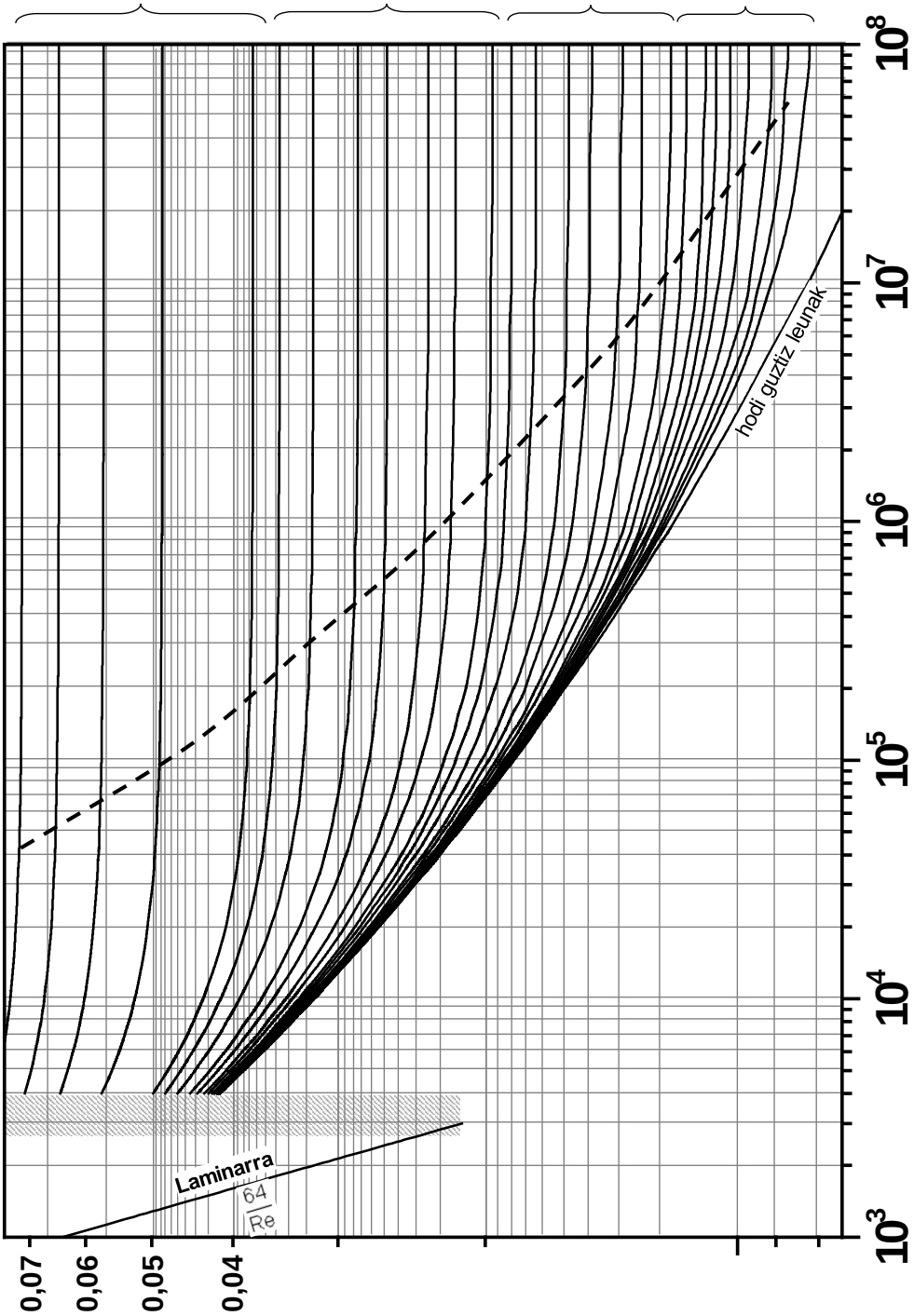


1. Mintz-balbula
2. Errotametroa
3. Kobrezko tutueria. Ø =16 mm, L=1 m.
4. PVCzko tutueria. Ø=21,2 mm, L=1 m.
5. PVCzko tutueria. Ø=13,6 mm, L=0,5 m.
6. Venturi
7. Diafragma
8. Uhate-balbula
9. Bola-balbula
10. 90º-ko ukondoa
11. 45º-ko ukondoa
12. T inklinatua
13. Bat-bateko zabalgunea
14. Asentu-balbula
15. Hg-ur manometroa
16. Ur-aire manometroa

1.2. irudia. Hidraulikako praktikak egiteko instalazioaren eskema.



1.3. irudia. Luzera baliokideak kalkulatzeko nomograma.



1.4. irudia. Moody-ren grafikoa (Ingeniaritza Kimikoaren Oinarriak, J.L. Ayastuy, 2008).

2. PRAKTIKA

TUTUERIETAN ZEHARREKO JARIOEN BATEZ BESTEKO ABIADURAREN ZEHAZTAPENA

Helburua. Tutuerietan zeharreko jarioetan, Venturi eta diafragma emari-neurgailuen funtzionamendua ulertzea.

Oinarri teorikoa. Tutueria batean zehar doan jarioaren abiadura aldatzen da tutueriaren diametroa aldatzen bada (masaren jarraitutasunaren legea). Abiadura-aldaketa horrek jarioaren presio-energiaren aldaketa dakar, Bernoulliren ekuazioak aurreikusten duen bezala.

Venturi eta *diafragma* izeneko elementuek jarioaren abiadura handitzen dute (estuguneak baitira) eta, ondorioz, estugunean presio-energia gutxitu egiten da. Presio-jaitsiera hori jarioaren abiaduraren araberakoa izango da, eta manometroen bidez esperimentalki neur daiteke.

Energiaren iraunkortasunaren legea jariakinen mekanikan aplikatzen denean, Bernoulliren ekuazioa (2.1 ekuazioa) eratortzen da. Horren arabera, jariakin ideal baten energia mekanikoa kontserbatu egiten da tutueria zati batean; hau da, bere energia zinetikoaren ($v^2/2g$), potentzialaren (z) eta presio-energiaren ($P/\rho g$) batukaria konstante mantentzen da sarrera eta irteera sekzioen artean. Jariakin erreal batean, aldiz, likatasunaren eraginez likidoak energia galtzen du jariatzen den heinean. Galdutako energia hori Bernoulliren ekuazioan agertzen den h_f batugaia da, karga-galera, alegia. Halaber, h_p terminoa jarioari emandako energia da, ponpaketa-sistema baten bidez. Ohartu, 2.1 ekuazioan, energia mota bakoitza adierazi dela sarrera sekziotik (1 sekzioa) irteera sekziora (2 sekzioa) jariatzen den Newton bakoitzeko.

$$\frac{V_1^2}{2g}+z_1+\frac{P_1}{\rho g}+h_p-h_f=\frac{V_2^2}{2g}+z_2+\frac{P_2}{\rho g} \quad [J/N] = [m] \qquad (2.1)$$

Halaber, masaren iraunkortasunaren legea betetzen da 1-2 tartean (2.2 eta 2.3 ekuazioak). Jariakin konprimaezin baterako, dentsitatea (ρ) konstante mantentzen denez, emari bolumetrikoa (Q) ere konstante izango da (2.4 ekuazioa). Halaber, emari bolumetrikoa likidoaren batez besteko abiaduraren (v) eta tutueriaren sekzioaren (S) arteko biderkadura bezala idatz daiteke (2.5 ekuazioa). Horrela, masaren iraunkortasunaren adierazpena 2.7 ekuazioaren arabera idatz daiteke tutueria zati batean zehar:

$$F_1=F_2 \qquad [kg/s] \qquad (2.2)$$

$$Q_1 \cdot \rho_1 = Q_2 \cdot \rho_2 \qquad [kg/s] \qquad (2.3)$$

$$Q_1=Q_2 \qquad [m^3/s] \qquad (2.4)$$

$$Q_i=V_i \cdot S_i \qquad [m^3/s] \qquad (2.5)$$

$$S_i = \frac{\pi \cdot D_i^2}{4} \qquad [m^2] \qquad (2.6)$$

$$V_1 \cdot D_1^2 = V_2 \cdot D_2^2 \qquad (2.7)$$

Jario ideal baterako, zeinetan karga-galera zero baita, aurreko bi ekuazioak, Bernoulliren ekuazioa (2.1 ekuazioa) eta masaren iraunkortasunaren legea (2.7 ekuazioa), bateratuz, batez besteko abiadura teorikoa aurreikusten duen adierazpena erator daiteke. Emari erreal baten abiadura teorikoa zehazteko, aldiz, faktore batekin (C_D, deskarga-koefizientea) biderkatu behar da adierazpena, karga-galerak zenbatesteko.

Venturi eta diafragma $$V_2 = C_D \sqrt{\frac{2 \cdot g \cdot \Delta h_m \cdot \left(\frac{\rho_m}{\rho} - 1\right)}{\left(1 - \left(\frac{D_2}{D_1}\right)^4\right)}} \quad [m/s] \qquad (2.8)$$

C_D parametroa 2.1. irudiko grafikoa erabilita zehaztu daiteke. Horren balioa estuguneko Reynolds zenbakiaren ($Re = D\ v\ \rho/\mu$) eta estugune/tutueria diametroen arteko erlazioaren (D_2/D_1) araberakoa da.

Non:

- ρ: Likidoaren dentsitatea, kg/m^3
- ρ_m: Likido manometrikoaren dentsitatea, kg/m^3
- g: Grabitatearen azelerazioa, m/s^2
- D_1: Tutueriaren diametroa, m
- D_2: Estugunearen diametroa, m
- c_D : Diafragmaren edo venturiaren deskarga-koefizientea
- Δh_m: Manometroan, adarren arteko altuera-diferentzia, m

Atal esperimentala

1.1. irudian erabilitako ekipo esperimentala erakusten da.

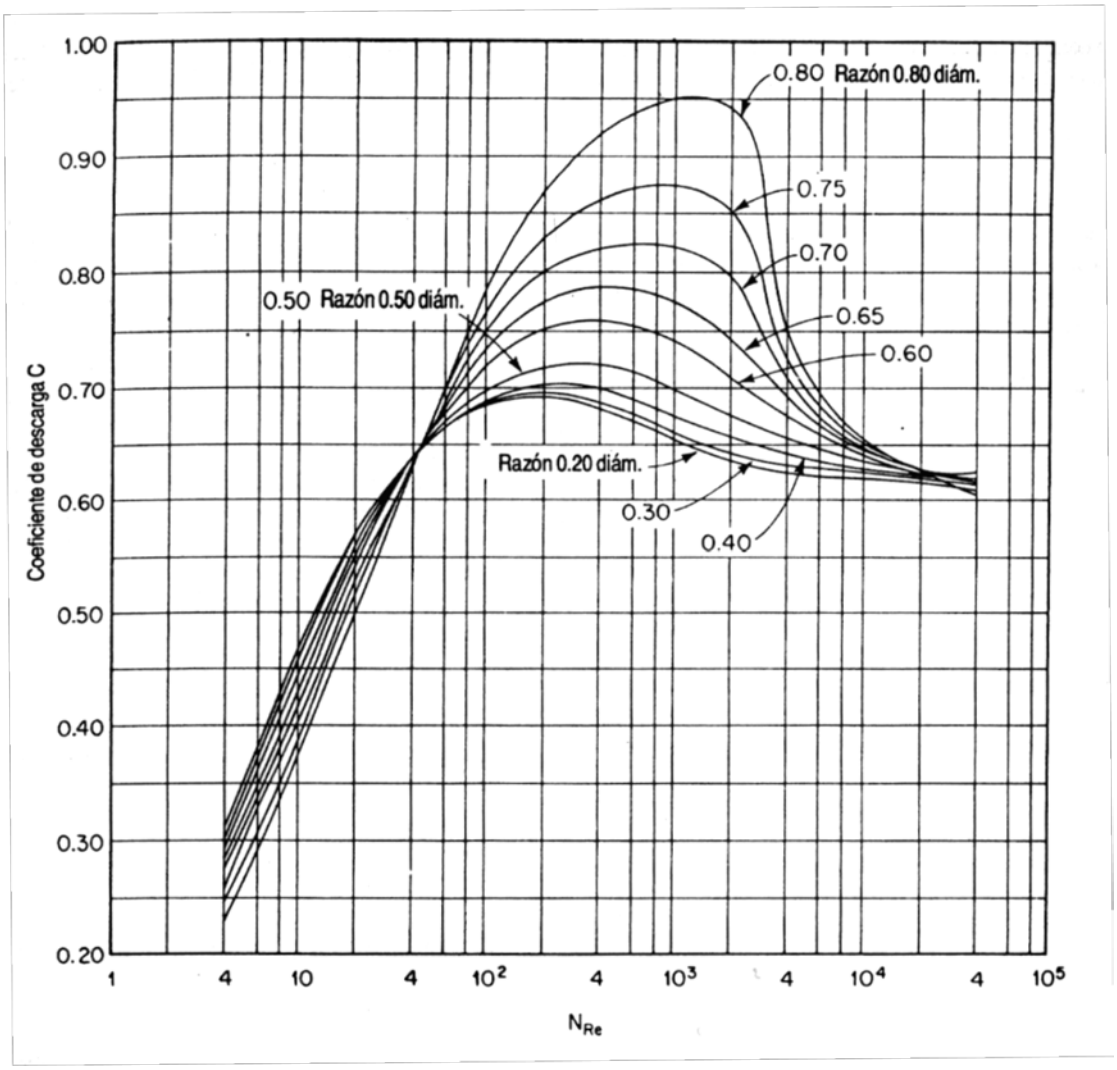
<u>Prozedura esperimentala</u>

a) Ponpa piztu aurretik, 1 zenbakiarekin adierazitako balbula laranja irekita dagoela ziurtatu (1.2. irudia). Presio-jaitsiera irakurketak egiteko: venturian bada, 9 balbula ireki eta 8 itxi; diafragman egiteko, 8 balbula ireki eta 9 itxi.
b) Ponpa piztu.
c) Ur-emaria erregulatu 1 balbula erabilita. Errotametroan irakurri emaria (1.2. irudiko 2 zenbakia).
d) Lau emaritarako (900;1200;1500;1700 l/h) venturiak sortutako presio-aldaketa idatzi (Δh_m). Erabili merkuriozko manometroa (kable beltza eta kolorgea).

Laborategian egin beharreko kalkuluak:

e) d) ataleko Δh_m balioak 2.3 ekuazioan ordezkatu eta jarioaren (uraren) batez besteko abiadura «teorikoa» kalkulatu.
f) d) atalean aukeratutako lau emarietarako (errotametroan neurtuak), kalkulatu jarioaren batez besteko abiadura «erreala» (Q = S·V).
g) Errepikatu e) eta f) atalak diafragma erabiliz.
h) Konparatu f) ataleko jarioaren abiadura «erreala» (errotametroarekin neurtua) eta e) ataleko abiadura «teorikoa» (venturi eta diafragmaren datuak erabiliz kalkulatua). Egin irudikapen grafikoa.

Datuak:
PVC tutueria, barne-diametroa 21,2 mm Venturiaren barne-diametroa 13 mm.
Diafragmaren barne-diametroa 15 mm



2.1. irudia. Deskarga-koefizientea, Reynolds zenbakiaren eta diametroen arteko erlazioaren arabera. (Re zenbakia estugunearen erdialdean kalkulatzen da).

a) Venturi (6): Tutueriaren barne-diametroa: 21,2 mm
Estugunearen diametroa: 13 mm

2.1. taula. Emaitzak jasotzeko taula.

Emaria (l/h)	1. puntuko altuera (mm Hg) h_1	2. puntuko altuera (mm Hg) h_2	Altuera-dif. (Δh_m) (mm Hg) $(h_1 - h_2)$	Reynolds zenbakia (**Re**)	Deskarga-koefizientea (C_D)	Abiadura teorikoa ($v_{venturi.}$) (m/s)
900						
1200						
1500						
1700						

b) Diafragma (7): Tutueriaren barne-diametroa: 21,2 mm

Barne-diametroa: 15 mm

2.2. taula. Emaitzak jasotzeko taula.

Emaria (l/h)	1. puntuko altuera (mm Hg) h_1	2. puntuko altuera (mm Hg) h_2	Altuera-dif. (Δh_m) (mm Hg) $(h_1 - h_2)$	Reynolds zenbakia (**Re**)	Deskarga-koefizientea (C_D)	Abiadura teorikoa ($v_{diafragma}$) (m/s)
900						
1200						
1500						
1700						

Emaitzak laburbiltzeko, erabili honako taula hau.

2.3. taula. Emaitzak laburbiltzeko taula.

Errotametroarekin neurtutako emaria (l/h)	Venturiarekin neurtutako emaria (l/h)	Diafragmarekin neurtutako emaria (l/h)
900		
1200		
1500		
1700		

3. PRAKTIKA

MATERIA-BALANTZEEN EBAZPENA NAHASKETA-ERAGIKETA BATEAN

Helburua. Egoera geldikorrean gertatzen den nahasketa-eragiketa unitario baten masa balantzeak ebaztea.

Oinarri teorikoa.
Praktika honetan, era jarraituan egiten den NaCl-zko ur-disoluzio biren (kontzentrazio ezberdina dutenak) nahasketa-eragiketa aztertuko da (3. 1. irudia). Nahasgailuaren irteerako korrontearen kontzentrazioa (C_3) teorikoki eta esperimentalki zehaztuko da. Irudian, Q terminoek emariak adierazten dituzte, eta C terminoek, aldiz, kontzentrazioak.

3.1. irudia. Nahasketa-eragiketaren bloke-diagrama.

Praktika honetan, elikatutako disoluzioen kontzentrazioak (C_1 eta C_2) ezagunak izango dira (kalkulatuko dira), eta emariak (Q_1 eta Q_2) finkatuko dira, egoitza-denbora jakin bat izateko. Nahasgailuaren egoitza-denbora (*Hydraulic residence time, HRT*) zera da, nahasgailuaren bolumen berdineko elikadura (korronte bakarra edo korronte anitzen batura) tratatzeko beharrezko denbora. Nahasgailu ideal batean, egoitza-denbora nahasgailuaren bolumena (V) eta elikatutako emaria (Q) zatituz kalkulatzen da.

$$HRT = \frac{V}{Q} = \frac{V}{Q_1 + Q_2} \qquad (3.1)$$

Irteerako emaria (Q_3) eta kontzentrazioa (C_3) teorikoki kalkulatzeko, materia-balantzeak erabiliko dira. Materia-balantzea masa-fluxuen eta horien aldaketen kontabilitatea da. Materia-balantzeak asko erabiltzen dira Ingeniaritza Kimikoan eta elikagaien ekoizpenean, zenbait helbururekin: neurtu ezin diren korronteen konposizioak kalkulatzea, prozesuen diseinua egitea, etab.

Balantzeak sistema ezberdinetan plantea daitezke: prozesu oso batean edo eragiketa batean, adibidez. Kasu honetan, aukeratutako sistema nahasgailua izango da. Horrela, praktika honetan ebatziko diren balantzeak integralak dira, sistemaren bolumena mugatua delako (hau da, nahasgailua bere osotasunean aztertuko da, eta ez nahasgailua osatzen duen elementu diferentzial bakoitza). Balantze makroskopiko horiek ekuazio algebraikoen bidez adieraziko dira.

Materia-balantzeak totalak edo partzialak izan daitezke. Lehenengo motak korronte bakoitzaren masa osoa hartzen du kontuan. Materia-balantze partzialek, aldiz, konposatu kimiko bakarra kuantifikatzen dute.

Materia-balantze totala (edo osoa) masaren kontserbazio-legean oinarritzen da. Lege horren arabera, materia ez da sortzen ezta desagertzen ere, eraldatu egiten da. Hala, materia-balantze totalaren adierazpen orokorra honako hau izango da:

[Akumulazioa] = [Sarrera] – [Irteera] (3.2)

Akumulazio terminoak denborarekiko aldaketa adierazten du. Kasu honetan, egoera geldikorra aztertuko dugunez, termino hori ken daiteke. Izan ere, egoera geldikorrean aldagaiak (hala nola emariak eta kontzentrazioak) denborarekin konstante mantentzen dira (hau da, denbora ez da kontuan hartu beharreko aldagaia). Beraz, ekuazioa sinplifikatu egiten da:

[Sarrera] = [Irteera] (3.3)

Materia-balantze osoa masan planteatu behar da. Hala:

$$Q_1 \cdot \rho_1 + Q_2 \cdot \rho_2 = Q_3 \cdot \rho_3 \quad (3.4)$$

Non Q terminoek emariak adierazten baitituzte, eta ρ terminoek dentsitateak.

Kasu honetan, elikatzen diren disoluzioak oso diluituak direnez, dentsitate guztiak berdinak direla jo dezakegu. Hala, dentsitatearen terminoak sinplifika ditzakegu:

$$Q_1 + Q_2 = Q_3 \quad (3.5)$$

Aurreko balantzearekin, irteerako emaria (Q_3) kalkula dezakegu. Irteerako kontzentrazioa (C_3) kalkulatu ahal izateko, materia-balantze partziala planteatu behar dugu.

Materia-balantze partzialen adierazpen orokorrean termino berri bat agertzen da, *sorrera*, alegia. Izan ere, masa osoa kontserbatu egiten da, baina konposatu bat sortu edo desagertu daiteke, erreakzio kimikoa badago. Horrela:

[Akumulazioa] = [Sarrera] – [Irteera] + [Sorrera] (3.6)

Kasu honetan, nahasketa-eragiketa bat denez, ez dago erreakzio kimikorik (sorrera terminoa = 0). Gainera, egoera geldikorra aztertuko dugunez, *akumulazio* terminoa zero izango da. Orduan, aurreko adierazpen berdina lortuko dugu:

[Sarrera] = [Irteera] (3.7)

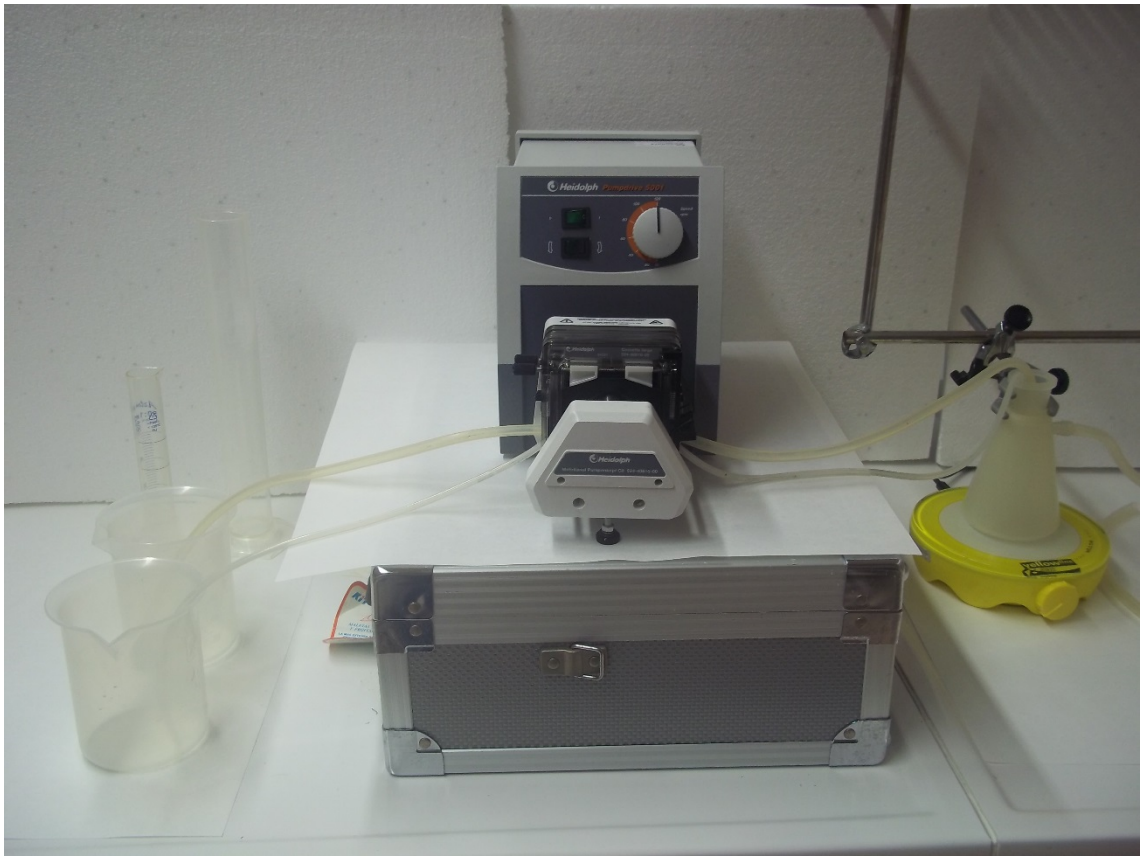
Disoluzioak NaCl-zkoak direnez, materia-balantze partziala NaCl-rako planteatuko da. Hala:

$$Q_1 \cdot C_1 + Q_2 \cdot C_2 = Q_3 \cdot C_3 \quad (3.8)$$

Non C korronte bakoitzaren NaCl kontzentrazioa baita.

Atal esperimentala

3.1. irudian erabilitako muntaia esperimentala erakusten da.



3.1. irudia. Materia-balantzeen praktika egiteko muntaia esperimentalaren argazkia.

<u>Materiala</u>

Ponpa peristaltikoa (kanal anitzekoa)
Kitasato-matrazea (nahasgailua)
Irabiagailu magnetikoa
Eroankortasun elektrikoaren neurgailua
1000 mL-ko prezipitatu-ontziak (2 unitate)
500 mL-ko prezipitatu-ontziak (2 unitate)
250 mL-ko prezipitatu-ontziak (2 unitate)
Kronometroa
25, 100 eta 250 mL-ko probetak
Kontzentrazio ezezaguneko NaCl-zko disoluzioak (bi disoluzio, kontzentrazio-tartea 0,05-0,5 M)

Prozedura orokorra

Hona hemen praktikan jarraituko diren urratsen laburpena. Hurrengo atalean, atal bakoitzean egin behar dena zehaztuko da.

I. NaCl **kontzentrazio esperimentala**ren zehaztapena

Nahasketa-eragiketaren irteerako korrontearen kontzentrazioa esperimentalki zehazteko (C_3), honako pauso hauek jarraitu beharko dira:

i. NaCl-ren kalibrazio-kurba egin (emandako balioekin), eroankortasuna *vs* kontzentrazioa erlazioa ezagutzeko.
ii. Nahasketa martxan jarri (ponparen biratze-abiadura zehaztu ondoren), eta itxaron egoera geldikorra lortu arte.
iii. Irteerako korrontearen eroankortasuna neurtu, eta, kalibrazio-kurba erabiliz, kontzentrazio-balio esperimentala zehaztu (C_3).

II. NaCl **kontzentrazio teorikoa**ren zehaztapena

Nahasketa-eragiketaren irteerako kontzentrazioa teorikoki ($C_{3,T}$) zehazteko, honako pauso hauek jarraitu beharko dira:

i. NaCl-ren kalibrazio-kurba egin (emandako balioekin), eroankortasuna *vs* kontzentrazioa erlazioa ezagutzeko.
ii. Ponparen kalibrazio-kurba egin, emaria *vs* errotorearen biraketa-abiadura erlazioa ezagutzeko.
iii. Ponparen biratze-abiadura zehaztu, nahi den egoitza-denbora lortzeko (nahasgailuaren bolumena neurtu behar da).
iv. Elikatuko diren emariak (Q_1 eta Q_2) zehaztu, ponparen kalibrazio-kurbak erabiliz.
v. Elikatutako disoluzioen eroankortasuna neurtu, eta, kalibrazio-kurba erabiliz, C_1 eta C_2 zehaztu.
vi. Nahasgailuan masa-balantze totala eta partziala (NaCl-rako) ebatzi, eta kontzentrazio teorikoa zehaztu ($C_{3,T}$).

Prozedura esperimentala

- *NaCl-ren kontzentrazioa zehazteko kalibrazio-kurba*

a) Irudikatu NaCl-ren kontzentrazioa *vs* eroankortasun elektrikoa, honako datu hauekin. Lerro zuzen bat doitu, erregresio linealaren bidez.

3.1. taula. NaCl-ren kalibrazio-kurba irudikatzeko datuak.

C (M)	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
Eroankortasuna (mS)	4,9	9,2	16,5	22,4	27,9	32,5

- *Ponparen kalibrazioa*

Ponparen biraketa-abiadura kontrolatu daiteke, baina biraketa-abiadura bakoitzarekin ponpak ematen duen emaria ezezaguna da. Hala, bi parametroak erlazionatzen dituen kalibrazio-kurba egin behar da: emaria *vs* errotorearen biraketa-abiadura (10-40 rpm-ko tartean). Kontuan izan emaria xurgatze-hodiaren barne-diametroaren araberakoa dela. Horrela, biraketa-

abiadura berdinarekin, diametro ezberdineko hodiek emari ezberdina emango dute.

b) Kontzentrazio ezezaguneko bi disoluzioak 1000 mL-ko prezipitatu-ontzi banatan sartu, eta ponparen xurgatze-hodi bana sartu bakoitzean. Ponparen deskarga-hodiak beste bi prezipitatu-ontzitan sartu (500 mL-koak), erabilitako disoluzioak jasotzeko eta ondoren berrerabili ahal izateko. (KONTUZ! Ez nahastu disoluzioak eta ondo identifikatu zein den bakoitza).
c) Ponpa peristaltikoa martxan jarri, eta biraketa-abiadura bat ezarri. Disoluzio bakoitzaren emaria neurtu (Q_1 eta Q_2), probeta eta kronometro bat erabilita.
d) Errepikatu c) atala beste lau biraketa-abiadura erabiliz, eta irudikatu hiru kalibrazio-kurbak: (i) Q_1, L/min *vs* biraketa-abiadura, rpm, (ii) Q_2, L/min *vs* biraketa-abiadura, rpm, eta (iii) emari totala ($Q_1 + Q_2$, L/min) *vs* biraketa-abiadura, rpm. (Oharra: disoluzioak oso diluituak direnez, guztien dentsitatea berdina dela jo dezakegu)

- *Nahasgailuaren bolumenaren zehaztapena*

e) Nahasgailua ur distilatuz bete, eta probeta batekin neurtu bolumena.

- *Nahasketa-eragiketa*

f) Kalkulatu zein den elikatu behar den emari totala (Q_1 eta Q_2-ren batura), nahasgailuaren egoitza-denbora 5 min ingurukoa izateko.
g) Kalkulatu zein izan behar den ponparen biratze-abiadura, aurreko atalean kalkulatutako emaria elikatzeko. Horretarako, ponparen kalibrazio-kurbak erabili behar dira.
h) Erabiliko den biratze-abiadurari dagozkion Q_1 eta Q_2 emariak zehaztu, kalibrazio-kurbak erabiliz.
i) Kontzentrazio ezezaguneko disoluzioak 1000 mL-ko prezipitatu-ontzietan sartu berriro, eta haien eroankortasuna neurtu.
j) Ponparen xurgatze-hodiak 1000 mL-ko prezipitatu-ontzietan sartu, eta deskarga-hodiak nahasgailuan (kitasato-matrazea). Ponpa piztu, eta irabiagailu magnetikoa martxan jarri.
k) Nahasgailutik gainezka ateratzen den jarioaren laginketa egin, zenbait minutuero (zuek aukeratu denbora-tartea), eta laginen eroankortasuna neurtu. Saiakuntza jarraitu irteerako eroankortasuna konstantea dela behatu arte; hau da, prozesuak egoera geldikorra erdietsi arte.

<u>Kalkuluak</u>

l) Neurtutako eroankortasun-balioekin, zehaztu kontzentrazio ezezaguneko disoluzioen kontzentrazioa (C_1 eta C_2), eta nahasgailuaren irteerako disoluzioarena, egoera geldikorra lortu ondoren (C_3). Azken hori kontzentrazio esperimentala izango da. Horretarako, a) atalean egindako kalibrazio-kurba erabili.
m) Nahasgailura elikatutako korronteen datuak erabilita (Q_1, Q_2, C_1 eta C_2), ebatzi nahasketa-eragiketaren masa-balantzeak, eta kalkulatu irteerako korrontearen kontzentrazioa ($C_{3,T}$). Balio hori «teorikoa» izango da. (Oharra: korronte guztiek dentsitate berdina dutela onar daiteke).
n) Egiaztatu bat datozela l) atalean esperimentalki zehaztutako nahasgailuaren irteerako kontzentrazioa (C_3) eta m) atalean masa-balantzeetatik zehazturiko balio teorikoa ($C_{3,T}$).

o) Demagun ponparen biraketa-abiadura bikoizten dugula. Zer gertatuko litzateke irteerako emariarekin (Q_3)? Eta kontzentrazioarekin (C_3)? Arrazoitu erantzuna.

4. PRAKTIKA

MASA- ETA ENERGIA-BALANTZEEN EBAZPENA LURRUNGAILU BATEAN

Helburua. Materia- eta energia-balantzeak ebaztea lurrungailu ez-jarraitu batean. Halaber, berotze-sistemaren bero-galerak kalkulatzea.

Oinarri teorikoa. Energia-trukea gertatzen den ekipoak diseinatzeko eta baita ekipo horien eskakizun energetikoak kalkulatzeko ere, ezinbestekoa da energia-balantzeak egitea. Energiaren kontserbazio-legearen arabera, sistema batean energia ez da sortzen, ezta desagertzen ere; soilik eraldatu egiten da.

Praktika honetan ur-bolumen bat lurrunduko da, eragiketa ez-jarraitu bat erabiliz.
Erreakzio kimikorik gabeko prozesu ez-jarraitu honetan, sistemak ez duenez lan moduan energiarik trukatzen, energia-balantzea honela idatz daiteke:

$$E_o \pm Q = E_t \; [kJ] \qquad (4.1)$$

Non, E_o eta E_t sistemak prozesua gertatu aurretik eta ondoren (t berotze-denboraren ondoren) duen energia baitira, eta Q sistemak ingurunearekin trukatutako energia.

Masa-balantzea honela idatz daiteke, hasierako eta bukaerako egoerak (t berotze-denboraren ondoren) kontuan hartuz:

$$M_o = R_t + V_t \; [kg] \qquad (4.2)$$

Non,
M_o uraren hasierako masa, kg
R_t lurrundu gabeko masa, kg
V_t lurrundutako masa, kg

<u>Energia-balantzea lurrungailuan</u> (4.3 ekuazioa) honela idatz daiteke, hasierako eta bukaerako egoerak kontuan hartuz. Oharra: beiraren bero-ahalmena arbuiatu da, ebazpena errazteko.

$$M_o[kg] \cdot h_o \left[\frac{kJ}{kg}\right] + Q_{trans}[kJ] = R_t[kg] \cdot h_R \left[\frac{kJ}{kg}\right] + V_t[kg] \cdot h_V \left[\frac{kJ}{kg}\right] \quad [kJ] \qquad (4.3)$$

Non,
h_o uraren entalpia hasieran, kJ/kg
h_R lurrundu gabeko ur-masaren entalpia, kJ/kg
h_V lurrundutako ur-masaren entalpia, kJ/kg
Q_{trans} lurrungailuak kanpotik (berotze-plakatik) xurgatutako beroa

Bestalde, berotze-plakak sortutako beroaren zati bat galtzen da, prezipitatu-ontziak xurgatzen ez duelako. Hala, <u>energia-balantzea berotze-plakan</u> honela

idatz daiteke, hasierako eta bukaerako egoerak (t berotze-denboraren ondoren) kontuan hartuz:

$$Q_{konts}\,[kWh]\cdot 3600\left[\frac{s}{h}\right] = Q_{trans}\,[kJ] + q_{gal}\,[kJ] \quad [kJ] \tag{4.4}$$

non,

Q_{konts} berotze-plakak sare elektrikotik kontsumitutako energia, kWh
Q_{trans} prezipitatu-ontziak xurgatutako beroa (berotze-plakatik), kJ
q_{gal} bero-galerak, berotze-plakatik inguruneetara, kJ

Lurrungailuaren bero-galerak zehazteko, lehenbizi, 4.3 ekuazioa ebatzi behar da, Q_{trans} zehazteko. Horretarako, entalpiaren balioak kalkulatu behar dira.

Energiaren iraunkortasunaren legea aplikatzen denean, kontuan izan behar da ezin direla entalpiaren balio absolutuak zehaztu. Aldiz, kalkula daitezke egoera-aldaketen ondorioz (T, P eta agregazio-egoera) dauden entalpia-aldaketak. Hala, entalpiari balioak eman diezazkiokegu hautazko erreferentzia-egoera batekiko (T_{ref}), erreferentzia-egoeraren entalpiaren balioa 0 izanik.

Erreakzio kimikorik ez badago, erreferentzia-egoera (edo tenperatura) edozein izan daiteke. Kalkuluak errazteko, maiz, prozesuaren hasierako egoera (edo sarrerako korrontearena) aukeratzen da. Presio konstantean gertatzen den prozesu batean, bere hasierako eta bukaerako entalpia-balioak (4.5) – (4.7) ekuazioen arabera zehaztu daitezke.

$$h_0 = C_{p,lik}\left[\frac{kJ}{kg^{o}C}\right](T_0 - T_{ref})\left[{}^{o}C\right] \qquad \left[\frac{kJ}{kg}\right] \tag{4.5}$$

$$h_R = C_{p,lik}\left[\frac{kJ}{kg^{o}C}\right](T_R - T_{ref})\left[{}^{o}C\right] \qquad \left[\frac{kJ}{kg}\right] \tag{4.6}$$

$$h_v = C_{p,lik}\left[\frac{kJ}{kg\,{}^{o}C}\right](T_R - T_{ref})\left[{}^{o}C\right] + \lambda\left[\frac{kJ}{kg}\right] \qquad \left[\frac{kJ}{kg}\right] \tag{4.7}$$

non,

$C_{p,lik}$ ur likidoaren bero espezifikoa, kJ/(kg °C)
T_R uraren irakite-tenperatura, °C
T_{ref} erreferentzia-tenperatura, °C
λ uraren bero sorra egurats-presioan, kJ/kg

Atal esperimentala

4.1. irudian praktika egiteko muntaia esperimentalaren argazkia erakusten da.

4.1. irudia. Materia- eta energia-balantzeak ebazteko praktika egiteko muntaia esperimentalaren argazkia.

Materiala

Lurrungailua (prezipitatu-ontzia) (2 unitate, diametro ezberdinekoak)
Berotze-plaka
Balantza
Kontsumo elektrikoaren neurgailua
Termometroa
Eskularruak

Prozedura esperimentala

a) 150 cm^3 ur pisatu (M_0) eta lurrungailuan sartu. Hasierako tenperatura (T_0) neurtu.
b) Elektrizitate-neurgailua zeroan jarri. Ohartu neurgailuak kontsumitutako energia kWh-tan adierazten dela.
c) Berotze-potentzia % 25ean ezarri, lurrungailua plakaren gainean jarri, eta plaka piztu. Ez aldatu beroketa-potentzia saiakuntzak irauten duen bitartean. Uraren irakite-tenperatura neurtu (T_R).
d) Uraren 100 cm^3 inguru lurrundu direnean, lurrundu gabe geratu den ura pisatu (R_t) eta denbora-tarte horretan kontsumitutako energia idatzi (Q_{konts}).
e) Errepikatu a)-d) atalak, bigarren lurrungailua erabiliz.

Laborategian egin beharreko kalkuluak (erabilitako bi lurrungailuetarako)

f) Ebatzi masa-balantzea lurrungailuan, eta zehaztu lurrundutako masa (V_t).
g) Ebatzi energia-balantzea lurrungailuan (4.3 ekuazioa), eta zehaztu urak kanpotik xurgatu duen beroa (Q_{trans}).
h) Ebatzi energia-balantzea berotze-plakan (4.4 ekuazioa), eta kalkulatu bero-galerak (q_{gal}).
i) Zehaztu berotze-plakaren eraginkortasuna (η). Hau da, plakak kontsumitutako energiaren zein portzentaje xurgatu duen lurrungailuak (prezipitatu-ontziak).
j) Lurrungailuen artean ezberdintasunik ba al dago? Zergatik?

5. PRAKTIKA

ETANOLAREN OXIDAZIOAREN AZTERKETA ZINETIKOA

Helburua. Etanolaren oxidazioaren erreakzio-ordenak zehaztea eta itxurazko konstante zinetikoa kalkulatzea.

Oinarri teorikoa. Erreakzio kimikoa da substantzia batzuk (erreaktiboak) beste substantzia batzuetan (produktuak) eraldatzen dituen prozesua. Horretan, atomoak berrantolatzen dira (lotura batzuk apurtzen dira, eta beste batzuk eratu).

Erreakzio baten abiadura da erreakzio kimikoan bihurtzen den substantzia baten kantitatea (molak, gehienetan), denbora eta oinarrizko erreferentziarekiko (gehienetan, bolumen unitateko). Adibidez, A erreaktiboaren desagertze-abiaduraren unitateak honako hauek izan daitezke:

$$(-r_A)\left[\frac{mol_A}{m^3 \cdot s}\right] \tag{5.1}$$

Erreakzio-abiadura adierazteko, ekuazio zinetikoa erabiltzen da. Ekuazio zinetikoa da aldagai ezberdinek (presioa, erreaktibo eta produktuen kontzentrazioa, etab.) erreakzio-abiaduran zein eragin duten adierazten duen ekuazioa. Ekuazio zinetikoa erabil daiteke erreaktoreak diseinatzeko eta erreakzio-baldintzak optimizatzeko.

Erreakzio kimiko gehienen abiadura ekuazio zinetiko potentzialak erabiliz adieraz daiteke:

$$aA + bB \rightarrow cC + dD \tag{5.2}$$

$$(-r_A) = -\frac{dC_A}{dt} = k\left(C_A\right)^{n_1}\left(C_B\right)^{n_2} \tag{5.3}$$

Ikusten den moduan, erreakzio-abiadura erreaktiboen kontzentrazioen eta tenperaturaren menpekoa da. n_1 eta n_2 A eta Bren erreakzio-ordena partzialak dira (bien batura da erreakzioaren ordena osoa edo erreakzioaren ordena). *k* erreakzioaren konstante zinetikoa da, tenperaturaren menpekoa.

Zinetika kimikoaren azterketa erreaktiboen eta produktuen kontzentrazioa denboran zehar deskribatzen dituen ekuazio zinetikoa eta konstante zinetikoa lortzean datza.

Praktika honetan, etanolaren oxidazioaren azterketa zinetikoa egingo da. Alkoholen oxidazioa da kromatoa ($HCrO_4^-$) bezalako agente oxidatzaileen presentzian erraz gertatzen den erreakzio kimiko homogeneoa. Honako hau da ingurune azidoan gertatzen den erreakzioa:

$$3\,CH_3CH_2OH + 4\,HCrO_4^- + 16\,H^+ \rightarrow 3\,CH_3COOH + 4\,Cr^{3+} + 13\,H_2O \tag{5.4}$$

Erreakzioaren jarraipena disoluzioaren kolore-aldaketa behatuz egin daiteke. Izan ere, erreakzioaren hasieran disoluzioak $HCrO_4^-$ espezieei dagokien kolore laranja dauka, eta bukaeran, aldiz, disolbaturiko Cr^{3+} ioiei dagokien kolore berdea. Disoluzioan dauden $HCrO_4^-$ ioien kontzentrazioa neurtuko da denboran zehar, argi ikuskorraren *absortzio espektrometriko* izeneko teknika erabiliz. Denborarekin neurtuko den kromato ioien absorbantziaren gutxitzea etanolaren kontzentrazioa murriztearen ondorio zuzena da.

Espezie baten kontzentrazioaren eta absorbantziaren arteko erlazioa Beer-Lamberten legeak ematen du:

$$C = \frac{A}{\alpha \cdot l} \tag{5.5}$$

non,

α absorbantzia-koefizientea, cm^{-1}/mM
l azpilaren pausoaren luzera, cm (balioa neurketa-gelaxkan behatu)
A absorbantzia

Aztergai den erreakzioaren erreakzio-abiadura honako ekuazio potentzial honen bidez deskriba daiteke.

$$\left(-r_{HCrO_4^-}\right) = \frac{-dC_{HCrO_4^-}}{dt} = k\left(C_{HCrO_4^-}\right)^{n_1}\left(C_{CH_3CH_2OH}\right)^{n_2}\left(C_{H^+}\right)^{n_3} \tag{5.6}$$

Kasu honetan, etanolaren eta azidoaren kontzentrazioak kromatoarena baino askoz handiagoak direnez, konstantetzat har daitezke (hasierako balioak ez direla aldatzen jotzen da). Hala, erreakzio-abiaduraren adierazpena sinplifikatu egiten da:

$$\left(-r_{HCrO_4^-}\right) = \frac{-dC_{HCrO_4^-}}{dt} = k'\left(C_{HCrO_4^-}\right)^{n_1} \tag{5.7}$$

eta

$$k' = k\left(C_{CH_3CH_2OH,0}\right)^{n_2}\left(C_{H^+,0}\right)^{n_3} \tag{5.8}$$

Praktika honetan, n_1 eta n_3 erreakzio-ordenak eta k' itxurazko konstante zinetikoa balioetsiko dira. Horretarako, hiru saiakuntza esperimentalen datuak ($HCrO_4^-$ ioien kontzentrazioa denborarekin) bilduko dira. Ondoren, datu esperimentalen analisia egingo da, metodo integrala erabiliz.

Metodo integralean, erreakzio-ordenak (0, 1, 2...) suposatzen dira, eta ekuazio zinetikoa integratzen da. Ondoren, datu esperimentalak (kontzentrazioa *vs* denbora) ekuazio zinetiko integratuetara doitzen dira, eta doiketaren kalitatea balioesten da. Datu esperimentalak hobekien doitzen duen ekuazio zinetikoa aukeratzen da, eta konstante zinetikoa kalkulatzen da.

Kasu honetan, parametro zinetikoen kalkulua bi urratsetan egingo da:

(i) n_1 eta k'-ren kalkulua

n_1 kalkulatzeko, 0, 1 eta 2 ordenei dagozkien ekuazio zinetiko integratuak erabiliko dira (oharra: adierazpenak sinplifikatzeko, C= $C_{HCrO_4^-}$ adierazten du).

$$-\frac{dC}{dt} = k' C^{n_1} \qquad (5.9)$$

n_1	Ekuazio zinetikoa		Ekuazio zinetiko integratua	
0	$-\frac{dC}{dt} = k'$	(5.10)	$C = C_0 - k't$	(5.11)
1	$-\frac{dC}{dt} = k'C$	(5.12)	$\ln C = \ln C_0 - k't$	(5.13)
2	$-\frac{dC}{dt} = k'C^2$	(5.14)	$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_0} - k't$	(5.15)

Lehenengo fase honetan, C *vs* t, Ln C *vs* t eta 1/C *vs* t irudikatuko dira, eta erabakiko da zein den n_1 (kromatoaren erreakzio-ordena partziala). Horretaz gain, saiakuntza bakoitzaren itxurazko konstante zinetikoa (k') kalkulatuko da.

(ii) n_3-ren kalkulua

Behin n_1 eta k' lortu direla, n_3 kalkulatuko da. Horretarako, k'-ren adierazpena erabiliko da (5.8 ekuazioa). Adierazpen hori sinplifika daiteke, kontuan izanik etanolaren kontzentrazio berdina erabili dela hiru saiakuntzetan:

$$k' = k''\left(C_{H^+,0}\right)^{n_3} \qquad (5.16)$$

non

$$k'' = k\left(C_{CH_3CH_2OH,0}\right)^{n_2} \qquad (5.17)$$

n_3 kalkulatzeko, 5.16 ekuazioa linealiza daiteke:

$$\ln k' = \ln k'' + n_3 \ln C_{H^+,0} \qquad (5.18)$$

Ln k' *vs* $\ln C_{H^+,0}$ irudikatu behar da, eta doitutako lerro zuzenaren malda n_3 izango da.

Atal esperimentala

5.1. irudiak erabilitako ekipamendua erakusten du.

5.1. irudia. Azterketa zinetikoa egiteko erabilitako muntaia esperimentalaren argazkia.

<u>Materiala</u>

Fotometroa
Kronometroa
1 eta 10 mL-ko pipeta aforatuak
10 mL-ko Corning ontziak (3)
Pasteur pipetak

Erreaktiboak:
- Etanol
- HCl disoluzioaren 250 mL (4,8 M)
- $K_2Cr_2O_7$ disoluzioaren 100 mL ($2 \cdot 10^{-3}$ M)

<u>Prozedura esperimentala</u>

- *Erreakzio-nahastearen prestakuntza*

Lan-baldintzetan (ingurune azidoa) disoluzioan dagoen dikromatoa honako eskema honen bidez disoziatzen da (5.19 ekuazioa).

$$Cr_2O_7^{2-} + H_2O \rightarrow 2\,HCrO_4^{2-} \qquad (5.19)$$

Jarraian adierazten diren disoluzioak prestatu, bakoitza Corning ontzi batean.

1. saiakuntza: 2 ml dikromato ($Cr_2O_7^{2-}$) 2 mM eta 7 ml HCl 4,8 M nahasi.

2. saiakuntza: 3 ml dikromato ($Cr_2O_7^{2-}$) 2 mM eta 6 ml HCl 4,8 M nahasi.

3. saiakuntza: 4 ml dikromato ($Cr_2O_7^{2-}$) 2 mM eta 5 ml HCl 4,8 M nahasi.
- *Datu zinetikoak lortzea*

a) Fotometroan 340 mm-ko uhin-luzera jarri, eta autozeroa egin ur distilatuarekin.

b) Lehenengo disoluzioa duen Corning ontzira 0,20 ml etanol gehitu, eta une berean kronometroa martxan jarri. Garrantzitsua: Corning ontzia itxi eta astindu, disoluzioa homogeneizatzeko. Kontuz zipriztinekin. Azalarekin kontaktua ekidin, disoluzioak azidoak baitira.

c) Corning ontzia fotometroan sartu, eta absorbantzia neurtu. Neurketa egin deneko denbora apuntatu.

d) Neurketak 5 minutuero egin, 40 minutu arte.

e) b)-d) atalak errepikatu, 2. eta 3. saiakuntzetako disoluzioetatik abiatuz.

<u>Kalkuluak</u>

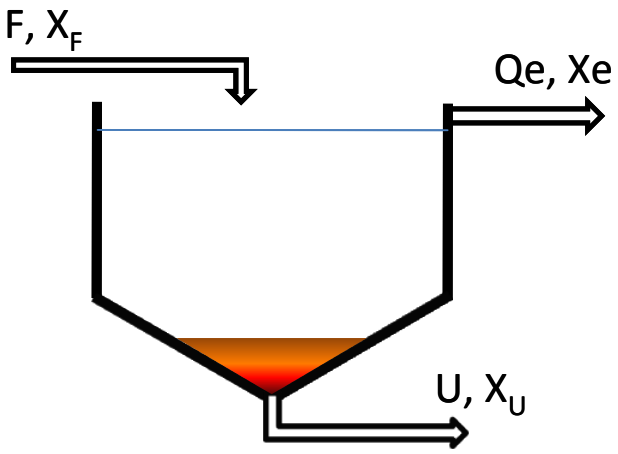
f) Prestaturiko disoluzio bakoitzaren (1-3 saiakuntzak) hasierako etanol-kontzentrazioa kalkulatu (mM). Horretarako, etanolaren dentsitatea eta pisu molekularra behar dira (ikus potearen espezifikazioak).
g) Prestaturiko disoluzio bakoitzaren (1-3 saiakuntzak) hasierako $HCrO_4^-$ kontzentrazioa kalkulatu (mM). Horretarako, dikromatoaren molartasuna, 4. erreakzioaren estekiometria eta erabilitako diluzio-erlazioa behar dira.
h) Prestaturiko disoluzio bakoitzaren (1-3 saiakuntzak) hasierako H^+ kontzentrazioa kalkulatu $[H^+]_0$ (mM). Horretarako, HCl-ren molartasuna eta erabilitako diluzio-erlazioa behar dira.
i) $HCrO_4^-$ kontzentrazioa kalkulatu, erreakzio-denbora bakoitzerako. Horretarako, Beer-Lamberten legea (5.5 ekuazioa) erabili, kromatoaren absortzio-koefizientea (α) 1.551 cm^{-1}/mM dela kontuan hartuz.
j) Taula batean jaso $HCrO_4^-$-ren kontzentrazioa [C] denborarekiko.
k) Irudikatu [C] kontzentrazioa denborarekiko, Ln[C] denborarekiko eta 1/[C] denborarekiko.
l) Kurba bakoitza aztertu, eta zuzen batera hobeto doitzen denarekin erreakzio-ordena (n_1) zehaztu.
m) Aurreko atalean lortutako datuen erregresio lineala eginez, erreakzioaren itxurazko konstante zinetikoa (k') kalkulatu, erreakzioa egin den tenperaturarako.
n) Taula batean jaso eginiko erreakzio bakoitzerako k', $[H^+]_0$, ln k' eta ln$[H^+]_0$.
o) Irudikatu Ln k' *vs* Ln $[H^+]_0$ eta H^+ ioien erreakzio-ordena (n_3) kalkulatu.

6. PRAKTIKA

SEDIMENTADORE JARRAITU BATEN DISEINUA

Helburua. Sedimentadore jarraitu baten diseinua egitea, hau da, beharrezko azalera minimoa zehaztea, laborategiko saiakuntza ez-jarraitu batean jasotako datuetatik.

Oinarri teorikoa. Jalkiera (edo sedimentazioa) da grabitatearen eraginez uraren dentsitatea baino dentsitate handiagoa duten partikula esekiak uretatik bereizteko eragiketa unitarioa. Sedimentazioa erabiltzen da agregatu kimiko eta biologikoak uretatik kentzeko eta baita lokatzak loditzeko ere. Sedimentadorea urak daraman partikula esekien kontzentrazioaren arabera diseinatzen da. Diseinua egitea da sedimentadorearen azalera minimoa eta sakonera kalkulatzea.

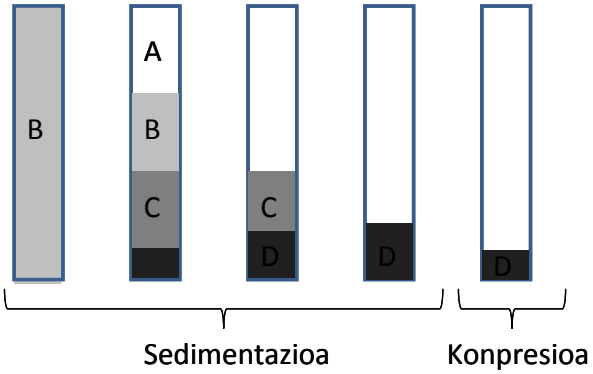


6.1. irudia. Sedimentadore jarraitu baten eskema.

non,
F, sarrerako emaria, kg/h
Q_e, araztutako ur-emaria, m^3/min
U, lokatz-emaria, kg/h
X_F, sarrerako korrontearen solido-kontzentrazioa, kg/kg
X_e, irteerako korrontearen solido-kontzentrazioa, kg/kg
X_u, lokatz korrontearen solido-kontzentrazioa, kg/kg

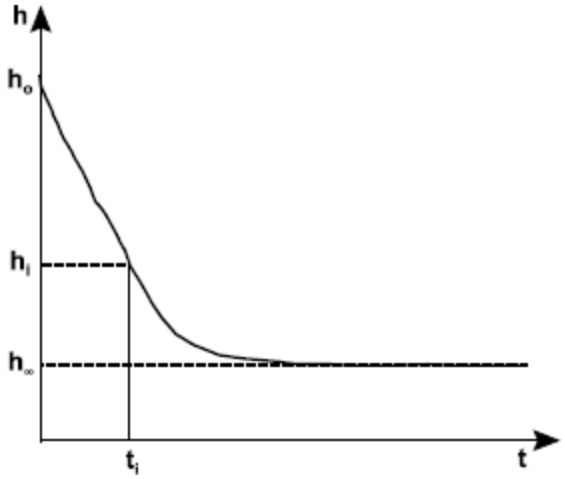
Sedimentadore jarraitu baten azalera minimoa kalkulatzeko, nahastearen jalkitze-abiadura kalkulatu behar da. Kalkulua laborategian egindako saiakuntza ez-jarraituan jasotako datuak erabiliz egin daiteke. Horretarako, zutabe bat, h_o altuera duena, C_0 kontzentrazioa duen eta ondo homogeneizatuta dagoen nahastearekin betetzen da. Denbora igaro ahala, solidoak jalkitzen dira, eta nahaste / ur garbi faseartearen (A-B faseartea, 6.2. irudia) altuera jaitsiz doa (6.2. irudia).

Kynch-en teoriaren arabera, jalkitze-abiadura nahastearen solido-kontzentrazioaren araberakoa da bakarrik. Jalkieran beha daitezkeen etapa ezberdinak 6.2. irudian adierazten dira:



6.2. irudia. Jalkitze-prozesuaren etapa ezberdinetan ager daitezkeen guneak. A: likido garbia; B: kontzentrazio konstanteko gunea; C: kontzentrazio aldakorreko gunea, D: konpresio gunea.

Laborategian, A-B faseartearen altuera neurtzen da, denbora ezberdinetan. Esperimentalki lortutako h *vs* t datuek 6.3. irudiko itxura erakutsiko dute.



6.3. irudia. Jalkitze-kurba tipiko bat (h *vs* t kurba).

Non,

h_0: Nahastearen (esekiduraren) hasierako altuera saiakuntza-zutabean, m

h_i: A-B faseartearen altuera t_i aldiunean, m

t_i: Jalkitze-denbora, min

Zutabean materia-balantzea ebatziz, honako ekuazio hauek ondoriozta daitezke. Ekuazio horiek erabiliz, edozein C_i kontzentrazio duen nahaste baten jalkitze-abiadura (V_s) kalkula daiteke.

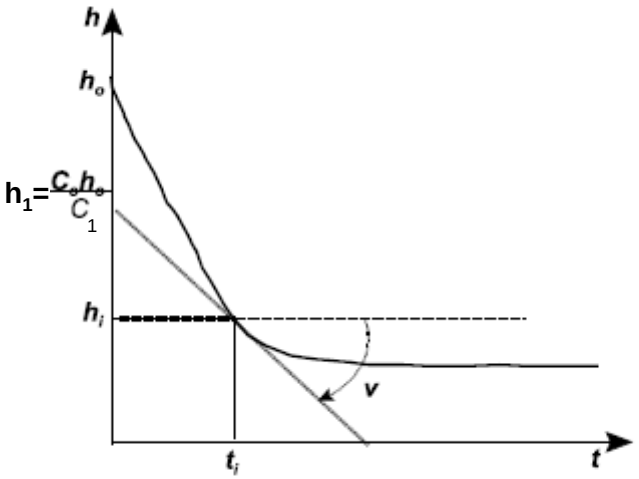
$$C_1 = \frac{C_o h_o}{h_1} \qquad (6.1)$$

$$h_i = \frac{C_o h_o}{C_1} - V_s \cdot t_i \qquad (6.2)$$

Non,

- h_i: faseartearen altuera t_i aldiunean, m
- h_o: nahastearen hasierako altuera, m
- C_o: nahastearen hasierako kontzentrazioa h_o altuerako zutabean, g/l
- C_1: nahastearen hasierako kontzentrazioa h_1 altuerako zutabean, g/l
- t_i: jalkitze-denbora, min
- V_s: jalkitze-abiadura C_i kontzentrazioa duen nahaste batentzat, m/h

6.1 ekuazioak altueraren eta nahastearen kontzentrazioaren arteko erlazioa ematen du, edozein aldiunetan. 6.2 ekuazioa jalkitze-kurbaren ukitzailea da i puntuan. 6.4. irudiak ekuazio horien eta laborategiko saiakuntza ez-jarraituan lor daitezkeen datuen arteko erlazioa aurkezten du.



6.4. irudia. Jalkitze-kurba eta materia-balantzea (ukitzailea).

Aurretik kalkulatutako jalkitze-abiadura 6.3 ekuazioan ordezkatuz, sedimentadore jarraitu baten azalera minimoa kalkula daiteke:

$$A_m = \frac{Q_e}{V_s} \qquad (6.3)$$

Non,

- A_m: Sedimentadorearen azalera minimoa, m^2
- Q_e: Sedimentadore jarraitutik ateratzen den jarioaren emaria, m^3/h
- V_s: Nahastearen jalkitze-abiadura, m/h

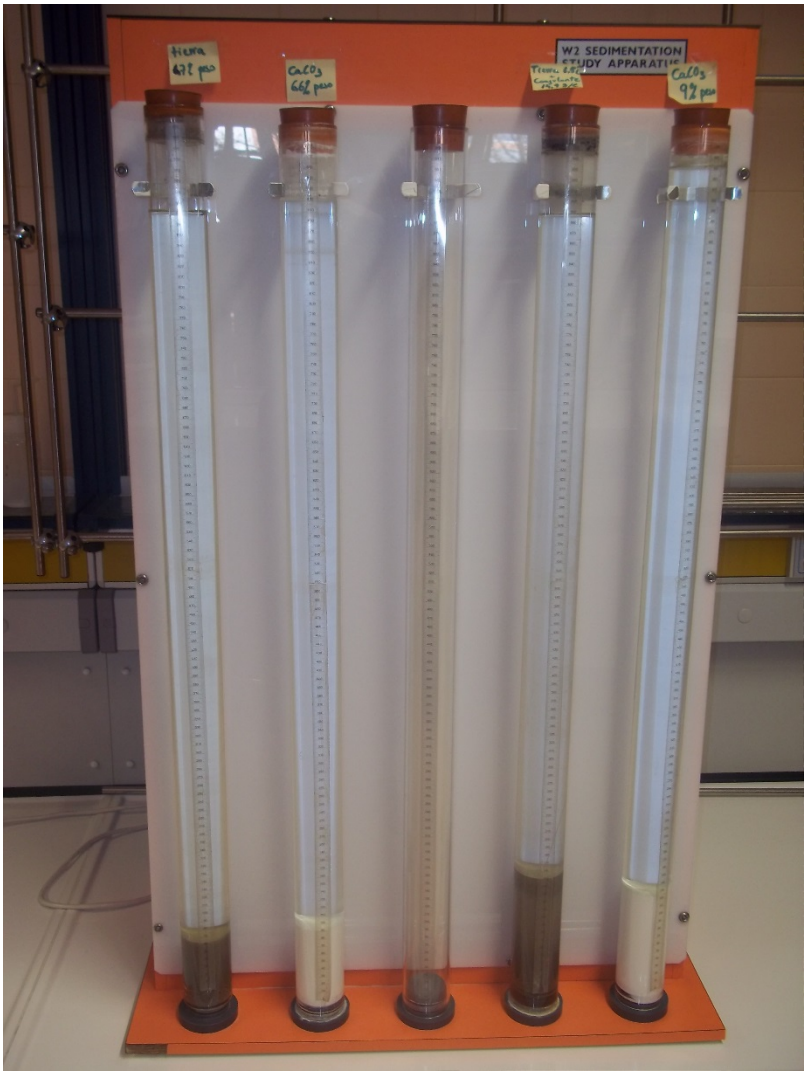
Atal esperimentala

Prozedura esperimentala

a) Lurra edo kaltzio karbonatoa esekitako solido gisa dituzten hainbat probeta erabiliko dira (6.5. irudia). Probeta bakoitzean adierazten dira solido mota eta kontzentrazioa (tartea % 6-9 pisutan). Nahastea daukan probeta astindu, disoluzioa homogeneizatzeko.

b) Jarraian, probeta euskarrian utzi eta A-B faseartearen altuera neurtu denboran zehar (h *vs* t kurba). Lehenengo ordu erdian zehar, datuak 2 minutuero hartu. Bigarren ordu erdian zehar, 4 minutuero, eta hirugarren ordu erdian zehar, 6 minutuero. Bukaerako altuera neurtzeko, gutxienez 24 ordu pasatu behar dira.

c) Marraztu paper milimetratuan lortutako jalkitze-kurba.



6.5. irudia. Sedimentadore jarraitu baten diseinua egiteko ekipo esperimentala.

Laborategian egin beharreko kalkuluak

Solidotan % 15 (w/w) den jario baten Q_1=50 m^3/min arazteko, behar den sedimentadorearen azalera minimoa kalkulatu nahi da.

d) Marraztu hasierako C_1 kontzentrazioa duen nahasteari dagokion ukitzailea (begiratu 6.4. irudia). Bere malda C_1 kontzentrazioa duen nahastearen jalkitze-abiadura (V_s) izango da.

e) Sedimentadoreak beharko lukeen azalera minimoa kalkulatu. Horretarako, $Q_e = Q_1$ egin (hau da, lokatzen emaria arbuiagarria dela onartuko da), eta, d) atalean kalkulatutako V_s erabilita, 6.3 ekuaziotik azalera minimoa kalkulatu.

7. PRAKTIKA

KOAGULAZIOA-FLOKULAZIOA

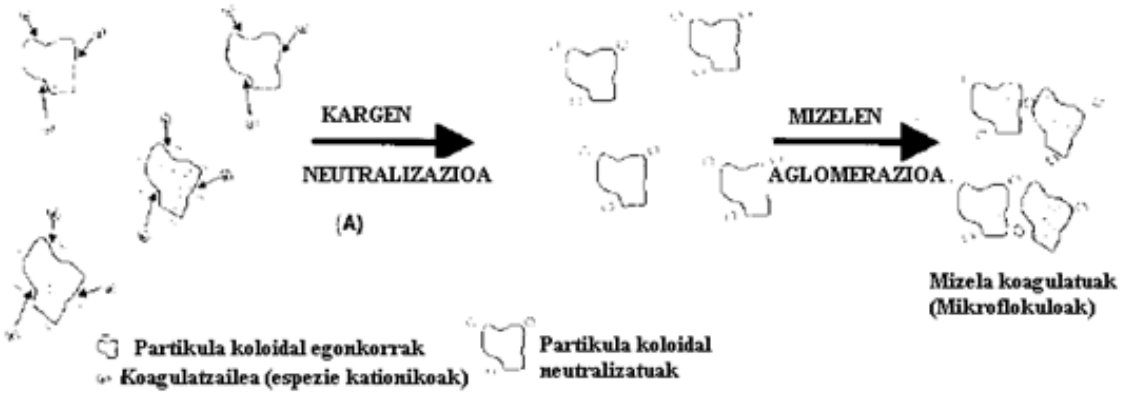
Helburua. Koagulazio-flokulazio saiakuntzak egitea. Ura arazteko baldintza optimoak (pH eta koagulatzailearen dosia) zehaztea.

Oinarri teorikoa

Koagulazioa-flokulazioa uraren arazketan erabiltzen da, jalkiera hobetzeko. Prozesu horren bidez, urari uhertasuna eta kolorea ematen dizkioten eta dekantazio arrunt batekin ezabatu ezin diren solido koloidalak eta solido eseki txikiak (10^{-9}-10^{-5} m-ko diametroa duten partikulak) ken daitezke. Partikula koloidalen gainazala kargatuta dago, orokorrean negatiboki; hala, partikulen arteko aldarapen-indarrek partikula handiagoak eratzea eta jalkitzea galarazten dute.

Partikula koloidalak edo mizelak ezabatzeko, zenbait produktu kimiko gehitzen dira, koloideen izaera fisiko-kimikoa aldatzeko. Askotan nahasten diren arren, *koagulazio* eta *flokulazio* terminoek prozesu ezberdinak adierazten dituzte. *Koagulazio* terminoak sistema koloidalen ezegonkortze-fenomenoa adierazten du. *Flokulazio* terminoak, berriz, ezegonkortutako partikula koloidalen aglomerazioa adierazten du; mikroflokuloetan lehenengo, eta, ondoren, *flokulo* izeneko aglomeratu handietan.

Koagulazio-prozesua zenbait mekanismoren bitartez gerta daiteke. Ohikoena *kargen neutralizazio* eta *prezipitazio* izenekoa da (ikus 7.1. irudia). Horretan, koagulatzaileen espezie kationikoek mizelen gainazal karga negatiboa neutralizatzen dute. Hala, partikula koloidalak ezegonkortzen dira, eta haien aglomerazioa ahalbidetzen da (mikroflokuloak eratzen dira).



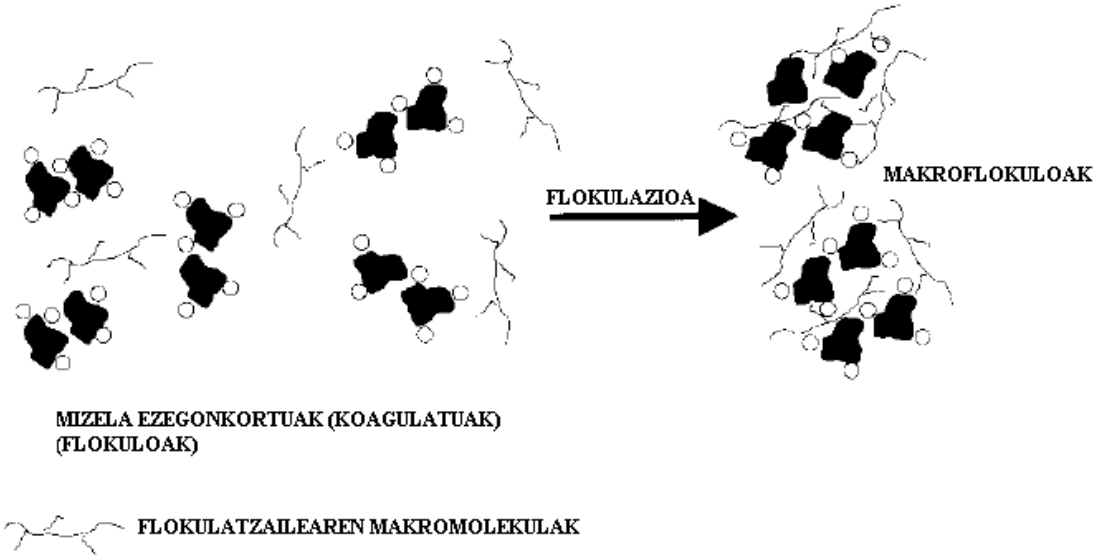
7.1. irudia. Koagulazio-mekanismoaren eskema.

Koagulatzaile moduan gehien erabiltzen diren konposatu kimikoak Al^{3+} eta Fe^{3+}-zko gatzak dira ($Al_2(SO_4)_3$, $FeCl_3$). Koagulazio-prozesuaren aldagai esanguratsuenak honako hauek dira: uraren pH-a eta tenperatura, nahasketaren intentsitatea, uraren konposizioa (gatz mineralen edukia), eta

koagulatzaile mota eta dosia. Koloideak ezegonkortzeko beharrezkoa den koagulatzailearen gutxieneko kantitateari *koagulazio-dosi minimo* deritzo.

Koagulatzailea gehitzean, erreaktibo kimikoaren eta uraren arteko nahasketa arina izan behar da, koloideak eraginkortasunez ezegonkortzeko. Horretarako, irabiaketa bortitza erabili behar da (100-200 rpm). Ondoren, irabiaketa leuna mantendu behar da (10-20 rpm), ezegonkortutako partikulak atxikitzeko eta agregatu jalkigarria sortzeko. Abiadura geldo horrek partikulen aglomerazioa faboratuko du, ez baititu eratutako mikroflokuloak apurtuko.

Ezegonkortutako partikula koloidalen aglomerazioa faboratzeko, flokulatzaileak erabil daitezke. Gaur egun flokulatzaile moduan gehien erabiltzen diren konposatuak polielektrolito organiko sintetikoak dira, partikulen arteko «zubi» bezala jokatzen dutenak. 7.2. irudian flokulazio-prozesuaren mekanismoa azaltzen da. Polimero bat gehitzean, koagulatzailearen eraginagatik ezegonkortutako mizelak elkartu eta makroflokuloak eratzen dira.



7.2. irudia. Flokulazio-prozesuaren adierazpen sinplifikatua.

Koagulazio-flokulazio prozesua egin ondoren, flokuloz osatutako esekidurak sedimentazio-prozesu bat jasan behar du, arazketa osatzeko.

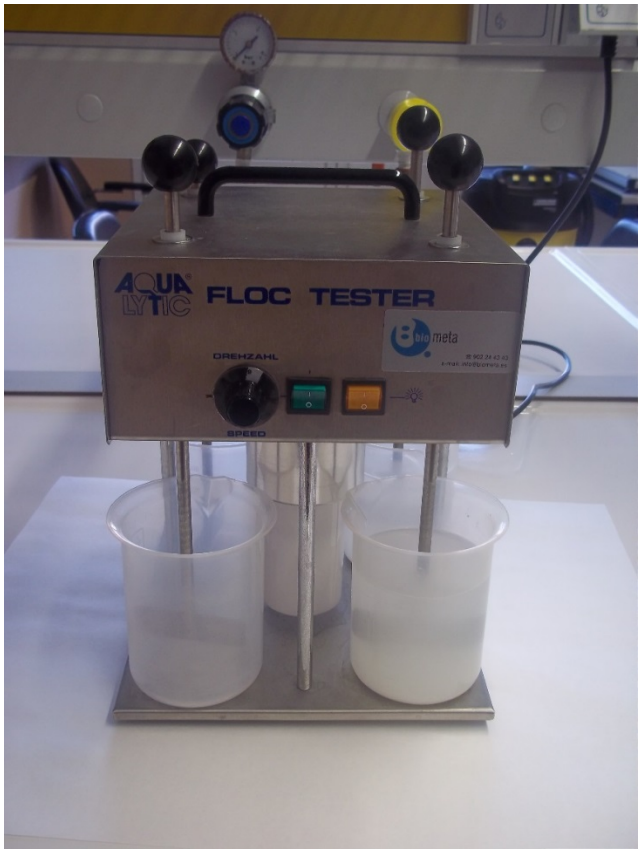
Prozesuaren eraginkortasuna kalkulatzeko, kontuan izan behar dira hasierako (ur zikina edo erreferentzia-lagina) eta bukaerako absorbantziak:

$$\eta = \frac{(A_o - A)}{A_o} \times 100 \qquad (7.3)$$

Atal esperimentala

Materiala

Esekitako solido lagina ($CaCO_3$)
Zazpi prezipitatu-ontzi (500 mL)
Prezipitatu-ontzia (80 mL)
Probeta (25 mL)
Irabiagailu magnetikoa
Floc-tester bat (7.3. irudia)
Balantza eta espatula
Fotometroa (absorbantzia neurtzeko)
pH-metroa
Xiringa
HCl disoluzioa (0,5 M)
NaOH disoluzioa (0,5 M)
Koagulatzailearen disoluzioa (2000 mg/L aluminio sulfatoa)



7.3. irudia. Koagulazioa-flokulazioa aztertzeko Floc-testerraren argazkia.

Prozedura esperimentala

- *Nahastea prestatzea*

a) Txorrotako 5 litro ur hartu eta solidoaren 2,0 - 2,5 g gehitu. Nahastea ondo homogeneizatu irabiagailuan, 2-3 minutuz.
b) Prestatutako nahastetik 0,4 L-ko lagin bat hartu prezipitatu-ontzi batean. Mahai gainean utzi ezer gehitu gabe («erreferentzia-lagina» izango da).

- *Koagulatzailearen dosiaren eragina prozesuaren eraginkortasunean*

c) Prestatutako nahastetik 0,4 L-ko beste lau lagin hartu prezipitatu-ontzietan.
d) Koagulatzailea, aluminio sulfatotan ($A1_2(SO_4)_3$), 2000 mg/l den D1 disoluzioa izango da. Ur zikineko lagin bakoitzean (lau) aluminio sulfato kontzentrazio

ezberdina lortu behar da: 10, 30, 50 eta 70 mg/L. Kalkulatu lagin bakoitzean D1 disoluzioaren zein bolumen gehitu behar den.

e) Ur zikinezko lagin bakoitzean d) atalean kalkulatutako D1 disoluzioaren bolumena gehitu. Jarraian, Floc-tester-ean kokatu eta irabiaketa-abiadura bortitza (irabiaketa-indarra 10) eragin. Irabiaketa bortitz hori minutu batez mantendu. Nahasketa bortitza eta koagulazio-etapa da hau.
f) Ondoren, irabiaketa leuna (irabiaketa-indarra 3) ezarri beste 10 minutuz. Nahaste motela eta flokulazio-etapa da hau.
g) Azkenik, irabiaketa gelditu, prezipitatu-ontziak poliki irabiagailutik atera eta mahai gainean utzi 40 minutuz.

- *Arazketa-eraginkortasuna zehaztea*

h) Xiringa bat erabiliz, sei laginen (ur zikina, erreferentzia-lagina eta lau saiakuntzak) gainazaletik 4 ml hartu ontziaren hondoan jalkitako solidoak astindu gabe (ur zikina, aldiz, irabiatu jalkitako partikulak esekitzeko).
i) Fotometroan lagin guztien absorbantzia (λ = 420 nm) neurtu (fotometroan E balioa). Egin beharreko neurketak dira: hasierako ur zikina (lagin hori berriz irabiatu jalkitako partikulak esekitzeko), erreferentzia-lagina eta araztutako laginak (lau).
j) Zehaztu koagulatzailearen dosi ezberdinekin lortutako arazketa-maila, ur zikinarekiko eta erreferentzia-laginarekiko.

- *pH-aren eragina prozesuaren eraginkortasunean*

k) Hasieran prestatutako ur zikinaren 0,4 L-ko beste lau lagin hartu prezipitatu-ontzietan. Aurretik ondo irabiatu/homogeneizatu ur zikina. Ur «zikin» horren pH-a neurtu eta idatzi.
l) Lagin bakoitzean HCl edo NaOH tanta batzuk gehitu pH-a aldatzeko. Helburua honako hau da: laginen artean 1,5 pH unitate inguruko aldaketa lortzea. Adibidez: pH= 5,5; 7,0; 8,5 eta 10,0 (ez dira zehazki balio horiek izan behar).
m) Errepikatu (e) – (g) atalak lau laginetarako. Oraingoan, koagulatzailearen dosia 30 mg/L izango da pH guztietarako.
n) Zehaztu pH ezberdinetan lortutako arazketa-maila, ur zikinarekiko eta erreferentzia-laginarekiko.

<u>Kalkuluak</u>

o) Kalkulatu d) atalean xiringarekin lagin bakoitzera gehitu beharreko D1 koagulatzaile disoluzioaren ($A1_2(SO_4)_3$-tan 2000 mg/l da) bolumena, eskatutako kontzentrazioak lortzeko.
p) Kalkulatu arazketaren eraginkortasuna (j) eta n) atalak), ur zikinarekiko eta erreferentzia-laginarekiko, egindako zortzi arazketa saiakuntzetarako: 10, 30, 50 eta 70 mg/L koagulatzaile (pH doitu gabe) eta pH doiketarekin beste lau lagin (30 mg/L koagulatzaile).

8. PRAKTIKA

IKATZ AKTIBATUAREN BIDEZKO ARAZKETA: ADSORTZIOA

Helburua. Ikatz aktibatuaren bidezko adsortzioa erabiliz, disoluzio urtsu batetik koloratzaile bat ezabatzea. Prozesuaren abiadura eta adsorbatzailearen ahalmena (oreka) aztertzea.

Oinarri teorikoa

Adsortzioa oso eragiketa eraginkorra da uren arazketan, zenbait substantzia ezabatzeko, hala nola bentzenoa, pestizidak, azidoak, metal astunak, etab. Adsortzioaren bidez, zenbait molekula (adsorbato edo solutu) solido baten (adsorbatzaile) gainazalari lotzen zaizkio, erakarpen-indarrengatik. Adsorbato-gainazala lotura fisikoa edo kimikoa izan daiteke. Lotura ahula izan ohi da; horregatik, adsortzio-prozesuak itzulgarriak dira.

Adsortzioa egiteko material solido ugari erabil daitezke, hala nola silizea, alumina, eta polimero sintetikoak. Material horiek poroak dituzte, eta ezabatu beharreko substantziak horietara atxikitzen dira. Ikatz aktibatua da adsorbatzaile erabilienetarikoa, gainazal-azalera handia duelako (500-1500 m^2/g bitartekoa). Ikatz aktibatua antzinatik erabili bada ere, oso erabilia da oraindik uren tratamenduan, zenbait kutsatzaile eta usaina eta kolorea kentzeko. Ikatz aktibatuzko iragazkiak erabil daitezke metal astunak eta konposatu organiko lurrunkorrak kentzeko.

Fase solidoan atxikitzen den adsorbato kantitatea eragiketa-baldintzen araberakoa da. Tenperatura jakin batean, solidoaren gramo bakoitzak atxiki dezakeen solutu kantitatearen (q_e) eta fase likidoan geratzen den orekako kontzentrazioaren (C_e) arteko erlazioari *adsortzio-isoterma* deritzo.

Adsortzio-prozesu batean, adsorbatzaileak fase likidotik har dezakeen gehienezko adsorbato kantitateaz gain (hau da, oreka-balioaz gain), funtsezkoa da adsortzioa zein abiadurarekin gertatzen den (hau da, adsortzioaren zinetika) ezagutzea.

Praktika honetan ikatz aktibatua erabiliko da (adsorbatzailea), *metileno urdina* izeneko koloratzailea (adsorbatoa edo solutua) ur-disoluzio batetik kentzeko. Demagun disoluzioaren bolumena eta metileno urdinaren kontzentrazioa ezagunak direla, eta baita ikatz aktibatuaren masa ere. Metileno urdinaren kontzentrazioa gutxituko da kontaktu-denbora handitu ahala (8.1. irudia). Horrela, edozein t_1 denbora igaro ondoren, fase likidoan (C_1) eta solidoaren gainazalean (q_1) dauden solutu kantitateak masa-balantzearen bidez erlaziona daitezke, honako adierazpen honen arabera:

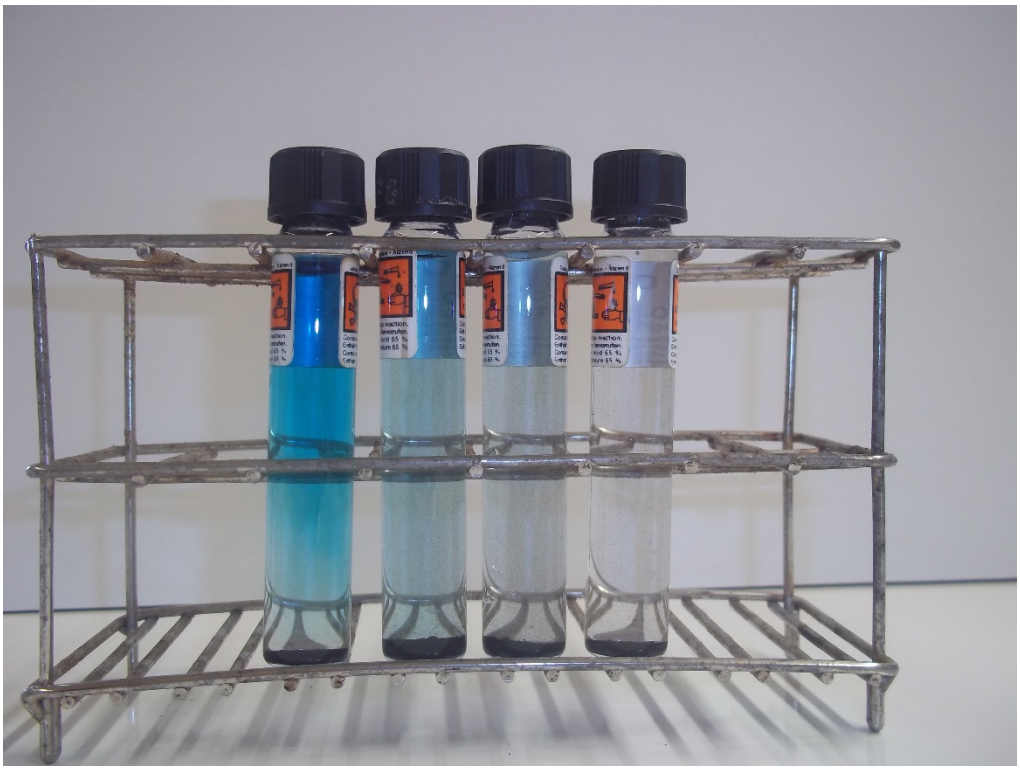
$$V[L]\cdot C_o\left[\frac{mg}{L}\right]-V[L]\cdot C_1\left[\frac{mg}{L}\right]=m[g]\cdot q_1\left[\frac{mg}{g}\right] \qquad (8.1)$$

non,

V disoluzioaren bolumena, L

C_0 hasierako metileno urdinaren kontzentrazioa, mg/L

C_1 disoluzioaren metileno urdinaren kontzentrazioa t_1 minutu igaro ondoren, mg/L
m ikatz aktibatuaren masa, g
q_1 ikatz aktibatuaren metileno urdinaren kontzentrazioa t_1 minutu igaro ondoren, mg/g



8.1. irudia. Adsortzio-prozesuaren bilakaera erakusten duen argazkia.

Atal esperimentala

Materiala
- Fotometroa
- Kronometroa
- Pipeta aforatuak, 1 mL eta 10 mL-koak
- 4 Corning saio-hodi
- Metileno urdinaren disoluzio kontzentratua (M1 disoluzioa) (10 mg/L)
- Balantza

Prozedura esperimentala
Ondoren adierazitako kontzentrazioa duten disoluzioak prestatuko dira Corning saio-hodietan. Bakoitzaren bolumena 9 mL izango da.

1. saiakuntza: metileno urdinaren kontzentrazioa 1,0 mg/L
2. saiakuntza: metileno urdinaren kontzentrazioa 1,5 mg/L
3. saiakuntza: metileno urdinaren kontzentrazioa 2,0 mg/L

a) Prestatu fotometroa 664 nm-ko uhin-luzeran, metileno urdinaren kontzentrazioa neurtzeko. Egin zero ur distilatua erabiliz.
b) Saio-hodi bakoitzean 20 mg ikatz aktibatu gehitu (masa pisatu).

c) Kalkulatu M1 disoluzioaren zein diluzio egin behar den saio-hodi bakoitzean. Hau da, zenbat mL ur distilatu eta M1 disoluzioaren zenbat mL nahastu behar diren, guztira 9 mL izateko.
d) Gehitu saio-hodi bakoitzean beharrezkoa den ur distilatua (bakoitzean bolumen ezberdina izango dela ohartu). Saio-hodia bortizki astindu (ikatz aktiboa hezetu eta hondoratu behar da).
e) Gehitu beharrezkoa den M1 disoluzioaren bolumena lehen saio-hodian, bortizki astindu eta berehala neurtu absorbantzia. Une horretan, kronometroa martxan jarri.
f) Absorbantzia 10 minutuero neurtu, balio egonkorra erdietsi arte. Horretarako, astindu saio-hodia 5 min, itxaron 5 min, eta ondoren neurtu absorbantzia.
g) Errepikatu e)-f) atalak beste bi saiakuntzetarako.
h) 24 ordu pasatu ondoren (hurrengo egunean), neurtu orekako balioak.

8.1. taula. Absorbantzia (λ=664 nm) *vs* kontzentrazioaren datuak, metileno urdinaren kontzentrazioa zehazteko (oharra: a.u. absorbantzia-unitatea)

C (mg/l)	A (a.u.)
0.1	0.032
0.5	0.169
2	0.658
4	1.281
6	1.848
10	2.700

Kalkuluak

i. Zehaztu saiakuntza bakoitzean kontaktu-denbora bakoitzerako metileno urdinaren kontzentrazioa. Kontzentrazioaren eta absorbantziaren arteko erlazioa 8.1. taulan ematen da.
ii. Taulatu eta irudikatu metileno urdinaren kontzentrazioa *vs* denbora balioak.
iii. Nolakoa da lortutako kurben itxura? Zenbat denbora behar da nahaste bakoitzaren kontzentrazioa 0,05 mg/L-tik behera jaisteko?
iv. 8.1 ekuazioa erabilita, zehaztu ikatz aktibatuaren orekako adsortzio-ahalmena (q_e) hiru saiakuntzetan. Irudikatu q_e (mg/g) *vs* C_e (mg/L) grafikoa.