

## 1. GAIA

---

### **KIMIKA ORGANIKOKO LABORATEGIAN LAN EGITEKO ARAUAK ETA SEGURTASUN-ARAUA**

---

1. Laborategiko oinarrizko segurtasun-arauak
2. Beirazko materiala. Beirazko materiala garbitzeko eta lehertzeko prozesua
3. Laborategiko koadernoaren zelan egin. Datuak tratatu. Bibliografiaren erabilera
4. Txostenak idazteko modua

## 1. Laborategiko oinarrizko segurtasun-arauak

Kimika organikoko laborategian lan egiteak hainbat arrisku ditu; hala nola, suteak, leherketak eta ebakiak gerta daitezkeela. Bestalde, kontuan izan behar da ondorio latzak etor daitezkeela disolbatzaile eta errektiboen toxikotasunetik (hots, larruazalarekin edo begiekin ukitzetik, lurrinak arnastetik edo nahigabe irenstetik).

Laborategian lan egiten hasi baino lehenago, segurtasun-arauak ezagutu behar dira, arriskuak murrizteko eta istripuak ekiditeko. Kimika organikoko edozein laborategitako segurtasun-arauak honako hauek dira:

1. Ezin da erre, edan, ezta jan ere, laborategian.
2. Mantala eta segurtasun-betaurrekoak erabiltzea nahitaezkoa da.
3. Ez da komenigarria ukipen-lenteak erabiltzea, likidoak begietan sartuz gero, ezin baitira azkar kendu.
4. Laborategi-praktika egiten den bitartean, ile luzea bilduta eraman behar da.
5. Toxikotasun handia duten lurrinak maneatuz gero, babes-maskara erabili behar da.
6. Gai toxiko edota korrosiboak maneatzeko eskularruak erabili behar dira.
7. Pipetak betetzeko ez da ahoa erabili behar.
8. Laborategian ezin da pertsona bakarra egon lanean, istripurik izanez gero laguntza jasotzeko aukerarik ez dagoelako.
9. Une oro ke-xurgagailuetan (bitrinetan) lan egin behar da.
10. Su-itxalgailuak eta burusiak non dauden jakin behar da.
11. Konposatu organikoen ezaugarriak zehazki ezagutzen ez badira, pentsatu behar da konposatu guztiak (bai solidoak bai likidoak) sukoiak, korrosiboak, minbizi-sortzaileak eta toxikoak direla.
12. Konposatu organikoak larruazalarekin ukitzea, arnastea eta irenstea ekidin behar da. Konposatuak erabili baino lehen ontziaren etiketa arretaz irakurri.
13. Saiakuntzarako behar den errektibo kantitate zehatza ontzitik hartzen saiatu; gero, ontzia bere lekuan eta ondo itxita utzi, eta zerbait sobran geldituz gero ez itzuli potora.
14. Ezin da disolbatzailerik pasatu ontzi batetik bestera, inguruan sugarrrik baldin badago.
15. Sugarren baten inguruan ezin da disolbatzaile sukoirik berotu.
16. Eterrak oso erraz hartzen du sua.
17. Disolbatzaile organikoak ezin dira zuzenean pizgailuarekin berotu, berogailu elektrikoaren edo ur-bainuaren bidez baizik.
18. Guztiz itxita dagoen sistema ezin da berotu.
19. Tapoietan beirazko hodiak sartzeko (edo ateratzeko) eskuak oihalez babestu behar dira. Hodia sartu baino lehen lubrikatzea komenigarria da.

20. Edozein istripu gertatu bezain laster, laborategiko arduradunari ohartarazi behar da.
21. Erredurak gertatzen badira, ur ugariz garbitu. Erredura azidoek eragindakoa bada, ur ugariz eta, gero, sodio bikarbonatozko disoluzio ase batekin garbitu behar da.
22. Sua piztuko balitz, gasaren giltzak itxi eta su-itxalgailuak erabili.
23. Saioan, eskuak eta besoak maiz garbitzea komeni da, eta batez ere saioa bukatu ondoren.
24. Hondakinak horretarako prestatuta dauden ontzietara bota behar dira.
25. Laborategitik alde egin baino lehenago, segurtatu behar da gasaren eta uraren giltzak itxita eta aparatu elektrikoak itzalita daudela.
26. Bero dauden hodiak, ontziak eta abar matxardaz edo babes-sistema baten bidez hartu behar dira.
27. Beirazko materiala apurtzen bada, zatitxoak bildu, eta beirarako dagoen kutxara bota.

## 2. Beirazko materiala. Beirazko materiala garbitzeko eta lehortzeko prozesua

Beirazko materiala laborategiko materialik erabiliena da. Abantaila ugari ditu, hala nola, geldoa, gardena eta maneiagarria izatea. Pieza guztiak egoki ahokatzeko, beirazko materialak tamaina estandarreko aho esmerilatuak izaten ditu. Egoera normalean, hainbat pieza lotu behar badira, aho esmerilatuek ez dute koiperik behar. Bi aho esmerilatuak itsatsita gera daitezke, hondar organikoek edo ezorganikoek, denboraren poderioz edo beroaren eraginez, bi piezak atxikitzen dituztelako. Hala gertatuz gero, esmerilatua berotu behar da, eta, gero, izotzetan edo izozkailuan sartu. Tenperatura-aldaketa bortitzak beiraren dilatatze-uzkurtze prozesua dakar, eta modu horretan lor daiteke bi piezak banatzea.

Bi pieza itsatsita gera ez daitezen esmerilatuaren ahoak garbi mantentzea gomendatzen da. Zenbait kasutan koipea erabil daiteke:

1. Erreakzioetan base sendoak erabiltzen direnean.
2. Tenperatura altuak erabiltzen direnean.
3. Hutsa egiten denean, piezen arteko lotura egokiena izan dadin.
4. Dekantazio-inbutuen, adizio-inbutuen eta zutabe kromatografikoen beirazko giltzetan.

Konposatu organikoak agertzen ez diren kasuetan, beirazko materiala garbitzeko nahikoa izaten da ura eta xaboa erabiltzea. Hala ere, uretan disolbaezinak diren produktu organikoak agertzen badira, lehenengo azetonaz garbitu behar dira, egon daitezkeen hondakin organikoak disolbatzeko. Gero, urez eta xaboz

garbitu, eta, azkenik, azetonaz berriro pasatu eta lehortzeko labean sartu behar dira. Azetona eta ura nahasi egiten direnez, azetonak ura eliminatzen laguntzen du; horrek lehortze-prozesua azkartzen du, azetona errazago lurruntzen delako.

Materiala garbitu baino lehen lotuta dauden piezak banatu, eta beirazko giltzak kendu behar dira. Tefloizko giltzak edo beste edozein plastikozko materiala ezin da labera sartu, kiskali egiten baita.

Labetik atera ondoren, materialak hondar organikoak edo ezorganikoak baditu, ultrasoinu-bainuan sar daitezke guztiz garbitzeko.

Labetik ateratako materialak guztiz lehor egon behar du, batez ere urik batere egon behar ez den kasuetan.

### 3. Laborategiko koadernoan zelan egin. Datuak tratatu. Bibliografiaren erabilera

Laborategiko koadernoak esperimentu baten datu, emaitza eta ohar guztiak bildu behar ditu, eta honako atal hauek eduki: i) data- eta esperimentu-zenbakia; ii) esperimentuaren izenburua; iii) erreazio-eskema, sintesi-erreakzioa denean; iv) erreaktiboen eta produktuen taula, beharrezkoak diren datu fisikoak eta erabilitako kantitateak moletan eta gramotan edo mL-tan adierazita; v) prozedura esperimental<sup>1</sup>; vi) esperimentuan behatutakoei buruzko oharra: kolore-aldaketak, hauspeakinak eratzen diren, beroa askatzen den, gasak eratzen diren, eta abar.

Laborategian lortutako emaitza esperimentalak (hala nola, etekina, urtze-puntua, irakite-puntua eta abar) modu zehatzean adierazi behar dira praktikaren bukaeran. Emaitza horien interpretazioa modu kritikoa azaldu behar da eta lortutakoa teorikoki espero genuenarekin bat datorren arrazoitu. Azkenik, lortutako emaitza horiek bibliografian<sup>2</sup> agertzen direnekin konparatu behar ditugu.

---

<sup>1</sup> Erreakzio bat egiten denean, prozedura esperimentalean hiru atal bereizi behar dira: 1. *Erreakzioaren deskribapena*: erreaktiboen kantitateak, horiek gehitzeko era, baldintzak, temperatura, disolbatzailea, eta abar. 2. *Elaborazioa (erreakzio gordina lortzeko)*: nahi dugun produktua disolbatzailetik, gatz ezorganikoetatik, sobran dagoen erreaktibotik eta abarretik banatzeko prozesua. 3. *Araztea*: produktua beste produktu batzuetati bereizten eta bakartzen da.

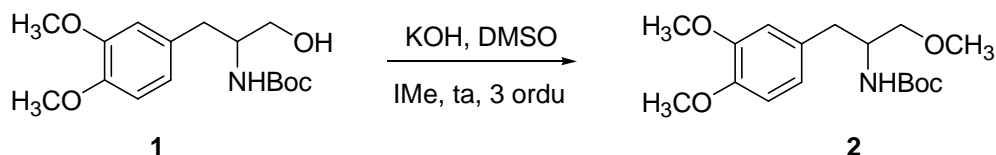
2 a) Harwood, L.M.; Moody, C.J.; Percy, J.M. *Experimental organic chemistry. Standard and microscale*, 2. arg., Blackwell Science, Oxford, 1999. b) Pavia, D.L.; Lampman, G.M.; Kriz, G.S.; Engell, R.G. *Introduction to organic laboratory techniques. A microscale approach*, 3. arg., Saunders College Publishing, Fort Worth, 1999. c) Mayo, D.W.; Pike, R.M.; Trumper, P.K. *Microscale organic laboratory*, 3. arg., John Wiley and Sons, New York, 1994. d) Weast, R.C. *Handbook of Chemistry Physics*, CRC Press, AEB, 1985.

## Laborategiko koadernoaren eredia

1. praktika

2008-12-23

(1) ALKOHOLETIK ABIATUZ, (2) AMINOETERRA ERATU



Erreaktiboak	P.m.	m (g)	mmolak	d (g/mL)	V (mL)	Baliokidea
(1) alkohola	318.18	0.7	2.2	-	-	1
KOH	56	0.14	2.5	-		1.14
MeI	142	0.34	2.4	2.2	0.155	1.1
DMSO	-	-	-	-	10	-
(2) aminoeterra	331.18	-	-	-	-	-

0.14 g KOH pisatu, eta 10 mL DMSO-tan disolbatzen dugu. (1) 0.70 g alkohol pisatu, eta esekidura horren gainean gehitzen dugu giro-tenperaturan.

Bi minutu pasatu ondoren, tenperatura berean, 0.155 mL MeI tantaz tanta gehitzen dugu, eta 3 ordu edukitzen dugu irabiatzen.

Denbora hori igaro ondoren, H<sub>2</sub>O-a gehitzen dugu. Gero, faseak banatu, eta fase urtsua CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>-arekin (3 x 20 mL) erauzten dugu.

Erauzkin organikoak urez (3 x 10 mL) garbitzen ditugu, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidroz lehortu, iragazi, eta disolbatzailea hutsean lurruntzen dugu.

Lortutako olioak zutabe-kromatografiaren bidez arazten dugu. Horretarako, eluitzaile moduan hexanoa:etil azetato 3:7 nahastea erabiltzen dugu, eta fase geldikor gisa silize-gela.

Modu horretan, erreakzio-produktuaren, (2) eter metilikoaren, 230 mg lortu ditugu.

**Emaitzak:**

Lortutako pisua: 230 mg (2) aminoeter.

Pisu teorikoa: 2.2 mmol alkohol  $\rightarrow$  2.2 mmol produktu (aminoeter).

$$0.0022 \text{ mol} \times (331.18 \text{ g/mol}) = 0.728 \text{ g}$$

Etekinak:  $(0.23 \text{ g lortutakoak} / 0.728 \text{ g teorikoak}) \times 100 = 31.59 \rightarrow \% 32$

**4. Txostenak idazteko modua**

Laborategiko txostena da laborategiko praktika batean lortutako emaitzen deskribapen argia eta zehatza. Honako atal hauek azaldu behar dira:

- Praktikaren izenburua.
- Oinarri teorikoa: praktikaren inguruko sarrera teoriko laburra aipatu behar da. Hor, erreakzio mota edo esperimentu mota eta beste kontzeptu orokor batzuk azaldu behar dira.
- Prozedura esperimentalak: prozedura era argian eta zehatzean azaldu behar da.
- Emaitzak eta ondorioak: esperimentuan lortutako emaitzak adierazi, eta espero ziren emaitzekin bat datozen edo ez aipatu behar da. Bat ez badatoz arrazoitu zergatik, eta esperimentuaren funtsezko ondorioak azaldu.
- Bibliografia: txostena egiteko erabili diren bibliografia-iturriak aipatu behar dira.

## 2. GAIA

---

### **ERAUZKETA**

---

1. Erauzketaren oinarria
2. Likido-likido erauzketa. Banatze-koefizientea
3. Solido-likido erauzketa
4. Azido-base erauzketa

## 1. Erauzketaren oinarria

Erreakzio bat egiten denean, erreakzio-nahasteak, lortu nahi dugun produktuaz gain, osagai hauek izan ditzake: erreakzionatu ez duen produktua, albo-produktuak, konposatu ezorganikoak eta disolbatzailea.

Erreakzio mota bakoitzari produktua bakartzeko prozedura bat dagokio. Horri ingelesez *work-up* deitzen zaio, eta nahastearen araberakoa eta produktuen propietate fisikoen eta kimikoen araberakoa da.

Prozedura horren lehenengo pausoa, hondakin azidoak, basikoak edo gatzak, organikoak nahiz ezorganikoak, eliminatzen dira, eta erreakzio gordina bakartzen da. Nahaste hori lortu nahi dugun produktuaz eta albo-produktuez osatuta dago.

Batzuetan, interesatzen zaigun produktu organikoa nahastetik bereizten da zuzenean, haren propietate azidoetan eta basikoetan oinarrituz. Askotan, erreakzioa uretan egin bada edo erreakzio-nahasteak ur nahikoa badauka, beharrezkoa da produktua erauztea, urarekin nahastezina den disolbatzailea bat erabiliz. Eragiketa horiek guztiak erauzketa-teknika erabiliz gauzatzen dira. Erauzketa izeneko prozesua gertatzen da substantzia bat fase batetik beste fase batera transferitzen denean.

## 2. Likido-likido erauzketa. Banatze-koefizientea

Erauzketa-teknika erabiliena likido-likido erauzketa da. Erauzketa hori nahastezinak diren bi likidoen artean gertatzen da, eta dekantazio-inbutuan egiten da. Erauzketan honako bi fase likido hauek agertzen dira:

- a) Fase urtsua: ura edo disoluzio urtsua.
- b) Fase organikoa: urarekin nahastezina den disoluzioa edo disolbatzaile organikoa.

Nahastezinak diren bi fase likidoen artean konposatu kimikoa transferitzen denean erauzketa deitzen zaion arren, erauzketa eta garbiketa ezberdintzea komenigarria da.

**Erauzketa:** konposatu organikoa fase urtsu batetik disolbatzaile organiko batera eramaten dugunean.

**Garbiketa:** disoluzio urtsuarekin egiten da, eta helburua da fase organikotik nahi ez den produktua kentzea.



### 2.1. Oinarri teorikoa

Demagun (1) disolbatzailean dagoen A konposatuaren disoluzioa (2) disolbatzailearekin erazten dugula. (2) disolbatzailea eta (1) disolbatzailea nahastezinak dira, eta A konposatua (2) disolbatzailean disolbagarriagoa da. A konposatua bi disolbatzaileen artean banatuko da, oreka-egoera lortu arte. Azkenean, nahastezinak diren bi fase likidoak dekantazio-inbutuan bereiziko dira; behean, dentsitate handieneko fasea geratzen da.

Disolbatzaile bakoitzaren A konposatuaren kontzentrazioen arteko erlazioa tenperatura jakin batean, konstante bat da; eta **banatze-koefizientea** (k) deitzen zaio. Banatze-koefizientea tenperaturaren eta disolbatzaile bikotearen menpekoa da.

A-ren disolbagarritasuna (2) disolbatzailean > A-ren disolbagarritasuna (1) disolbatzailean

$$K = \frac{[A]_2}{[A]_1} = \frac{\text{A-ren disolbagarritasuna (2) disolbatzailean}}{\text{A-ren disolbagarritasuna (1) disolbatzailean}}$$

[A]<sub>1</sub>: Orekan dagoen A konposatuaren kontzentrazioa (1) disolbatzailean.

[A]<sub>2</sub>: Orekan dagoen A konposatuaren kontzentrazioa (2) disolbatzailean.

Erauzketa egiten denean, disolbatzaile organikoaren bukaerako bolumen baterako, eraginkorragoa da bolumen txikiagoa erabiliz erauzketa bat baino gehiago egitea erauzketa bakarra egitea baino. Oro har, konposatu organikoak fase urtsutik erauzteko, erauzketa bat baino gehiago egiten dira, eta horrela erauzitako konposatuaren kantitatea handituz doa.

Adibidea: A konposatua uretan disolbatuta dago eta dietil eterra erabiliz erauzi nahi dugu.

A-ren disolbagarritasuna dietil eterretan: 25 g/100 mL.

A-ren disolbagarritasuna uretan: 10 g/100 mL.

Beraz, A konposatuaren banatze-koefizientea honako hau izango da:

$$K = \frac{[A]_2}{[A]_1} = \frac{\text{A-ren disolbagarritasuna eterrean}}{\text{A-ren disolbagarritasuna uretan}} = \frac{25 \text{ g/100 mL}}{10 \text{ g/100 mL}} = 2.5$$

A-ren 7 g dituen 100 mL-ko ur-disoluzioa 100 mL dietil eter erabiliz erauziko balitz, lortuko genukeen konposatuaren kantitatea kalkula dezakegu.

$$K = \frac{[A]_{\text{eter}}}{[A]_{\text{ura}}} = \frac{x \text{ g/100 mL}}{(7-x) \text{ g/100 mL}} = 2.5 \implies x = 5 \text{ g}$$

non x dietil eterra erabiliz erauzitako A konposatuaren gramoak baitira.

Disolbatzaile organikoaren bukaerako bolumen baterako, erauzketa bat baino gehiago egitea bolumen txikiagoa erabiliz, erauzketa bakarra egitea baino eraginkorragoa dela frogatuko dugu.

Bi erauzketa egingo ditugu 50 mL erabiliz, erauzketa bakarra 100 mL erabiliz egin beharrean.

Lehenengo erauzketan:

$$K = \frac{x \text{ g/50 mL}}{(7-x) \text{ g/100 mL}} = 2.5 \implies x = 3.9 \text{ g}$$

Beraz, A konposatuaren 3.9 g erauzi dira, eta, ondorioz, fase urtsuan 3.1 g geratzen dira.

Bigarren erauzketan:

$$K = \frac{y \text{ g/50 mL}}{(3.1-y) \text{ g/100 mL}} = 2.5 \implies x = 2.6 \text{ g}$$

Beraz, guztira 6.5 g erauzten dira bi erauzketa eginez, eta erauzketa bakarra eginez, 5 g.

Batzuetan, banatze-koefizientea handitzeko fase urtsua sodio kloruroz asetzen da. Izan ere, elektrolito sendoekin asetako disoluzio urtsuetan konposatu organikoen disolbagarritasuna txikiagoa da. Soilik k oso handia denean (>100), nahiko da erauzketa bakarra egitea.

## 2.2. Prozedura esperimentalak

### a. Materiala prestatu.

Erauzketa dekantazio-inbutuan egiten da. Horrek tapoia eta giltza eduki behar ditu, eta beren funtzioa ondo betetzen dutela egiaztatu behar da. Giltza tefloizkoa edo

beirazkoa izan daiteke. Beirazkoa bada, koipe apur bat bota behar zaio ondo biratzeko. Tapoiari eta aho esmerilatuari ezin zaio inoiz bota koiperik.

Dekantazio-inbutua eraztun metalikoan sartu behar da, eta eraztunak azkeneko euskarri bati lotuta egon behar du.

b. Faseak gehitu.

Erauzi behar den disoluzioa dekantazio-inbutuan sartzen da, inbutu biribil baten laguntzaz, eta horren gainean erauzketa egiteko erabiliko den disolbatzailea gehitzen da.

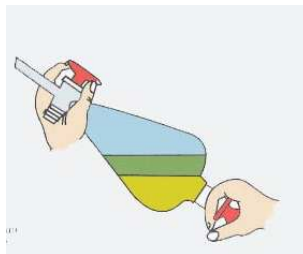
Dekantazio-inbutua ezin da bere bolumenaren hiru laurdenak baino gehiago bete eta ezin dira sartu disoluzio beroak.

c. Nahastea astindu.

- Inbutua itxi, eta esku batekin giltzari eutsi eta bestearekin tapoiari.
- Inbutua horizontalean jarri, eta poliki astindu mugimendu zirkularrak eginez.

Disolbatzaile lurrunkorrek astintzean haien lurrun-presioa handitzen da, eta inbutu barnean gainpresioa eragiten. Presioa arintzeko inbutua buruz behera jarri behar da, eta kontu handiz giltza ireki.

- Giltza itxi, eta aurreko prozesua behin eta berriro errepikatu.



1. irudia. Erauzketa egiteko modua.

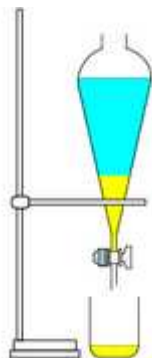
d. Faseak bereizi eta banatu.

Inbutua eraztun metalikoan jarri, tapoia kendu, eta faseak guztiz bereizi arte itxaron.

Beheko fasea atera aurretik egiaztatu tapoia ez dagoela jarrita. Tapoia jarrita dagoela giltza irekiko balitz, hasierako likidoaren tanta batzuk atera ondoren, inbutu barnean presioa jaitsiko litzateke eta likidoaren irteera oztopatuko luke.

Beheko fasea giltza irekiz inbututik ateratzen da eta erlenmeyer batean biltzen da.

Goiko fasea inbutuaren sarreratik (ahotik) ateratzen da eta beste erlenmeyer batean biltzen da. Goiko fase hori garbitu edo berriro erauzi behar bada, ez da nahitaezkoa inbututik ateratzea.

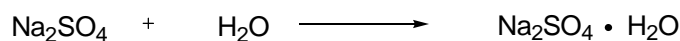


2. irudia. Faseen banaketa.

Fase urtsua edo fase organikoa zein den ziurtasun osoz jakin arte, faseak ez dira bota behar. Erauzketa bat baino gehiago egiten direnean, hasierako fase urtsua berriro erauzten da disolbatzaile gehiago erabiliz. Bukaeran, fase organiko guztiak bildu egiten dira.

e. Fase organikoa lehortu.

Fase organikoak eduki ditzakeen ur arrastoak kentzeko, geldoa den lehorgarri ezorganiko bat erabiltzen da; eskuarki, normalean sodio sulfato anhidroa ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) edo magnesio sulfato anhidroa ( $\text{Mg}_2\text{SO}_4$ ). Konposatu horiek hidratatu egiten dira, eta modu horretan ura eliminatzen laguntzen dute.



f. Iragazi eta disolbatzailea kendu.

Lehorgarri kimiko hidratatua grabitatea baliatuz iragazi, eta matraz biribilean biltzen da. Erauzketan erabilitako disolbatzaile organikoa lurrungailu birakarian eliminatzen da presiopean.

### 2.3. Erauzketarako disolbatzaile egokia

Erauzketa egiteko disolbatzailea aukeratu behar da, honako irizpide hauek kontuan izanda:

- Urarekin nahastezina izan behar du (etil azetatoa, kloroformoa, diklorometanoa, dietil eterra, hexanoa, eta abar).
- Urak baino hobe disolbatu behar du erauzi nahi den substantzia.

- Irakite-puntu baxua eduki behar du, ondorengo pausoen erraz elimintzeko.
- Erauzi nahi den produktuarekin ezin du erreakzionatu.
- Sukoia edo toxikoa ez izatea, eta aukeran ditugun disolbatzaileen artean merkeena izatea.

#### 2.4. Disoluzio organikoen garbiketa

Garbiketa egiten da, nahaste organikoan egon daitezkeen hondakin ezorganikoak (gatzak, azidoak edo baseak, esaterako) elimintzeko.

Erabili behar den disoluzio urtsua elimintatu nahi den hondakinaren izaera azidoaren, basikoaren edo neutroaren arabera aukeratzen da. Azido-hondakinak elimintzeko sodio bikarbonatozko disoluzio urtsuak erabiltzen dira. Kasu horretan, neutralizatzean, CO<sub>2</sub>-a askatzen da; beraz, dekantazio-inbutuko giltza behin eta berriro zabaldu behar da gainpresioa ekiditeko.

### 3. Solido-likido erauzketa.

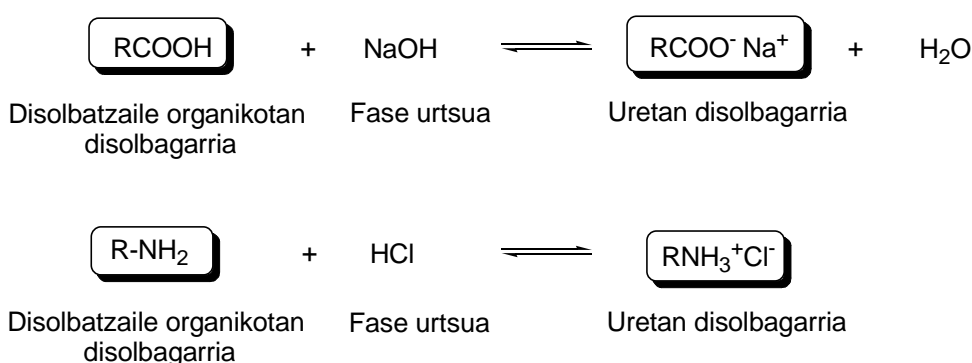
Disolbatzaile organikoetan eta uretan disolbaezina den nahaste batetik konposatu organiko bat erauzteko gehien erabiltzen den teknika solido-likido erauzketa jarraia da. Nahiz eta konposatu organikoa disolbatzaile organikoan oso disolbagarria ez izan Soxhlet erauzgailuaren bidez bakartu egin daiteke. Solido-nahastea tresnaren goiko partean kokatzen da, iragazi modura erabiltzen den zelulosa-kartutxoaren barruan. Disolbatzaile organikoa duen matraza berotzean, lurrinak albo-hoditik igotzen dira, hozkailuan kondentsatu egiten dira, eta kartutxoan dagoen solidoaren gainean erortzen dira. Disolbatzaileak apurka-apurka solidoa erauzten du, eta goian kokatuta dagoen tanga betez doa, eta albo-hodi mehearen goiko partera heltzean matrazera erortzen da berriro. Prozesua behin eta berriro errepikatzen da, eta, horrela, konposatu organikoaren kontzentrazioa handituz doa matrazean, erauzketa bukatu arte.



3. irudia. Soxhlet erauzgailua.

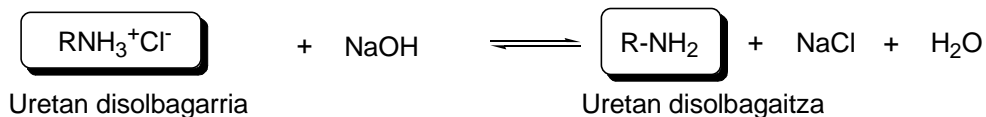
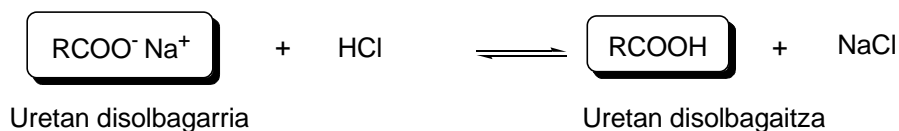
#### 4. Azido-base erauzketa

Disolbatzaile organiko batean disolbaturik dauden konposatu organiko azido edo basikoak fase urtsura eraman daitezke, azido-base propietateak erabiliz. Beraz, izaera azidoa, izaera basikoa eta izaera neutroa duten hiru konposatuen nahastea dugunean, konposatu horiek disoluzio urtsu azidoarekin edo basikoarekin tratatu behar dira. Hala, dagozkien gatzak eratuko dira, eta bereizi ahal izango ditugu.



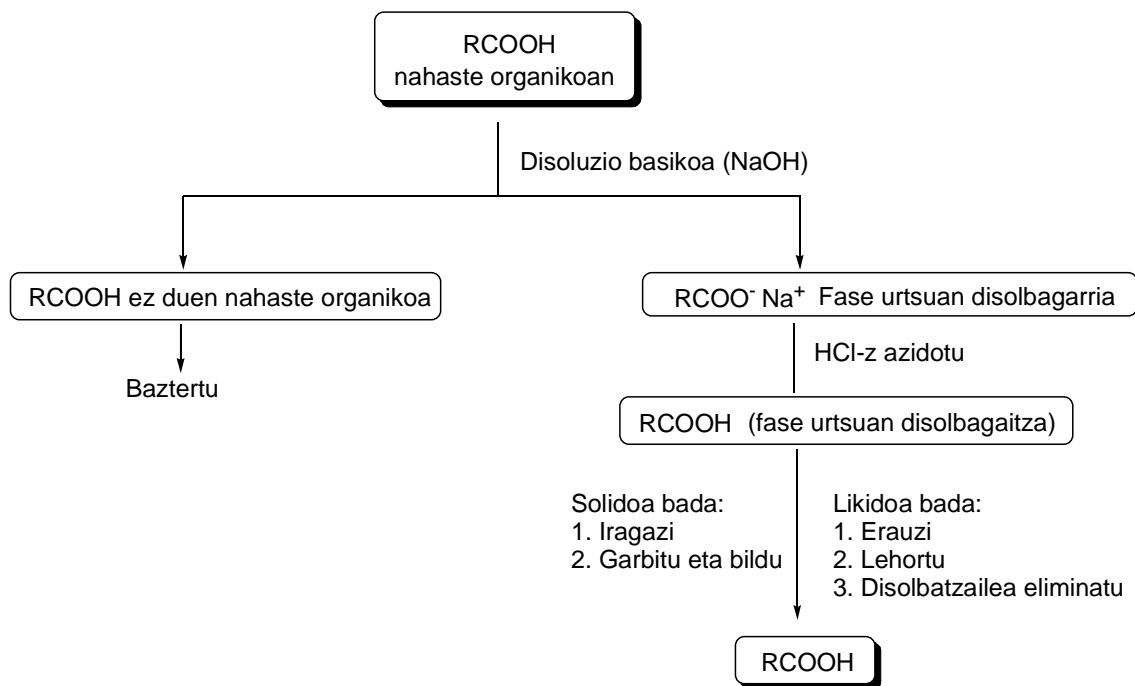
Eratzen diren gatzak uretan disolbagarriak dira eta disolbagaitzak disolbatzaile organikotan. Era horretan, azidoak edo basikoak diren konposatu organikoak hasierako disoluziotik banatzen dira. Hasierako nahastean konposatu neutroak egonez gero, horiek ez dute azido-base erreakzioen eragina jasango, eta hasierako disoluzio organikoan edukiko dira. Komenigarria da azidoz edo basez egindako erauzketa behin baino gehiagotan errepikatzea, gatz bihurtu nahi dugun konposatu organikoaren erauzketa egokia ziurtatzeko.

Behin konposatu organiko azidoa edo basikoa fase urtsuan izanda, berreskuratu egin daiteke kontrako azido-base erreakzioa eginez. Erreakzio horretan, uretan disolbagaitza den hasierako konposatu organiko bihurtzen da gatza.

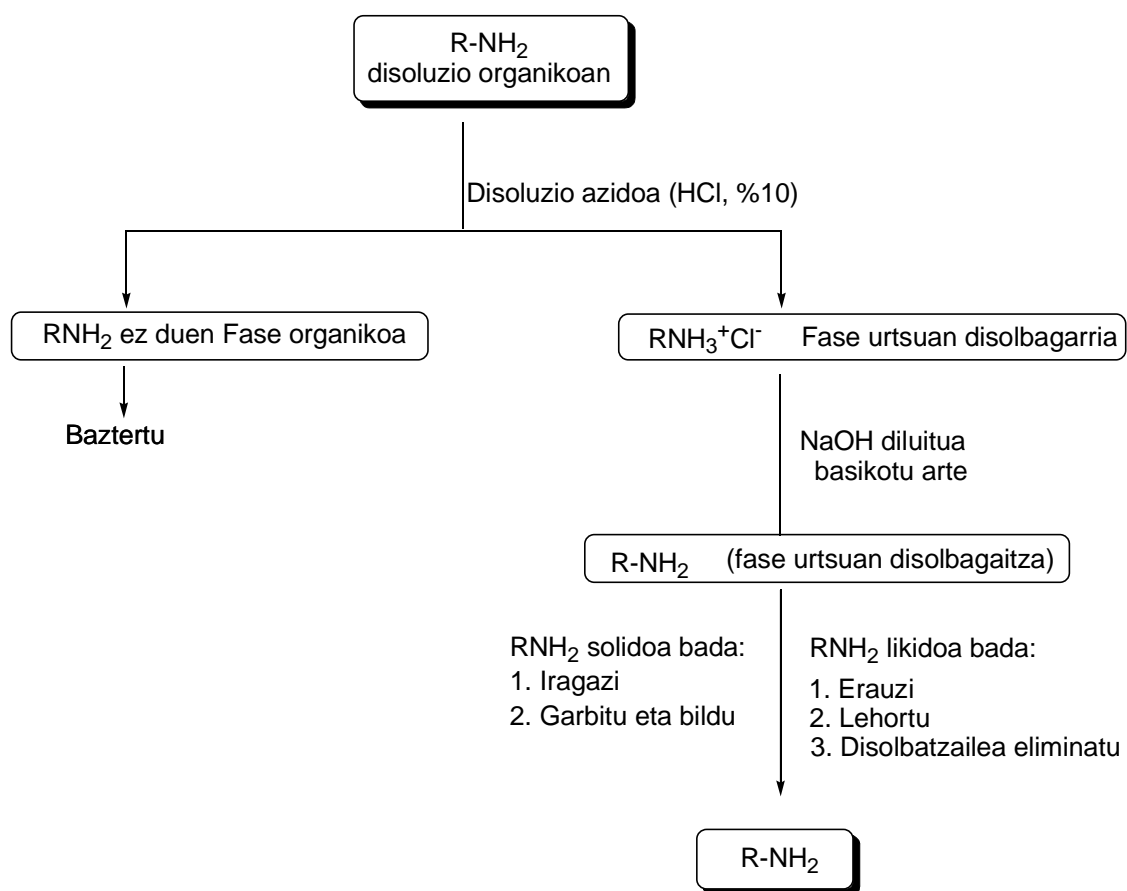


Hurrengo pausua da, konposatu organiko disolbagaitza fase urtsutik banatzea. Horretarako, konposatu organikoa, likidoa izanez gero, disolbatzaile organikoa erabiliz erauzten da. Aldiz, konposatua solidoa bada, uretan disolbagaitza izateagatik hauspeatuko da, eta banaketa iragazketaren bidez egin daiteke.

Hona hemen nahaste organiko batetik azido karboxiliko bat erauzteko jarraitu behar diren pausoak:



Hona hemen nahaste organiko batetik amina bat (basea) erauzteko jarraitu behar diren pausoak:





### 3. GAIA

---

## **SUBLIMAZIOA**

---

1. Oinarri teorikoa eta erabilerak
2. Materiala eta prozedura

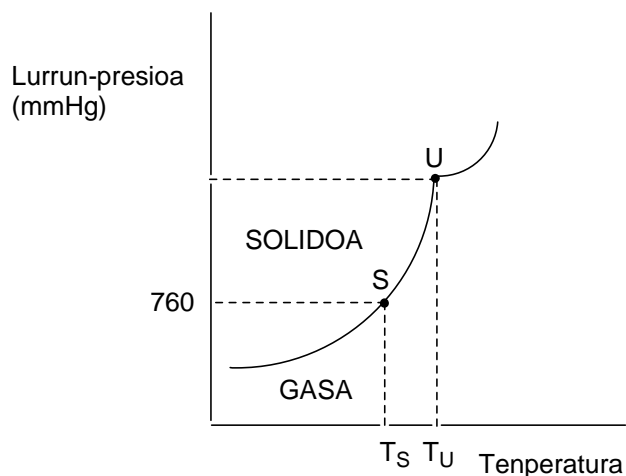
## 1. Oinarri teorikoa eta erabilerak

Likidoek bezala solidoek ere tenperaturarekin handitzen den lurrun-presioa dute, nahiz eta hori baxua izan.

Lurrun-presio handia duten solidoen kasuan, hots, presio hori kanpoko presioaren berdina izan daiteke urtze-puntura heldu baino lehen. Kasu horretan, fase solidotik lurrun fasera pasatzen da, tartean geratzen den egoera likidotik pasatu gabe.

Gainazal hotz bat ukituz kontrako prozesua gertatzen da eta lurruna zuzenean solido bihurtzen da. Sublimazioa teknika erraza eta bizkorra da eta ez da disolbatzailerik erabiltzen, horrek duen abantailarekin.

1. irudian lurrun-presioa/tenperatura diagrama azaltzen da. Bertan ikus daitezkeen moduan, sublimatzen den solidoa berotzean bere lurrun-presioa handituz doa 760 mmHg-ko presioa lortu arte, bere urtze-puntua ( $T_U$ ) baino baxuagoa den tenperaturan ( $T_S$ ). Beraz, solido hori atmosferako presioan berotzen bada, 760 mmHg-ko lurrun-presioa lortu ahala, gas fasera pasatuko da tenperatura konstantean. Atmosferako presioan azkar sublimatuko da urtu gabe.



1. irudia. Atmosferako presioan sublimatzen den solido baten lurrun-presioa/tenperatura diagrama.

Solido gutxi dira sublima daitezkeenak: karbono dioxido solidoa da adibiderik esanguratsuena, "izotz lehor" edo "elur karboniko" izenez ezagutzen dena. Solido horren lurrun-presioa hain da altua, ezen berotu gabe sublimatzen baita. Beste zenbait kasutan (hots, alkanforaren, iodoaren eta naftalenoaren kasuan), sublimazioa ontzi irekian eta denbora luzean gertatzen da, haien lurrun-presioa ere nahiko handia delako.

Solidoek duten lurrun-presioaren arabera, atmosferako presioan edo hutsean berotuz sublima daitezke. Oro har, sublimazioa hutsean gertatzen da, tenperatura altuak

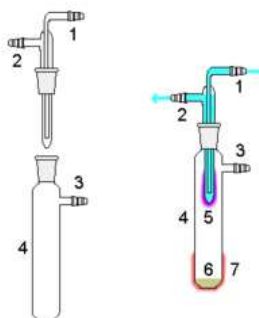
ekiditeko eta solidoa ez dela urtzen ziurtatzeko. Hala ere, zenbait solido ez da sublimatzen, lurrun-presioa oso txikia duelako.

Molekulen arteko indar elektrostatiko ahulak dituzten solidoak, lurrun-presio altua dutenez, sublimazioaren bidez araztu daitezke. Hala ere, metodo hori ez da guztiz selektiboa; izan ere, sublima daitezkeen substantziak sublima ezin daitezkenetatik bereizteko soilik erabil daiteke. Modu horretan erraz elimina daitezke, lurrunkorrek ez diren ezpurutasun solidoak sublimatzailearen hondoan geratzen baitira.

## 2. Materiala eta prozedura

Presio atmosferikopean gertatzen den sublimazioa solidoaren lurrun-presioa altua denean soilik egin daiteke. Baina, oro har, solidoen lurrun-presioa ez da oso altua eta, kasu horietan, kanpoko presioa jaitsi egiten da solidoek arinago sublimatzen direlako tenperatura baxuetan. Era horretan, tenperaturak eraginda urtzea edo deskonposatzea ekiditen dugu.

Sublimazioa *hatzamar hotza* izeneko aparatuan gertatzen da (2. irudia). Aparatu horrek sublimazioa presio atmosferikopean edo presio baxuagoetan egiteko balio du. Beirazko bi hodiz osatuta dago; kanpoko hodiak hutsezko irteera dauka, huts-ponpara konekta daitekeena; barruko hodia ur-fluxuaren bidez hoztu egiten da eta, hala, gainazalean lurrunaren kondentsazioa gertatzen da.



2. irudia. Sublimazio-teknikarako erabiltzen den hatzamar hotza. 1-2: ur-fluxuaren sarrera eta irteera; 3: hutsaren konexioa; 4: sublimazio-hodia; 5: sublimatutako konposatu purua; 6: sublimatzeko konposatua; 7: berotu daitezkeen zatia.

Sublimazioa gertatzeko honako pauso hauek jarraitu behar dira:

1. Sublimatu nahi dugun solidoa sublimatzailearen hondoan jarri.

2. Barneko hodia jarri. Hozten den gainazalak handia izan behar du eta sublimatzailearen hondotik gertu egon, lurrinak kondentsa dezan eta huts-korrontetik gal ez dadin.
3. Hatzamar hotza ur-fluxura konektatu.
4. Presiopean egin behar diren sublimazioetan, sistema hutsera konektatu.
5. Kanpoko hodiaren beheko partea apurka-apurka berotu; ez larregi berotu, solidoa urtu ez dadin. Berehala behatuko da sublimazioa gertatzen ari dela hotz dagoen barruko hodiaren behealdeko gainazalean.
6. Sublimazioa bukatzean, hutsezko tronpa erabili bada, deskonektatu goma kontu handiz kenduz. Hori bizkor eginez gero airea sartuko litzateke eta sublimatutako substantzia ez litzateke hodian itsatsita geratuko; sublimatzailearen hondora jausiko litzateke berriro.
7. Aparatua hoztu, barruko hodia atera eta sublimatutako solidoa bildu espatularekin. Ezpurutasunak sublimatzailearen hondoan geratzen dira.

## 4. GAIA

---

### **KRISTALIZAZIOA ETA URTZE-PUNTUA**

---

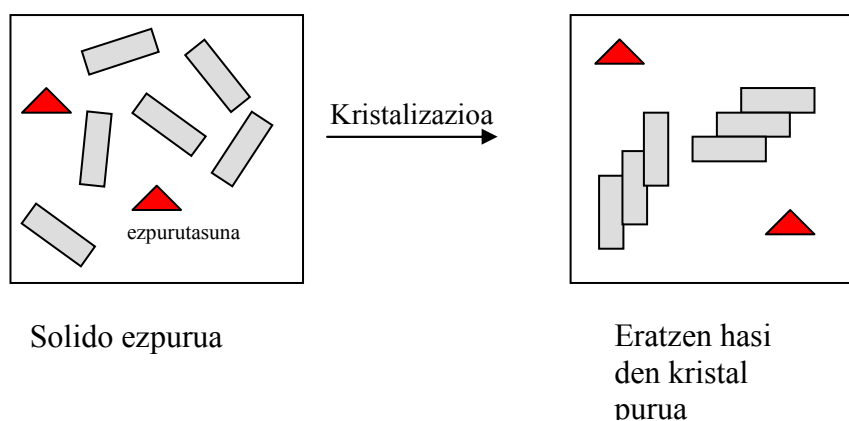
1. Kristalizazioa: oinarriak eta erabilerak
2. Kristalizaziorako disolbatzaile egokia
3. Disolbatzaile nahasteak kristalizazioan
4. Prozedura eta materiala
5. Urtze-puntua

## 1. Kristalizazioa: oinarriak eta erabilerak

### 1.1. Oinarri teorikoa

Kristalizazioa da konposatu solidoak arazteko metodo egokiena, ezpurutasun kantitatea txikia denean. Solido organikoak disolbagarriagoak dira disolbatzailearen irakite-puntuaren tenperaturan, giro-tenperaturan baino; horretan oinarritzen da kristalizazioa.

Konposatu organiko kristalino bat Van der Waals indarren bidez elkartuta dauden molekulak, hiru dimentsioko paketatzeaz osatzen da. Kristalizazioan, kristala eratzen hasten den heinean, era, forma eta neurri bereko molekulak elkartzen dira eta ezpurutasunak kanpoan geratzen dira.



#### 1. irudia. Kristalizazio-prozesua.

Teknika horren abantaila nagusia da eskala txikian zein handian erabil daitekeela. Kristalizazioaren lehenengo pausoa da solidoa berotan disolbatzea, ahalik eta disolbatzaile gutxien erabilita; hala, disoluzio asean eratzen da. Hoztean, disoluzioa gainasetu egiten da solidoarekiko, eta kristalizazio-guneak eratzen hasten dira ontziaren hormetan edo likidoaren gainazalean. Nukleo horiek eratzen direnean, beste molekula batzuk batzen dira eta kristal-sarea eratzen da. Baina disolbagarriak diren ezpurutasunak disoluzioan geratzen dira, disoluzioa asetzeko edo kristaltzeko beste kontzentratuak ez dagoelako. Lortutako kristalak iragazketaren bidez batzen dira; kristaltzeko erabili den disolbatzailearekin garbitzen dira, gainazalean gera daitezkeen ezpurutasunak kentzeko; eta, azkenik, lehortu egiten dira. Lortutako solidoa purutasun-maila altukoa ez bada, prozesua errepika daiteke disolbatzaile bera edo beste disolbatzaile bat erabiliz.

Kristaltze-prozesua egokia izateko astiro gertatu behar da, eta era horretan kristal oso puruak lortzen dira. Disoluzioa oso azkar hozten bada, konposatua kristaldu beharrean, hauspeatu egin daiteke. Komeni da hauspeatzearen eta kristaltzearen arteko ezberdintasunak aipatzea: hauspeakina bizkor eratzen den solido amorfoa da; kristala berriz, astiro eratzen den solido kristalinoa. Hauspeatu den solido batek solido amorfoan harrapatuta gera daitezkeen ezpurutasunak izan ditzake.

## 2. Kristalizatorako disolbatzaile egokia

Kristalizazio-prosezuan disolbatzailea aukeratzekoan honako irizpide hauek jarraitu behar dira:

- a) Araztu nahi den solidoa berotan disolbatzea, baina hotzetan (giro-tenperaturan edo 0 °C-tan) disolbagaitza izatea. Ez da disolbatzaile egokia solidoa hotzetan disolbatzen duena eta berotan disolbatzen ez duena.
- b) Ezpurutasunak oso ondo edo oso gaizki disolbatzea, berotan iragazterakoan edo bukaerako iragazian elimina daitezen.
- c) Kristaldu nahi den konposatuarekin ez erreakzionatzea.
- d) Solidoaren urtze-puntua baino irakite-puntu baxuagoa edukitzea.
- e) Lurrunkorra izatea, lortzen diren kristalak erraz lehor daitezen.
- f) Toxikoa eta sukoia ez izatea.

Ez da existitzen ezaugarri horiek guztiak betetzen dituen disolbatzailerik; baldintza guztiak dira garrantzitsuak, baina, bereziki, lehenengo laurak betetzen dituen disolbatzailea lortu behar da.

Disolbatzailerik egokiena aukeratzeko, kontuan izan behar dugun lehenengo irizpidea hau da: “antzekoak antzekoa disolbatzen du”. Alegia, disolbatzaile batek, bere egitura kimikoaren antzekoa duen konposatua disolbatuko du hoberen. Hala ere, zenbait kasutan irizpide hori ez da nahikoa disolbatzaile egokia aukeratzeko, eta disolbagarritasun-progak egin behar dira. Horretarako, honako prozedura hau jarraitzen da:

1. Kristaldu nahi den konposatuaren kantitate txiki bat saio-hodi batean sartzen da.
2. Disolbatzaile pixka bat gehitzen zaio. Giro-tenperaturan solidoa berehala disolbatzen bada, disolbatzaile hori ez da egokia kristalizazioa egiteko.

3. Solidoa giro-tenperaturan ez bada disolbatzen, saio-hodia berotzen da. Solidoa berotan ez bada disolbatzen, disolbatzaile apur bat gehitu eta disolbatu arte berotu behar da. Disolbatzen ez bada, disolbatzaile hori baztertu egin behar da.

4. Solidoa berotan disolbatzen denean, saio-hodia giro-tenperaturara hozten utzi behar da; eta ez bada kristalik agertzen 0 °C-tan hoztu behar da. Disolbatzaile larregi gehitu bada eta, ondorioz, solidoa kristaltzen ez bada, berotu beharra dago disolbatzaile soberakina kentzeko.

### 3. Disolbatzaile-nahasteak kristalizazioan

Batzuetan zaila izaten da kristaldu nahi den produktua berotan disolbatzen duen eta hotzetan disolbatzen ez duen disolbatzailea aurkitzea. Kasu horietan disolbatzaile-nahasteak erabiltzen dira. Disolbatzaile batean, solidoak disolbagaitza izan behar du hotzetan eta berotan; beste disolbatzailean batean, disolbagarria izan behar du hotzetan eta berotan.

Kristaltze-prozesuan disolbatzaile-nahastea erabili ahal izateko, honako baldintza hauek bete behar ditu:

- a) Guztiz nahaskorrak izatea.
- b) Disolbatzaileen irakite-puntuak antzekoak izatea, haietariko bat lurrun ez dadin.

Hauek dira kristaltze-prozesuan gehien erabiltzen diren disolbatzaile-nahasteak:

Disolbatzaile nahaskorrak	
Etanola-Ura	Metanola-Dietil eterra
Metanola-Ura	Metanola-Diklorometanoa
Azetona-Ura	Hexanoa-Diklorometanoa
Azido azetikoa-Ura	Hexanoa-Azetona
Dioxanoa-Ura	Hexanoa-Dietil eterra
Azetona-Etanola	Hexanoa-Etil azetatoa
Azetona-Dietil eterra	Ziklohexanoa- Etil azetatoa
Etanola-Dietil eterra	Ziklohexanoa-Toluenoa



#### 4. Prozedura eta materiala

Ezpurutasunak dituen solido bat kristalizatzeko honako pauso hauek jarraitu behar dira:

##### A. Disolbatzailea gehitu.

Kristaldu nahi den solidoa matrax borobilean sartu eta solidoa estaltzeko adina disolbatzaile gehitu. Irakitea homogeneoa izan dadin eta gainezka egin ez dezan, plater porodunak sartzen dira matrax borobilean.

##### B. Kristaldu nahi den solidoa berotan disolbatu.

Birfluxutan berotu hozkailua erabiliz, eta irabiatu solido guztia disolba dadin. Solidoa disolbatzen ez bada, disolbatzaile gehiago bota solidoa disolbatu arte.

##### C. Disolbagaitzak diren ezpurutasunak berotan iragaztea.

Disolbagaitzak diren ezpurutasunak kentzeko, disoluzioa berotan eta grabitatea baliatuz iragazi behar da. Iragazia erlenmeyer batean biltzen da eta, iragazketa egiteko, beirazko inbutu biribila eta ondo tolestutako iragaz-papera erabiltzen dira.

Iragaz-paperean edo inbutuaren irteeran solidoaren kristalak era ez daitezen, honako pauso hauek jarraitu behar dira:

- a) Irteera laburra duen inbutua erabili eta iragazketa hasi baino lehen berotu.
- b) Azkar iragazi disoluzioaren bolumen txikiak behin baino gehiagotan gehituz. Horrela, gehitu gabe dagoen disoluzioa berotzen jarrai dezakegu.

Batzuetan, solidoa iragaz-paperean edo inbutuan kristaltzen da; kasu horretan, bero dagoen disolbatzailea gehitu behar da solidoa disolbatzeko.

Iragazketa bukatzean, erlenmeyerra eta iragaz-papera garbitu irakiten dagoen disolbatzailearekin, produktu apurrak berreskuratzeko. Iragaziak gardena izan behar du eta, hozterakoan, solidoak kristaltzeko adina kontzentratua.

##### D. Hoztu eta kristaldu

Iragazi eta gero, erlenmeyerra estali egin behar da disolbatzailea lurrun ez dadin, eta disoluzioa hozten uzten da erlenmeyerra mugitu gabe. Giro-tenperaturan dagoela, solidoa kristaldu ez bada, honako aholku hauek jarraitu behar dira:

- a) Disoluzioa ur-izotz bainuan hoztu.

b) Erlenmeyerreko paretak edo hondoa karraskatu, beirazko ziriak edo espatulaz baliatuz. Horrela, disoluzioan beirazko mikropartikulak sartzen dira eta horiek kristalizazio-gune gisa jokatzen dute.

c) Kristaldu nahi den konposatua eskuragarri badugu, sartu konposatu puru horren kristala, kristalizazio-gune gisa joka dezan.

Hala eta guztiz ere, kristalizazioa gertatzen ez bada, disolbatzaile gehiegi bota dugulako izan daiteke. Kasu horretan, beharrezkoa da disolbatzaile pixka bat lurruntzea; horretarako, erlenmeyerra berotuko dugu disoluzioak irakin arte.

#### *E. Kristalak iragazi.*

Disoluzioa hutsean iragaziz kristalak disoluziotik bereizten dira. Hori egiteko erabiltzen dira, huts-ponpa, kitasatoa, Büchner inbutua eta iragaz-paper biribila.

#### *F. Kristalak garbitu eta lehortu.*

Eratutako kristalak garbitu kristaltzeko erabili den disolbatzailearekin. Lortutako kristalen disolbagarritasuna jaisteko, disolbatzailea aurretiaz hoztu behar da.

#### *G. Iragazian egon daitekeen solidoa berreskuratu*

Kristaltze-prozesuan, iragazian galtzen da konposatuaren kantitate txiki bat. Iragazian solido kantitate nahiko ikusten denean berriro iragazi behar da.

### **5. Urtze-puntua.**

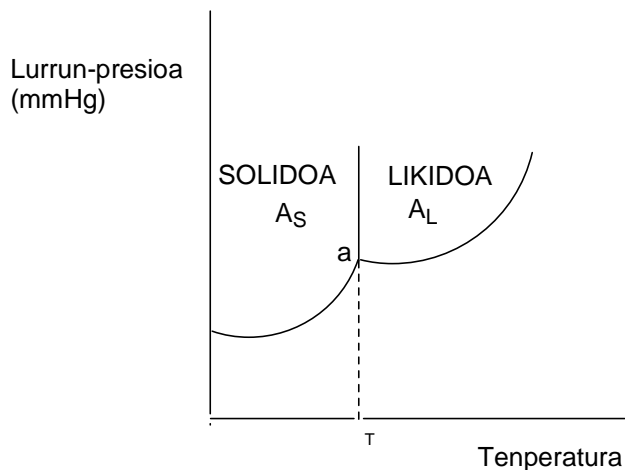
Urtze-puntua deritzogu edozein solido kristalino, 1 atm presiopean, solido-egoeratik likido-egoerara pasatzen den temperaturari.

Urtze-puntua determinatzearen arazoia honako hau da: alde batetik, solidoa karakterizatzea, urtze-puntua baita solido kristalino puruaren ezaugarri fisikoa; bestalde, solido baten purutasun-maila kuantitatiboki determinatzeko erabil daiteke. Ezpurutasunek solidoaren urtze-puntua jaitea eragiten dute. Konposatu puruak urtu egiten dira 1-2 °C-ko tartean, eta ezpurutasunak badaude tarte hori handitu egiten da.

Behatutako urtze-puntua eta bibliografian agertzen dena bat etortzea ez da nahikoa konposatua identifikatzeko; izan ere, antzeko urtze-puntua duten konposatu organiko ugari dago. Beraz, beste teknika batzuk erabili behar dira konposatu bat guztiz identifikatzeko, hala nola erresonantzia magnetiko nuklearra (RMN), kromatografia eta abar.

### 5.1. Oinarri teorikoa

Solido kristalinoetan molekulak paketatuta daude, kristal-sareak eratzen duen kohesio-energiaren bidez. Temperatura igotzean sistemaren energia zinetikoa handitu egiten da; era horretan, kristal-sarea osatzen duten molekulen arteko indarrak gainditzen dira eta likido-egoerara pasatzen da.



**2. irudia.** Urtzen den solido baten lurrun-presioa / tenperatura diagrama.

2. irudian azaltzen da lurrun-presioaren aldaketa-tenperaturarekiko A konposatua egon daitekeen bi egoerentzako (solido-egoerarentzako (A<sub>S</sub>) eta likido-egoerarentzako (A<sub>L</sub>)). Solido purua (A<sub>S</sub>) presio konstantepean berotzen denean eta tenperatura handituz doan heinean, bere lurrun-presioa handitu egiten da kristal-sarean dauden indarrak gainditu arte (a puntua). Une horretan likido-egoerara pasatuko da (A<sub>L</sub>). A puntuan orekan daude egoera solidoa eta likidoa eta bi egoera horien lurrun-presioak berdindu egiten dira. Hori gertatzen den tenperatura (T), urtze-puntua (u.p.), erabat zehaztuta dago, eta solido bakoitzaren ezaugarri da.

## 5.2. Prozedura esperimentalak

Urtze-puntuak neurtzeko aparatu bereziak daude (3. irudia).



**3. irudia.** Urtze-puntua neurtzeko aparatua

Urtze-puntua determinatzeko honako prozedura hau jarraitu behar da:

1. 10 cm-ko luzera eta 1 mm-ko barne-diametroa duen kapilar baten mutur bat itxi sugarraz baliatuz; gero hozten utzi.
2. Solidoa birrindu motrailuan.
3. Birrindutako produktua sartu irekita dagoen kapilarraren muturretik.
4. Lagina itxita dagoen muturreraino heldu behar da. Kapilarearen hondoan laginaren 1-2 mm jarri behar dira.
5. Kapilarra urtze-puntua neurtzeko aparatuan sartu, itxita dagoen muturretik.
6. Berotzen hasi eta laginean gertatzen dena behatu. Neurtzen ari garen produktuaren urtze-puntu teorikoa baldin badakigu, bere urtze-puntutik 20 °C-tik beherate bizkor berotu ahal dugu; baina gero astiro-astiro berotu behar dugu.
7. Laginean apuntatu lehenengo likido-tanta ikusten den temperatura eta lagin guztia urtzen den temperatura-tartea. Urtze-puntua adierazteko ez dira zenbaki hamartarrak erabiltzen eta, parentesi artean, kristaltzeko erabili den disolbatzailea adierazi behar da.
8. Kapilarra atera eta hondakin solidoetarako prestatuta dagoen ontzira bota.
9. Aparatua amatatu baino lehen, hozten utzi.

## 5. GAIA

---

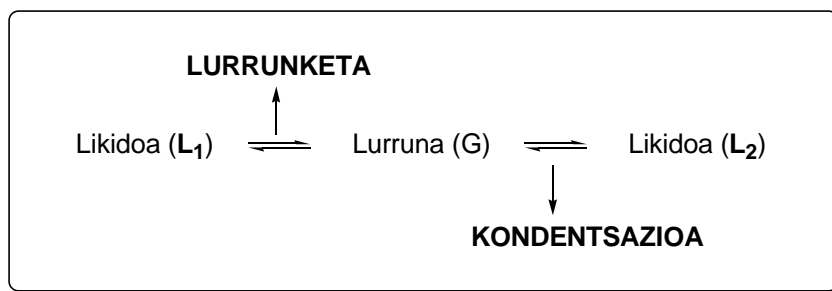
### **DESTILAZIOA**

---

1. Destilazioa: oinarriak
  - 1.1. Likido puru baten destilazioa
  - 1.2. Likido nahaste baten destilazioa
2. Destilazio motak eta erabilerak
  - 2.1. Destilazio sinplea
  - 2.2. Destilazio zatikatua
  - 2.3. Hutsezko destilazioa
  - 2.4. Lurrun-arraste destilazioa

## 1. Destilazioa: oinarriak

Destilazio-prozesuan ( $L_1$ ) likidoa berotu egiten da (G) gas-egoera lortu arte. Eratzen den lurruna kondentsatu egiten da gainazal hotz batean eta berriro likido-egoerara pasatzen dira. Likido hori ( $L_2$ ) bildu egiten da destilazio-prozesuaren ondoren.  $L_2$  likidoaren konposizioa hasierako  $L_1$  likidoaren konposizioaren ezberdina da.



1. irudia. Destilazio-prozesu osoaren eskema.

Teknika hori honako kasu hauetan erabiltzen da:

- a) Likidoak arazteko.
- b) Likido-nahasteak banatzeko.
- c) Disoluzio baten osagaiak banatzeko. Kasu horretan solutua eta disolbatzailea bereizten dira.

Hasierako likidoaren ( $L_1$ ) konposizioa eta lurrunen (G) konposizioa ez da berdina. Lurrunak (G) eta destilatutako likidoak ( $L_2$ ) konposizio berdina dute. Nahastearen osagaien konposizioak denboran zehar ezagutzeko, kontuan hartu behar ditugu likido-gas egoeraren aldaketan eragina duten ezaugarri fisiko-kimikoak. Hala nola, lurrunketa, lurrun-presioa eta irakitea.

### *Lurrunketa*

Edozein likidotan molekulak etengabe mugitzen ari dira. Zenbat eta temperatura handiagoa izan mugimendu hori handiagoa izango da, sistemaren energia zinetikoa handiagoa baita. Baina molekula guztiak ez dira mugitzen abiadura berdinean. Gainazaletik hurbil dauden molekulek energia zinetiko gehiago dute barneko molekulek baino; izan ere, molekulen arteko elkarrekintza txikiagoak pairatzen dituzte. Beraz, gainazalean dauden molekulen energia zinetikoa nahikoa da molekulen arteko elkarrekintzak gainditzeko eta gas-

egoerara pasatzeko. Gainazalean gertatzen den fenomeno horri lurrunketa deritzo.

### *Lurrun-presioa*

Lurruntze-prozesua sistema bakartu batean gertatzen denean, eratzen diren gas molekulak ezin dira sakabanatu, eta, mugimenduan daudenez likido-gainazalarekin eta ontziaren hormekin talka egiten dute. Ondorioz, energia zinetikoa galtzen dute eta berriro gertatzen da kondentsazioa. Hasieran lurrunketaren abiadura handiagoa da kondentsazioarena baino; baina kondentsazioaren abiadura tenperaturarekin batera handituz doa, lurrunketaren abiadurarekin berdindu arte. Hori gertatzen denean oreka dinamikoa lortzen da. Oreka horretan, gas-egoeran dauden molekulek egindako presioari lurrun-presioa deritzo. Lurrun-presioa likido bakoitzaren ezaugarria da. Modu horretan, lurrun-presio altua duten konposatuak konposatu lurrunkorrak dira.

### *Irakitea*

Temperatura handitzean lurrun-presioa handitzen da. Likidoarekin orekan dagoen gasaren presioa eta kanpoko presioa berdinak direnean, lurrunketa ez da soilik likidoaren gainazalean gertatzen. Kasu horretan, molekula guztiek daukate energia zinetiko nahikoa gas-egoerara pasatzeko. Fenomeno horri irakite-prozesua deritzogu.

Likidoaren lurrun-presioa eta kanpoko presioa berdinak diren temperatura, hots, likido-egoeratik gas-egoerara pasatzean dagoen temperatura, irakite-puntua da. Likido bakoitzak bere irakite-puntua dauka, baina kanpoko presioarekin aldatu egiten da. Beraz, esperimentalki lortutako likido baten irakite-puntua 1-2 °C temperatura-tartean dago, eta neurtu den uneko presioa adierazi behar da. Zenbat eta konposatua lurrunkorragoa izan, irakite-puntu baxuagoa izango du eta lurrun-presio handiagoa.

#### 1.1. Likido puru baten destilazioa.

Likido puru baten kasuan, sistemaren lurrun-presio osoa ( $P_T$ ) eta likido horren lurrun-presioa berdinak dira ( $P^0$ ). Irakitea gertatzen da presio osoa eta kanpoko presioa berdinak direnean. Temperatura igoz edo kanpoko presioa jaitsiz lor daiteke hori.

Kasu horretan, lurrunen ( $G$ ) eta, beraz, destilatutako likidoaren ( $L_2$ ) konposizioa hasierako likidoaren ( $L_1$ ) konposizioaren berdina da. Hala, likido

puru baten destilazioaren aplikazio praktiko bakarra da likidoaren irakite-puntu esperimentalak neurtzea.

## 1.2. Likido-nahaste baten destilazioa.

Likido-nahasteen kasuan, sistemaren lurrun-presio osoa, ( $P_T$ ), nahastea osatzen duten osagaien presio partzialen batura da (Daltonen legea).

$$P_T = \sum P_i$$

Kasu horretan ere, irakitea gertatzen da presio osoa eta kanpoko presioa berdinak direnean. Likidoak nahaskorrek edo nahastezinak diren, aldatu egiten da presio osoan osagai bakoitzak duen presio partzialen ekarpena.

### *Likido-nahaste nahaskorrek*

Nahasketa osatzen duten konposatuaren artean molekulen arteko elkarrekintzarik ez badago, hots, likido bakoitzak egoera puruan egongo balitz bezala jokatzeko badu, Raoult-en legea betetzen da.

$$P_i = P_i^\circ X_i$$

non,  $x_i$  likido-egoeran dagoen  $i$  osagaiaren frakzio molarra den eta  $P_i^\circ$  likido-egoera puruan  $i$  osagaiak duen presioa den.

Beraz, sistemaren lurrun-presio osoa, bere osagai puruen lurrun-presioaren eta nahastearen dauden osagaien proportzioaren funtzioa da.

$$P_T = \sum P_i^\circ X_i$$

Likidoarekin orekan dagoen lurrunaren konposizioa kalkulatzeko, kontuan izan behar dugu gas-egoeran dagoen osagai bakoitzaren frakzio molarra ( $Y_i$ ), bere presio partziala ( $P_i$ ) zati presio osoaren ( $P_T$ ) berdina dela.

$$P_i = Y_i P_T$$

$$Y_i = P_i / P_T = P_i^\circ X_i / P_T$$

Beraz, Raoult-en legea aplikatuz, gas fasean dagoen osagai bakoitzaren frakzio molarra ( $Y_i$ ) likidoan dagoen frakzio molarren menpekota da ( $X_i$ ); bi horiek ezberdinak izan behar dute ( $Y_i \neq X_i$ ).

Destilazioaren hasieran, G lurrunak osagai lurrunkorrenetan aberastuta daude (lurrun-presio handiena dutenak edo irakite-puntu txikiak dutenak). Horiek, destilazioa aurrera doan heinean, lurrunkortasun txikiak duten konposatuaren aberastu dira (lurrun-presio baxuago dutenak edo irakite-puntu altuak dutenak).



Demagun A eta B likidoen nahastaren destilazioa egiten dela. A likidoa B likidoa baino lurrunkorragoa dela pentsatuz, A-ren lurren-presioa B-rena baino handiagoa da ( $P_A^\circ > P_B^\circ$ ).

$$Y_A = P_A^\circ X_A / P_T$$

$$Y_B = P_B^\circ X_B / P_T$$

$$Y_A / Y_B = (P_A^\circ / P_B^\circ) (X_A / X_B)$$

Hasierako likidoan  $L_1$ , A-ren eta B-ren proportzioak berdinak izanda:

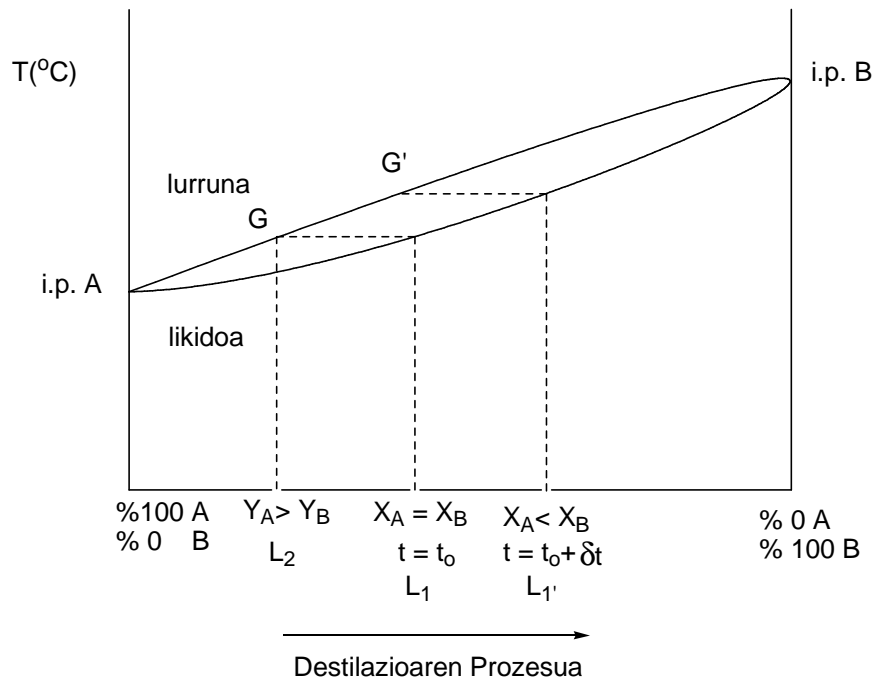
$$X_A = X_B$$

$$Y_A / Y_B = P_A^\circ / P_B^\circ$$

Honako fase-diagraman likidoaren eta lurrenaren konposizioaren aldaketa ikusten da. A-ren lurren-presioa B-rena baino handiagoa denez, ( $P_A^\circ > P_B^\circ$ ),  $Y_A / Y_B > 1$  izango da. Beraz, destilazioaren hasieran ( $t = t_0$ ) nahastea irakiten hasten denean, (G) lurrenean A-ren proportzioa handiagoa izango da ( $Y_A > Y_B$ ). Hasierako nahaste-likidoan ( $L_1$ ), ordea,  $X_A = X_B$  izango da.

Destilatuaren lehenengo tantak kondentsatzen direnean, A osagaiaren aberastuta dagoen likidoa ( $L_2$ ) izango da, ( $Y_A > Y_B$ ).

Destilazioa aurrera doan heinean, A osagaiaren destilazio-abiadura B osagaiarena baino handiagoa denez, t denboran, geratzen den likidoa ( $L_1'$ ) lurrunkortasun txikiagoa duen osagaiaren aberastuta da ( $X_A < X_B$ ). Modu horretan, A-ren presio partzialaren ekarpena gero eta handiagoa da, eta  $Y_A / Y_B$  hasierako balioarekin konparatuz txikituz doa,  $X_A / X_B$  ere txikiagoa delako. Beraz, nahaste berriaren destilazioak ( $L_1'$ ) B-ren proportzio handiagoa duen lurren ( $G'$ ) ematen du. Tenperaturak gora egiten duen heinean, destilatutako frakzioen kondentsazioak B osagaiaren aberastuta doan likidoa sortzen du.



2. irudia. Bi osagaien nahaste ekimolekularraren konposizio-tenperaturaren diagrama

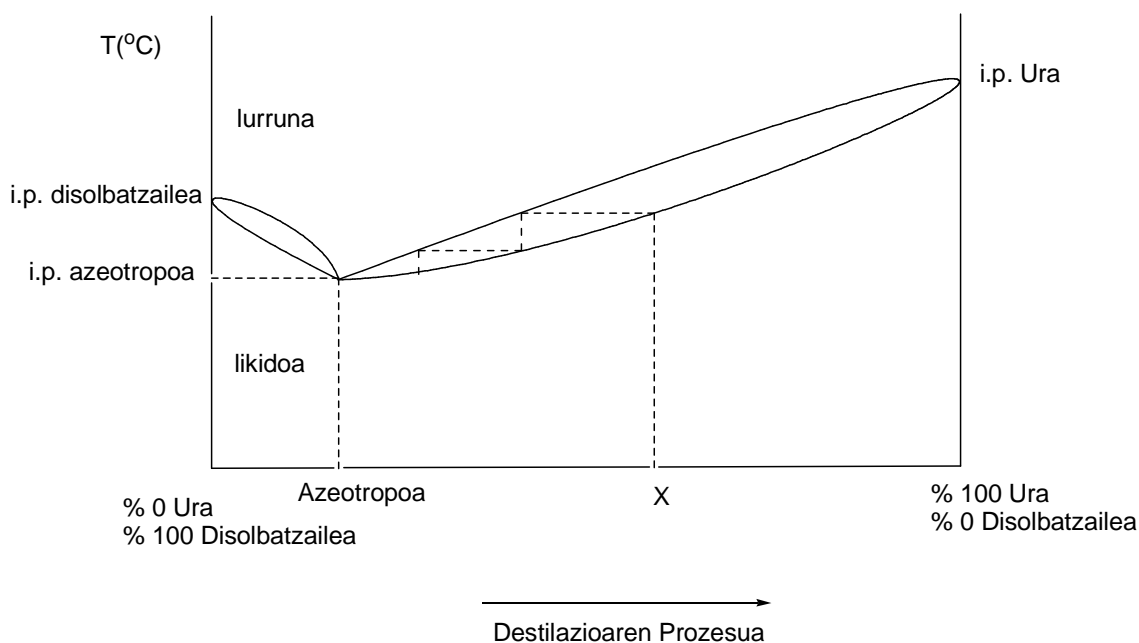
### *Azeotropoak*

Molekulen arteko elkarrekintzak agertzen direnean, likido-nahasteak ezin ditugu idealtzat hartu. Ondorioz, ez dute Raoult-en legea betetzen. Azeotropoak eratzen dira, hau da, likido puru moduan jokatzen duten konposizio konstanteko nahasteak. Nahaste horien irakite-puntua mantendu egiten da, eta, beraz, ezin dira destilazioz bereizi.

Hiru motatako azeotropo-nahasteak daude: irakite-puntu minimoa, maximoa edo ertaina dutenak. Azeotropo-nahaste gehienak lehenengo motakoak dira.

**1.taula.** Urak disolbatzaile organikoekin eratzen dituen zenbait azeotro-po-nahaste.

<b>Disolbatzailea</b> <b>(<math>T_{ip}</math> normala, °C)</b>	<b>Proportzioa</b> <b>Ura: disolbatzailea</b>	<b><math>T_{ip}</math> (°C)</b> <b>(1 atm)</b>
Bentzenoa (80)	9: 91	69
$CCl_4$ (77)	4: 96	67
$CHCl_3$ (56)	3: 97	56
$CH_2Cl_2$ (40)	1: 99	39
Etanola (78)	5: 95	78
Toluenoa (111)	20: 80	85
Hexanoa (69)	13: 87	62
Klorobentzenoa (132)	20: 80	90

**3. irudia.** Irakite-puntu minimoa duen azeotro-po-nahaste baten fase-diagrama.

X konposizioa duen likido batetik abiatuta, tenperatura igotzean nahastea osagai lurrunkorrenean aberasten da. Azeotro-poaren irakite-puntua lortzen denean, hori tenperatura eta konposizio konstantean destilatzen da osagaietariko bat agortu arte.

Gero, sobran dagoen osagaia likido puru moduan destilatzen da. Beraz, azeotropoa osatzen duen likido-nahastea ezin da destilazioaren bidez osagai puruetan bereizi. Azeotropoa eratzen den kasuetan, propietate hori erabiltzen da disolbatzaileetatik edo erreakzio-nahasteetatik ura kentzeko.

### *Nahasgaitzak diren likido-nahasteak*

Nahasgaitzak diren nahasteetan Dalton-en legea betetzen da, baina ez Raoult-en legea. Nahaste horien lurrun-presio osoa eta osagai puruen lurrun-presioen batura berdinak dira. Beraz, nahastearen irakite-tenperatura edozein osagai pururena baino baxuagoa da.

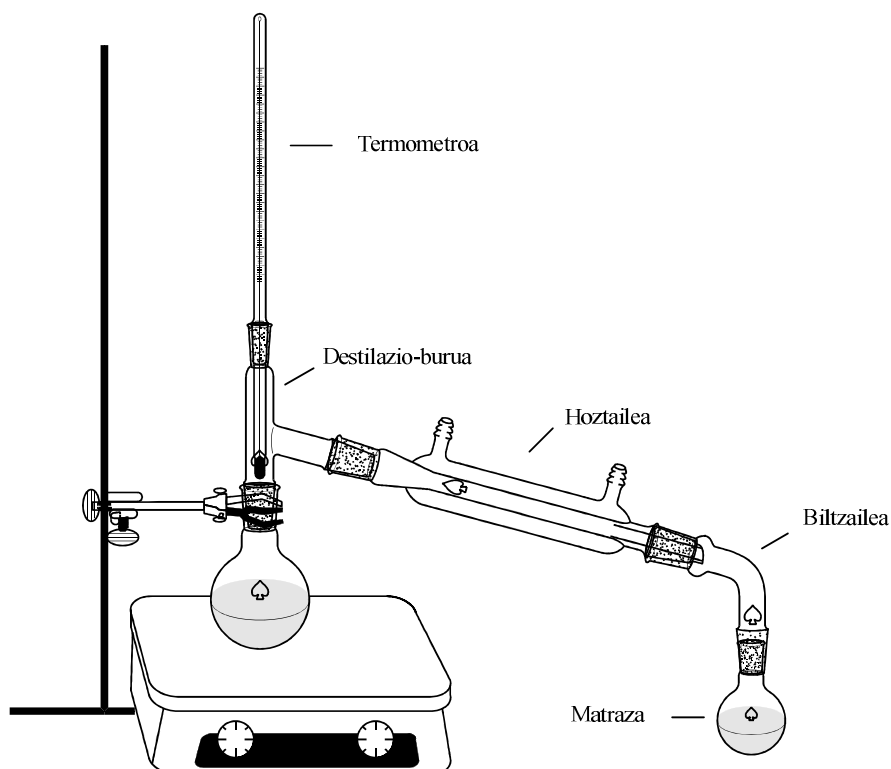
## **2. Destilazio motak eta erabilerak**

### 2.1. Destilazio sinplea

Destilazio sinplea honako kasu hauetan erabil daiteke:

- Likido puruen irakite-puntua zehazteko.
- Ezpurutasun txikiak dituzten likidoak arazteko.
- Likido-nahasteak bereizteko. Kasu horietan, likidoen irakite-puntuen arteko aldea gutxienez 100 °C-koa izan behar da.
- Lehortze-prozesuetan solido eta likidoen banaketa egiteko. Likido anhidroa matrazean biltzen da.
- Disoluzio baten solutua eta disolbatzailea banatzeko. Solutua destilazio-matrazean geratzen da eta disolbatzailea biltzeko erabiltzen den matrazean hartzen da. Disolbatzailea bildu nahi ez denean prozesua lurrungailu birakarian egiten da.

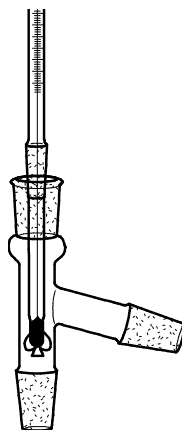
Destilazio sinplerako muntaketa hau behar da:



#### 4. irudia. Destilazio sinplearen muntaketa.

Nahastea dagoen destilazio-matraza ezin da goraino beteta egon, destilazio-prozesuan likidoak gainezka egin ez dezan. Irakitea homogenea izan dadin plater produna sartu behar da. Irabiagailu magnetikoa erabiltzen den kasuetan, imana erabiltzen da plater produnaren ordean.

Termometroari dagokionez, kokapena oso garrantzitsua da. Termometroaren beheko partearen zati handiena destilazio-buruaren albo-hodiaren azpian kokatu behar da, honako irudi honetan azaltzen den moduan.



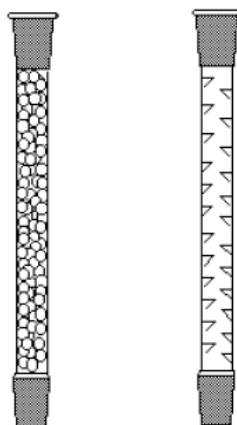
**5. irudia.** Termometroak destilazio-buruan izan behar duen kokapen egokia.

Hoztaileari dagokionez, ura biltzailetik gertu dagoen sarreratik sartu behar da eta destilazio-burutik gertu dagoen hoditik atera.

Biltzaileari dagokionez, ondo eutsi behar da alde batetik hoztailera eta bestetik matrazera; aho esmerilatuari ez zaio inoiz koiperik bota behar, ez baita berotzen. Destilatzen ari garen likidoa hezetasunarekiko sentikorra bada, biltzailearen irteeran kaltzio klorurozko hodia jarri behar da, destilatua inguruneko hezetasunetik babesteko.

## 2.2. Destilazio zatikatua

Destilazio zatikatua erabiltzen da likido-nahaste batean likidoen irakite-puntuen aldea  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ -koa baino baxuagoa denean. Horretan erabiltzen den muntaketa destilazio sinplearen antzekoa da. Ezberdintasun nagusia destilazio-matrazaren eta destilazio-buruaren arteko destilazio-zutabea da.



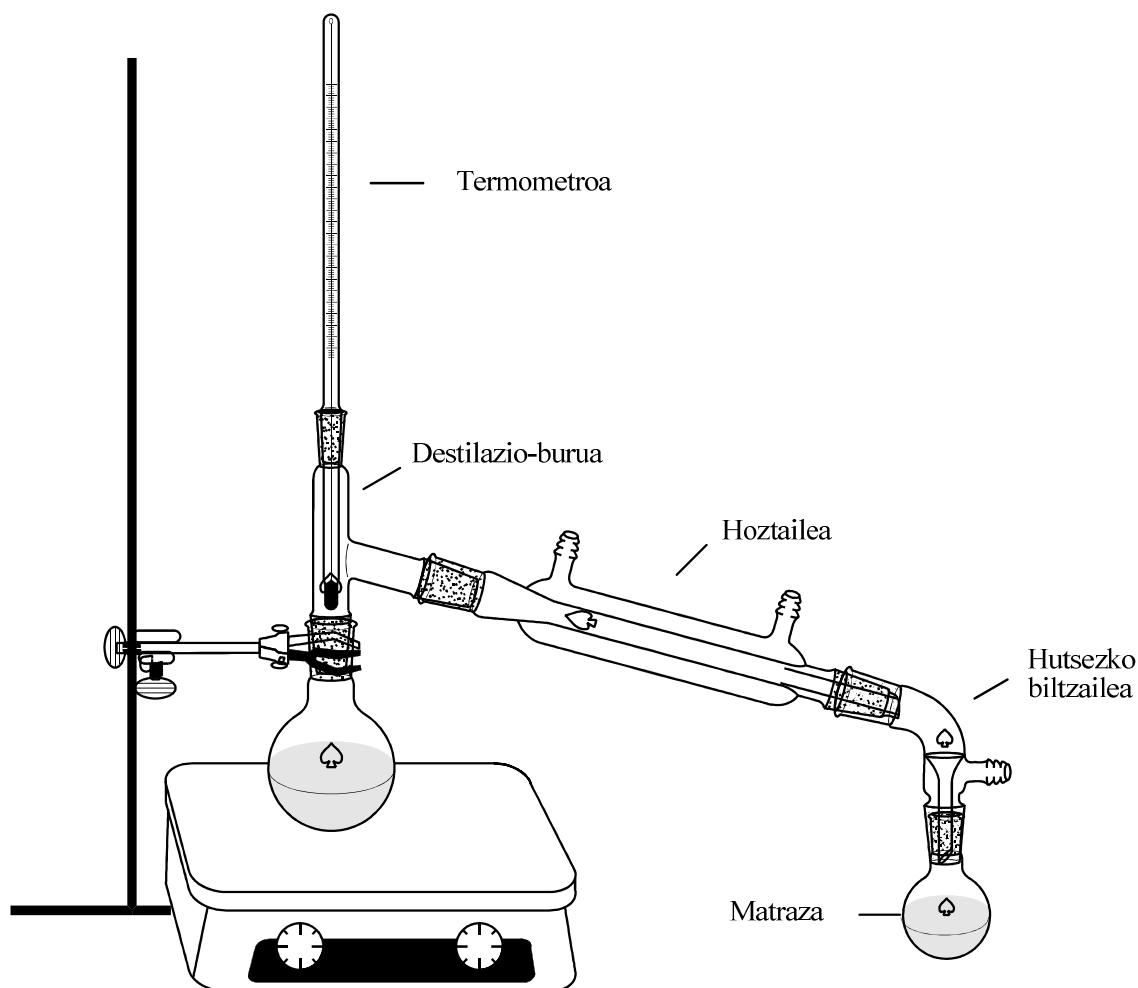
**6. irudia.** Destilazio-zutabeak.

### 2.3. Hutsezko destilazioa

Hutsezko destilazioaren teknika kanpoko presioa jaistean datza. Horrela, irakite-puntu arrunta baino tenperatura baxuagoan, berdinak izango dira likidoaren lurrun-presioa eta kanpoko presioa. Beraz, destilazioa egiteko tenperatura baxuagoa erabil daiteke. Destilatu nahi den likidoaren irakite-tenperatura oso altua denean erabiltzen da, edota tenperatura altuetan deskonposatzen diren likido-nahasteak ditugunean. Hutsezko teknika hori destilazio sinpleari edo zatikatuari aplikatu dakioko.

Konposatu baten irakite-tenperatura arrunta ezagututa, kalkula dezakegu konposatu horren irakite-tenperatura presio baxuagoetan, datu horiek ezagunak baitira.

Hutsezko destilazioaren muntaketa honako hau da:



7. irudia. Hutsezko destilazioaren muntaketa.

#### 2.4. Lurrun-arraste destilazioa

Lurrunkorrek eta uretan disolbagaitzak diren substantziak, ez-lurrunkorrek edota uretan disolbagarriak diren substantzietatik bereizteko erabiltzen da. Ez da arazte-teknika bat, isolatze- edo banatze-teknika bat baizik.

Teknika hori nahasgaitzak diren likidoen destilazioan datza; ura da likido horietariko bat. Banatu nahi den produktua duen nahasteari ura sobran gehitzen zaio, eta nahastea destilatu egiten da. Destilazio-matrizean geratzen dira konposatu ez-lurrunkorrek edo ur berotan disolbagarriak diren konposatuak; eta destilatutakoa batutako matrizean jasotzen dira konposatu lurrunkorrenak eta uretan disolbaezinak direnak. Azkenik, matrizean jasotako konposatu organikoak erauzketaren bidez isolatzen dira.



## 6. GAIA

---

### **KROMATOGRAFIA**

---

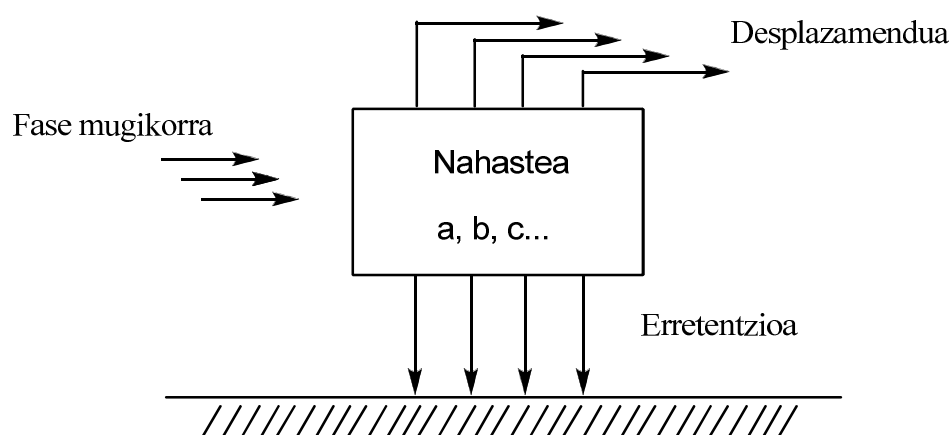
1. Kromatografia: oinarriak
2. Kromatografiaren erabilerak eta motak
3. Adsortzio-kromatografia
  - 3.1. Fase geldikorra
  - 3.2. Fase mugikorra
  - 3.3. Atxikipena
  - 3.4. Geruza fineko kromatografia
  - 3.5. Zutabe-kromatografia

## 1. Kromatografia: oinarriak

Kromatografia-teknikaren bidez nahaste baten konposatuak bereiz ditzakegu; horretan kontrako eragina duten bi efektuk hartzen dute parte.

**a) Atxikipena:** Fase geldikor batek nahastea osatzen duten osagaiengan eragindako efektua. Fase geldikorra euskarri solido baten gainean ezarritako solidoa edo likidoa izan daiteke.

**b) Desplazamendua:** Fase mugikor batek nahastea osatzen duten osagaiengan eragindako efektua. Fase mugikorra likidoa edo gasa izan daiteke.



**1. irudia.** Aurkako eragina duten efektuak; desplazamendua eta atxikipena.

Bereizi nahi den nahastea fase geldikorrean kokatzen da eta fase mugikorrek sistema zeharkatzen du. Era horretan, nahastearen osagaiak bi faseekin eratzen dituzten elkarrekintzen arabera, abiadura desberdinean desplazatuak izango dira. Atxikipen- eta desplazamendu-prozesu horiek behin eta berriro gertatzen dira. Horrela, nahastearen osagaiak bereiz daitezke.

Fase geldikorrean fase mugikorrek eragindako osagaien migrazioari eluzioa deritzogu.

## 2. Kromatografiaren erabilerak eta motak

Kromatografia-teknika honako kasu hauetan erabiltzen da:

- Nahaste baten osagai kopurua ezagutzeko eta patroiekin konparatuz identifikatzeko.
- Konposatu-nahasteak bereizteko.
- Arazte metodo gisa.

Kromatografia moten sailkapenak egin daitezke, fase geldikorraren/mugikorraren arabera, elkarrekintzen arabera edo erabilitako euskarriaren arabera.

Fase geldikorraren (solidoaren edo likidoaren) eta fase mugikorraren (likidoaren edo gasaren) arabera, kromatografia mota hauek bereiz daitezke:

- *Solido-likido kromatografia*. Fase geldikorra solidoa da eta fase mugikorra likidoa.

- *Likido-likido kromatografia*. Fase geldikorra euskarri solido bati itsatsitako likidoa da eta fase mugikorra likidoa.

- *Likido-gas kromatografia*. Fase geldikorra solido batean inpregnatutako likido ezlurrunkorra da eta fase mugikorra gasa.

- *Solido-gas kromatografia*. Fase geldikorra solidoa da eta fase mugikorra gasa.

Nahastearen osagaien eta fase mugikorraren edo fase geldikorraren artean agertzen diren elkarrekintzen arabera, honako sailkapena egin daiteke:

- *Adsortzio-kromatografia*. Fase geldikorra solido polarra da. Era horretan, osagaiak adsorbatuta geratzen dira elkarrekintza polarren bidez.

- *Zatiketa-kromatografia*. Nahastearen osagaiek fase geldikorrean eta mugikorrean duten disolbagarritasun-maila desberdinetan oinarritzen da. Alderantzizko fase-kromatografia deritzo fase geldikorrek fase mugikorrek baino polaritate baxuagoa duenean.

- *Ioiien trukaketaren bidezko kromatografia*. Fase geldikorra solidoa da, eta ioniza daitezkeen funtzio taldeak daude. Beraz, funtzio talde horiek fase mugikorrean dauden ioiengatik truka daitezke.

Fase geldikorraren euskarriaren arabera, honako sailkapen hau egin daiteke:

- *Zutabe-kromatografia*. Adsorbatzailea beirazko zutabe batean sartzen da.

- *Geruza fineko kromatografia*. Adsorbatzailearen geruza bat, beirazko, aluminiozko edo plastikozko xafla baten gainean egokitzen da.

### 3. Adsortzio-kromatografia

Solido-likido adsortzio-kromatografiak izaera polarra duen solidoa (adsorbatzailea) erabiltzen du fase geldikor moduan, eta likido bat (eluitzailea) fase mugikor moduan. Kromatografia mota hori erabiltzen da funtzio talde ezberdinak dituzten konposatu-nahasteak bereizteko eta zenbait isomero-nahaste banatzeko. Teknika horrek muga bat du: antzeko polaritatea duten konposatuak ezin dira bereizi.

#### 3.1. Fase geldikorra

Solido polar porodunez dago osatuta. Gainazalean daude fase mugikorreko molekula polarrak adsorbatzeko gai diren gune polar aktiboak.

Gehien erabiltzen den adsorbatzailea silize-gela da, alumina aktibatua ere erabiltzen den arren. Silize-gelaren kasuan, Si-OH-aren eta Si-O-Si-aren, eta konposatu organikoen funtzio talde polarren artean elkarrekintzak gertatzen dira.

Adsorbatzaileak geldoa izan behar du banatu nahi diren konposatuekin; ezin du jokatu deskonposaketa, isomerizazio edo hidrolisi-erreakzioen katalizatzaile moduan. Hori ekiditeko adsorbatzaile egokia aukeratu behar da. Horretarako, kontuan izan behar da silize-gelak izaera azidoa duela eta aluminak, ordea, izaera neutro, basiko edo azidoa izan dezakeela.

#### 3.2. Fase mugikorra

Fase mugikorra disolbatzailea edo disolbatzaile-nahastea da. Horretan, nahastearen osagaiak partzialki disolbagarriak izan behar dute. Ez da komeni eluitzaile moduan disolbatzaile oso lurrunkorrak erabiltzea, kasu horretan zaila baita fase mugikorraren konposizioa kontrolatzea.

Fase mugikorraren polaritatea handituz doan heinean, konposatuaren eluitze-abiadura ere handituz doa.

#### 3.3. Atxikipena

Solutu molekulak (S), fase geldikorraren (X) gune aktiboetan adsorbatzen dira eta, eluzioak aurrera egiten duen heinean, solutu molekula horiek fase mugikorrean (M) dauden molekula polarrengatik desplazatuz doaz.

Atxikipenak honako faktore hauen menpekoak dira:

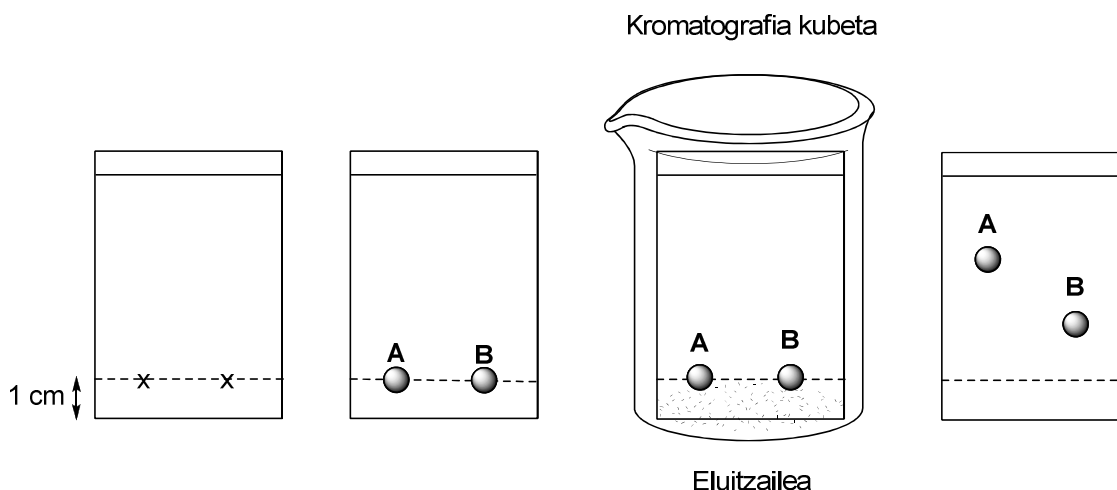
- Konposatuaren polartasuna. Polartasun handiko solutuek atxikipen handia pairatuko dute, fase geldikorraren gune aktiboetan sendoago adsorbatzen direlako. Ez-polarrak direnak, ordea, errazago eluituko dira.
- Adsorbatzailearen natura. Erabilitako adsorbatzailearen (alumina, silize-gela) araberakoa da konposatuaren atxikipena.
- Disolbatzailearen natura. Erabilitako eluitzailearen polaritatea zenbat eta handiagoa izan handiagoa izango da eluitze-abiadura ere.

Honako taula honetan adierazten da konposatu mota bakoitzaren polartasuna eta eluitze-ordena.

Polartasuna	Eluitze-ordena	Konposatu mota
Txikia ↓ Handia	Atxikipen txikiagoa (arinago eluitzen direnak) ↓ Atxikipen handiagoa (beranduago eluitzen direnak)	Alkanoak Alkenoak Dienoak Eterrak Hidrokarburo halogenatuak Hidrokarburo aromatikoak Aldehidoak eta zetonak Esterrak Aminak Alkoholak eta tiolak Fenolak Azido karboxilikoak Azido sulfonikoak

### 3.4. Geruza fineko kromatografia

Kromatografia mota honetan, beirazko, plastikozko edo metalezko xafla baten gainean 0.1-0.2 mm-ko lodiera duen fase geldikorraren geruza dago itsatsita. Analizatu nahi den nahastea xaflaren behealdetik (gutxi gorabehera) zentimetro batera aplikatzen da, eta eluitzailea dagoen kromatografia-kubetan sartzen da. Fase mugikorra, kapilaritatez, xaflaren goialderantz desplazatzen da; modu horretan, polaritate ezberdineko osagaiak abiadura desberdinaz desplazatzen doaz. Horrela, osagaiak banatu egiten dira. Eluitzailea xaflaren goialdetik (gutxi gorabehera) zentimetro batera heltzen denean, xafla kromatografia-kubetatik ateratzen da, lehortzen uzten da eta osagai bakoitzari dagokion orbana ikusi behar da. Modu horretan, eluitzaile eta adsorbatzaile motaren arabera, osagai bakoitzak atxikipen-faktore bat izango du; hots,  $R_F$ -a.



## 2. irudia. Geruza fineko kromatografia egiteko prozedura.

### ► $R_f$ -aren determinazioa:

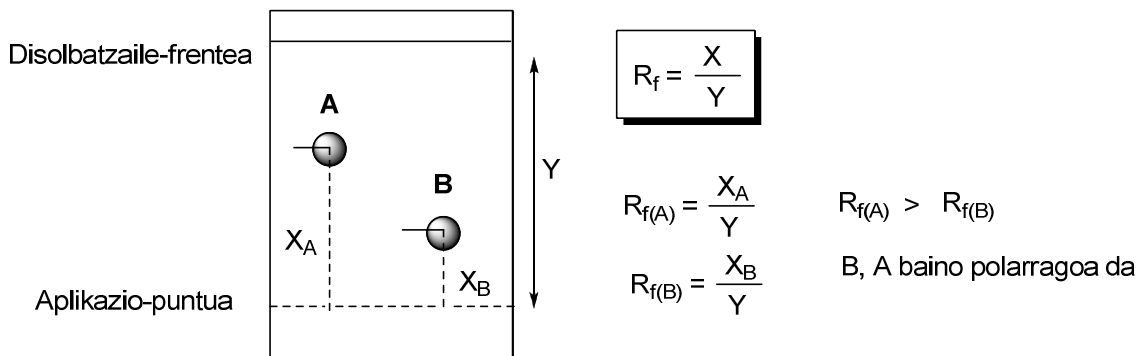
$R_f$ -a da, kromatogramaren jatorritik, konposatu batek eta eluitzaile batek egindako distantzien arteko erlazioa. Konposatu bakoitzarentzat balio konstantea du kromatografia-baldintza jakinaren pean (adsorbatzailea, disolbatzailea, tenperatura, eta abar). Honako hau da  $R_f$ -a kalkulatzeko erabiltzen den formula:

$$R_f = \frac{\text{Konposatuak egindako distantzia}}{\text{Disolbatzaileak egindako distantzia}}$$

Konposatuak egindako ibilbidea orbanaren erdialdetik neurtzen da. Orbana oso zabala den kasuetan (4 mm-ko diametroa baino handiagoa duenean) kalkulaturako  $R_f$ -aren balioa ez da izango zehatza.

Alde batetik, konposatuaren polartasuna zenbat eta handiago izan, adsorbatzailean atxikipen handiagoa izango du; beraz,  $R_f$ -aren balioa txikiagoa izango da. Polaritate baxuagoko konposatuak, ordea, jatorritik distantzia handiagora desplazaturako dira. Bestalde, eluitzailearen polaritatea zenbat eta handiago izan, konposatuaren  $R_f$ -aren balioa handiagoa izango da; hau da, konposatuak gehiago

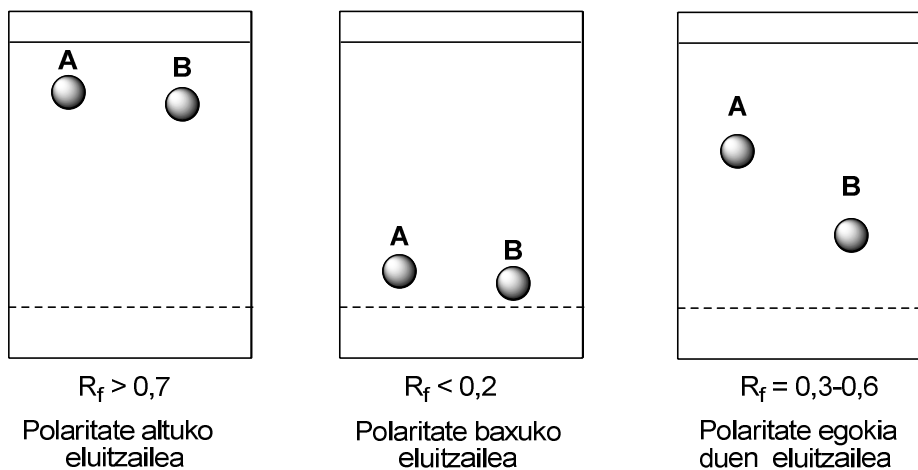
desplazatu dira. Honako irudi honetan adierazten da polaritate ezberdina duten A eta B konposatuen kromatograma.



### 3. irudia. A eta B konposatuen kromatograma.

► Eluitzaile egokia hautatzea:

Osagaien  $R_f$ -a 0.3-0.5 artean egon dadin, eluitzailezat disolbatzaile egokia aukeratu behar da.



### 4. irudia. A eta B osagaien nahasketa banatzeko eluitzaile motak.

► Erabilerak:

Geruza fineko kromatografia da honako erabilera hauek dituen teknika kualitatiboa:

- Erreakzioaren bilakaera aztertzea (erreakzioaren monitorizazioa). Geruza fineko kromatografiaren bidez, erreakzioak denboran zehar jarrai daitezke. Erreakzioaren lagin bat kromatografia xaflan aplikatzen da, eta hasierako erreaktiboak erabiltzen dira erreferentzia moduan. Modu horretan ikus dezakegu erreaktiboek guztiz erreakzionatu duten eta noiz lortu den espero zitekeen produktu guztia.
- Konposatu baten identifikazioa. Konposatu bat identifikatzeko, bere  $R_f$ -a patroia batekin konparatu behar da plaka berean. Bi konposaturen  $R_f$ -a desberdina bada, bi konposatu horiek desberdinak dira. Konposatu desberdinek, ordea,  $R_f$  berdinak izan ditzakete.
- Nahaste baten osagai kopurua zehaztea. Kromatografia-xaflan agertzen diren orbanen arabera, nahaste ezezagun baten osagai kopurua ezagutu daiteke.
- Konposatu baten purutasun-maila egiaztatzea. Teknika horren bidez, konposatu baten ezpurutasun-kontzentrazio baxuak zehaztu daitezke. Izan ere, konposatu puru batek orban bakarra eman beharko luke.
- Zutabe-kromatografia teknika egitea. Zutabea egiteko beharrezko eluitzailea aukeratzeko zutabea egin aurretik eta zutabetik ateratzen diren frakzioak analizatzeko zutabea egiten den bitartean.

### 3.5. Zutabe-kromatografia

Konposatu organiko solidoak edo likidoak banatzeko eta arazteko prestatze-metodorik orokorra da; beraz, lagina berreskuratzen da.

Fase geldikorra (adsorbatzailea) beirazko zutabe batean sartzen da, eta fase mugikorraren bidez (eluitzaileaz) inpregnatzen da.

Polartasun baxua duten konposatuak (atxikipen gutxien pairatzen dutenak) aterako dira aurrena. Polarragoak direnak atxikipen handiagoa jasango dute eta denbora gehiago beharko dute ateratzen.



Eluzioa grabitatea baliatuz edo presiopean (*flash*-kromatografia) egin daiteke. Azkeneko kasu horretan, konpresorea (5-10 psi) edo aire konprimituaren linea erabiltzen da.

Zutabe-kromatografia egiten hasi baino lehen nahastearen osagaiak banatzeko, disolbatzaile egokia aukeratu behar da geruza fineko kromatografiaren bidez.

Kromatografia-teknika horretan banaketa egokia izan dadin, honako aldagai hauek dute eragina.

a) Zutabearen diametroa eta silize-gelaren kantitatea

Fase geldikorraren altuera erlazionatuta dago nahastearen osagaien  $R_f$  balioen arteko ezberdintasunarekin. Era berean, zutabearen diametroa laginaren kantitatearekin dago erlazionatuta.

Honako taula honetan adierazten da lagin kantitatea eta osagaien  $R_f$  ezberdintasunaren arabera aukeratu behar den zutabearen diametroa.

Zutabearen diametroa (cm)	Lagin kantitatea (mg)	
	$\Delta R_f > 0.2$	$\Delta R_f < 0.2$
1	100	40
2	400	160
3	900	360
4	1600	600
5	2500	1000

Zutabearen diametroa aukeratu ondoren osagaiak ondo bereizten diren kasuetan, 15-20 cm-ko altueraraino silize-gelarekin betetzen da zutabea. Bereizteko zailagoak diren nahasketen kasuan, 25 zentrimetroraino betetzea beharrezkoa izan daiteke.

b) Disolbatzaile egokia hautatzea

Disolbatzailea aukeratzeko, aurretiaz aztertu nahi den laginaren geruza fineko kromatografia egin behar da. Aukeratutako disolbatzaileak ondo bereizi behar ditu nahastearen osagaiak; hots,  $\Delta R_f > 0,1$  izan behar du.

*Prozedura esperimentalak*

Zutabe-kromatografia egiteko, honako hau da prozedura esperimentalak:

i) Diametro egokia duen zutabea aukeratu; horretarako, lagin kantitatea eta osagaien atxikipen-faktorearen diferentzia ( $\Delta R_f$ ) ezagutu behar dira.

ii) Zutabea euskarri bati lotu bi matxarden bidez.

iii) Adsorbatzailea jausi ez dadin, behealdean kotoi eta hare (1-2 cm) apur bat jarri; gero, zutabea disolbatzailez bete. Airezko konpresorea zutabearen goialdean jartzen da, disolbatzaileak silize-gela zeharka dezan eta silize-gela konpaktatuta gera dadin. Prozesu hori errepikatu behar da silize-gela homogeen eta ondo trinkotuta egon arte.

Adsorbatzailea konpaktatu ondoren, disolbatzailea harearen parean geratu behar da. Une guztietan, adsorbatzailea bustita eduki behar da airezko burbuilak eta arrailak ekiditeko; ezin da inoiz lehortzen utzi.

iv) Lagina ezartzeko era egokia:

- Banatu nahi den nahastea disolbatzailearen kantitate txikian disolbatu behar da. Lagina disolbatzen ez bada, disolbatzaile polarragoan disolbatu eta adsorbatzaile apur bat gehitu behar da. Gero, disolbatzailea lurrungailu birakarian lurruntzen da eta adsorbatzailea zutabearen sartzen da.

- Lagina disolbatzailean disolbatzen denean, harearen gainean ezartzen da pipeta baten laguntzaz.

- Giltza zabaltzen da, disoluzioa harean murgil dadin.

- Bial batean gorde disoluzio apur bat, patroitzat erabili ahal izateko.

- Giltza itxi, eta nahastea izan duen ontzia eta zutabearen hormak disolbatzailez garbitu.

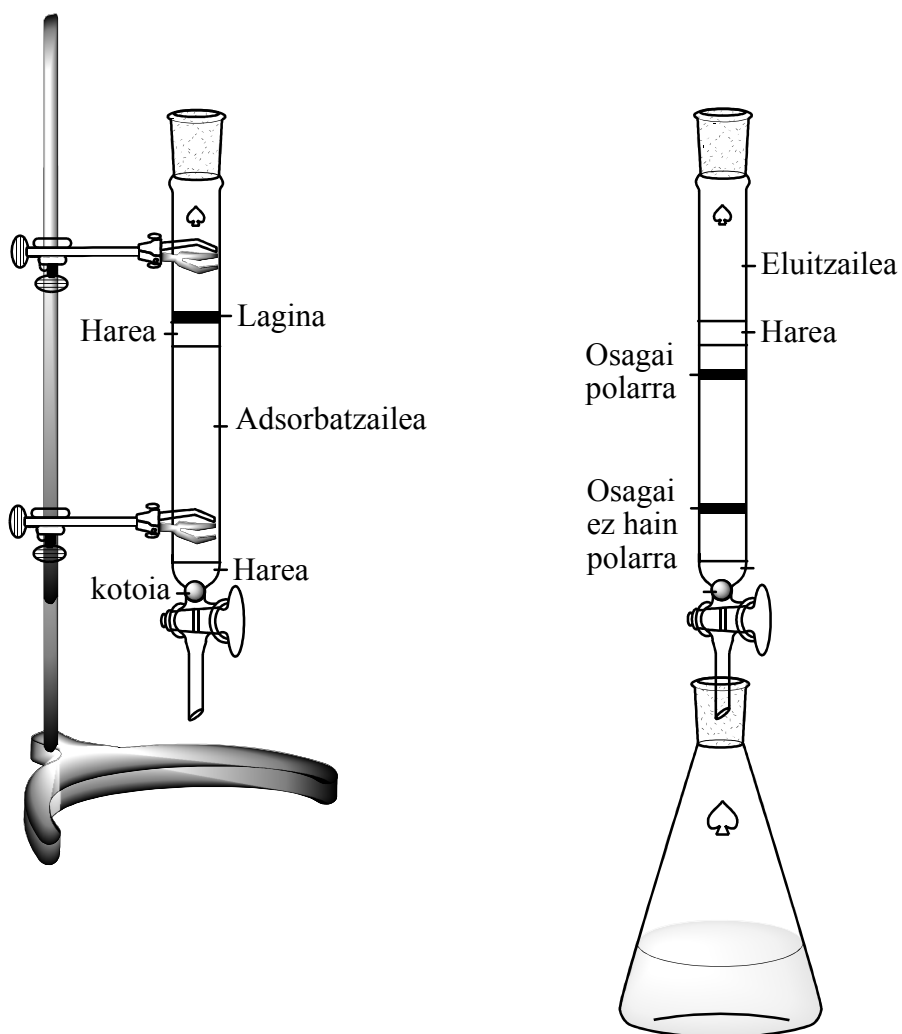
- Giltza berriro ireki eta disoluzioa berriro zutabearen sartu. Disolbatzailea harearen parean geratzen den arte, irekita eduki behar da.

v) Frakzioen eluzioa:

- Disolbatzailea zutabearen paretetatik gehitu behar da, kontu handiz.
- Disolbatzailearen fluxua 5 cm/min izatea gomendatzen da.
- Bolumen txikiko frakzioak bildu behar dira. Horretarako, saio-hodiak, erlenmeyerrak edo bialak erabil daitezke.

vi) Frakzioen analisia:

- Bildutako frakzioak geruza fineko kromatografiaz, gas-kromatografiaz (GC-z) edo HPLC kromatografiaz analizatu behar dira. Osagai berdinak dituzten frakzioak matraz berean biltzen dira. Azkenengo pausoa da disolbatzailea lurrungailu birakarian lurruntzea.



5. irudia. Zutabe-kromatografia.

## PRAKTIKAK

---

### 1. ATALA. TEKNIKAK

---

1. Likido-likido erauzketa: tearen kafeina erauztea
2. Azido-base erauzketa: etil-4-aminobentzoato, azido bentzoiko eta fluoreno nahastearen bereiztea
3. Lurrun-arraste destilazioa: laranja-azaleko limonenoaren bakartzea
4. Geruza fineko kromatografia:  $R_f$ -aren kalkulua eta analgesikoen identifikazioa
5. Zutabe-kromatografia: Tomateak duen likopenoaren erauzketa
6. Sublimazioa: Kanforraren sublimazioa

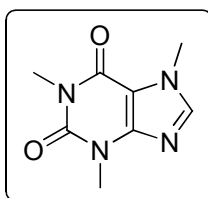
## 1. Likido-likido erauzketa: tearen kafeina erauztea

### 1.1. Sarrera

Produktu organiko bat erreakzio-nahaste batetik banatzeko edo iturri naturaletatik bakartzeko erauzketa da gehien erabiltzen den teknika. Erauzketaren bidez, disolbatzaile bat erabiliz, nahaste baten osagai bat banatzen da. Metodo hori oinarritzen da konposatu organikoek hainbat disolbatzailetan duten disolbagarritasunean. Praktika honetan te hostoetatik kafeina bakartuko dugu.

Kafeina xantina izeneko produktu naturalen familiako alkaloidea da. Batez ere, tetik eta kafetik bakartzen da. Nerbio-sistema nagusiaren estimulatzailea da eta, beste zenbait agenterekin konbinatuz, medikuntzan erabiltzen da, batez ere analgesiko moduan. Edarietan, kafeinaren batez besteko dosia katilu bakoitzeko hau da: kafean 60-80 mg; kafeinagabeen 2-4 mg eta tean 40-60 mg. Eguneko dosia 1 g baino gehiago bada buruko mina, goragalea eta bestelako albo-efektuak eragin ditzake. Kafeinaren dosi hilgarria 5-10 g-koa da.

Te hostoetan, kafeinaz gain beste zenbait konposatu natural ere badago; beraz, horietatik banatu beharko dugu kafeina. Hosto horien osagai nagusia zelulosa da. Horrek ez du arazorik eragiten erauzketan, zelulosa uretan disolbagaitza delako. Kafeina, ordea, uretan disolbagarria da eta tearen infusioetan agertzen den substantzia nagusia da. Baina, horretaz gain, disoluzio urtsuan taninoak agertzen dira. Taninoak 500 eta 3000 arteko pisu molekularra duten konposatu polifenolikoak dira. Tean dauden taninoak katekina-polimeroak dira batez ere. Horietaz gain, flabonoideak eta klorofilak agertzen dira, eta horiek dira tearen kolorearen eta zapoaren erantzule.



Kafeina

## *1.2. Prozedura esperimental*

Te-poltsa baten edukiera pisatu eta matrazan sartu. 50 mL ur gehitu eta nahastea birfluxutan berotu 15-20 minutuz. Gero, hosto zatiak iragazi egiten dira bestelako ezpurutasunak kentzeko.

Tean agertzen diren azido tanikoen deribatuak kentzeko, berun azetatoaren (10 mL) disoluzioa gehitzen zaio disoluzioari. Berun azetatoa gehitzean, kolore marroia duen hauspeakina agertzen da; hori grabitatearen bidez iragazten da, disoluzio argia lortu arte. Tanato guztiak hauspeatu direla frogatzeko, berun azetatoaren kantitate txiki bat gehitzen da eta berriro hauspeakin marroia agertzen bada, iragazi egiten da.

Lortu dugun ur-disoluziotik kafeina ateratzeko diklorometanoa erabiltzen da. Horretarako, disoluzioa dekantazio-inbutuan sartzten da eta 15 mL diklorometanoz erauzten da hiru bider. Horrela, uretan disolbatuta dagoen kafeina fase organikora pasatzen da, diklorometanotan disolbagarriagoa baita.

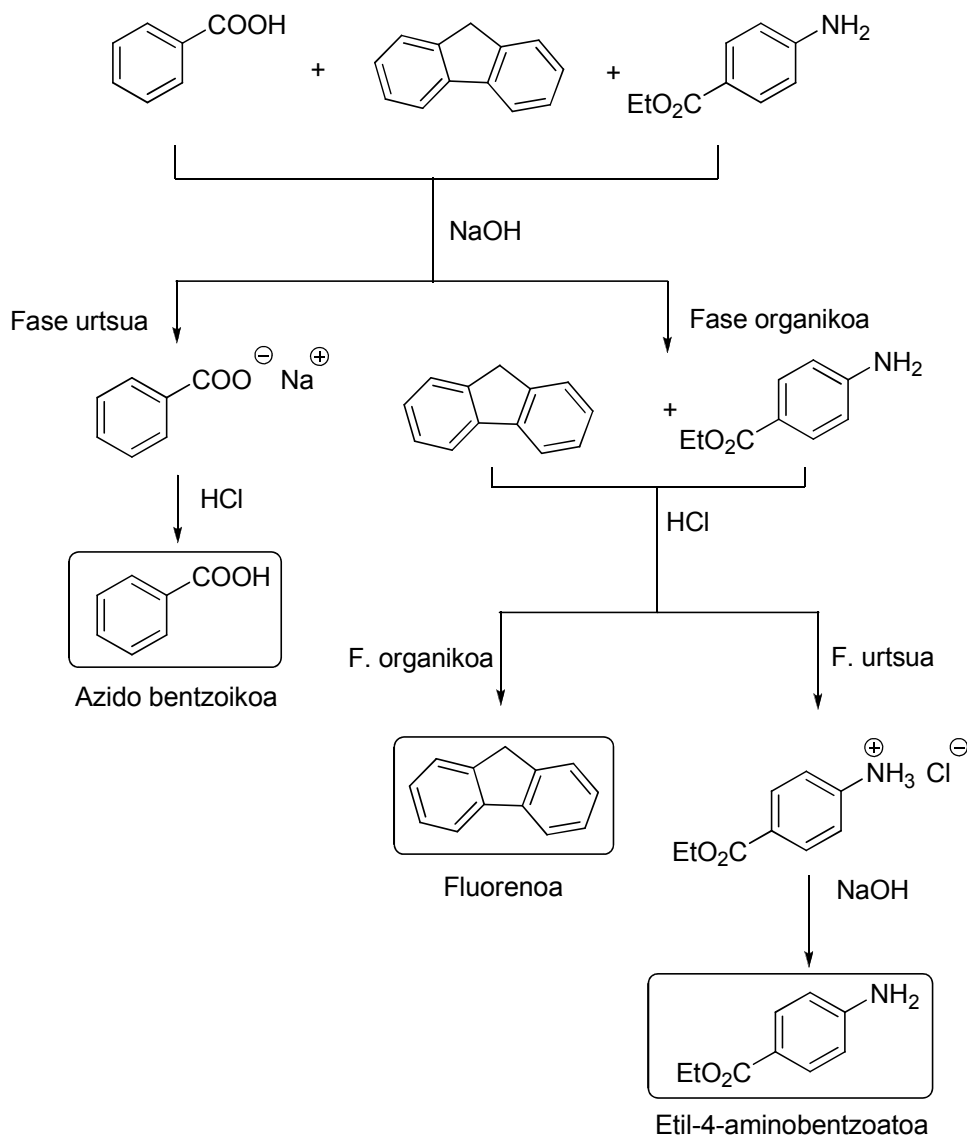
Gero, fase organikoari  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidroa gehitzen zaio, gera daitekeen ura xurgatzeko. Disoluzioa iragazi egiten da eta iragazitakoa matraz biribil batera pasatzen da. Azkenik, disolbatzailea lurrungailu birakarian lurruntzen da eta matraz biribilean agertzen da kafeina solido zuri moduan.

## **2. Azido-base erauzketa: etil-4-aminobentzoato, azido bentzoiko eta fluoreno nahastea bereiztea.**

### *2.1. Sarrera*

Disolbatzaile organiko batean disolbaturik dauden azido edo base izaera duten konposatu organikoak fase urtsura eraman daitezke, azido-base propietateak erabiliz. Adibidez, nahaste batek azido karboxiliko edo aminak baditu, azido-base erauzketaren bidez bana daitezke. Erauzketa-teknika horretan, lehenengo pausuan, konposatu horien gatzak eratu behar dira azido-base erreakzioaren bidez. Horrela eratzen den gatzak disolbagarria da uretan eta disolbaezina fase organikoan. Disoluzioan konposatu neutroak badaude azido-base erreakzio horiek ez dute konposatu horietan eragiten eta, beraz, fase organikoan mantenduko dira.

Praktika honetan, azido bentzoikoa, fluorenoa eta etil 4-aminobentzoatoa daukan nahaste batetik konposatu bakoitza banatuko dugu. Gero, lortutako solido bakoitza araztu egingo da kristalizazioaren bidez.



## 2.2 Prozedura esperimentalak

Azido bentzoikoa, fluorenoa eta etil 4-aminobentzoatoa  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ -tan disolbatuta duen disoluzioaren 30 mL hartu eta dekantazio-inbutura pasatu. Bi erauzketa egiten dira % 10 den NaOH disoluzioaren 10 mL erabiliz, eta hirugarren bat urez egiten da. Hemendik lortzen diren fase urtsuak azido klorhidrikoarekin azidotzen dira, azido bentzoikoaren hauspeakin zuria agertu arte. Hauspeakina hutsean iragazi, lehortu eta pisatu. Azido bentzoikoa araztu egiten da uretan kristalduta.

Lehenengo erauzketan lorturiko fase organikoa azido klorhidrikoz ( $2 \times 10$  mL) eta urez ( $1 \times 10$  mL) erauzten da. Lortzen den fase urtsua % 10 den NaOH-az basikotzen da eta hauspeakina iragazten da.



Aurreko erauzketan lortutako fase organikoa  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidroz lehortzen da, eta disolbatzaile organikoa hutsean lurruntzen da. Horrela lorturiko fluorenoa kristalizazioaren bidez arazten da.

Lortutako produktuen purutasuna geruza fineko kromatografiaren bidez (gfk) egiaztatu behar da.

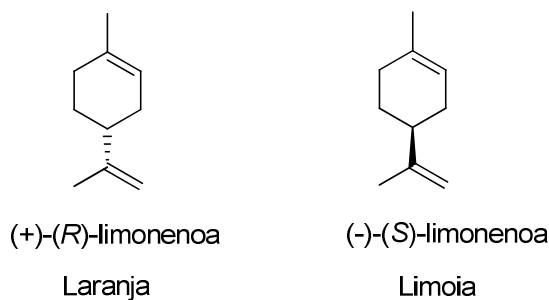
### **3. Lurrun-arraste destilazioa: laranja-azaleko limonenoaren bakartzea.**

#### *3. 1. Sarrera*

Landare-esentziak lurrungintzan usaina emateko erabiltzen diren olioak dira. Esentzia-olio horien artean dauzkagu antzinatik preziatuak izan diren intsentsua eta mirra. Horretaz gain, elikagaietan espezie gisa edo usain gozoa emateko ere erabiltzen dira. Horietako zenbait bakterioen kontra eta fungizida modura erabiltzen dira; beste batzuk sendagai moduan edo intsektuak uxatzeko produktu gisa.

Esentzia-olioak landare osoan agertzen dira, baina kontzentrazioa handiagoa izaten da hazietan eta loreetan. Esentzia-olioak osatzen dituzten konposatu gehienak lurrunkorrak dira eta lurrun-arraste distilaziorik bakartu daitezke. Oro har, esterrak dira fruitu eta loreetan azaltzen diren usain berezien eta zaporeen erantzuleak, beste era bateko substantziak ere egon daitezkeen arren. Horrela, esentzia-olioak hidrokarburoen, alkoholen eta konposatu karbonilikoaren nahasteak izan daitezke. Bestelako konposatuak terpenoide edo fenilpropanoide izeneko produktu naturalen taldeei dagozkie.

Zitrikoen usain bereziaren erantzulea limoneno izeneko terpenoidea da. Laranja-zoko esentzia-olioa % 95 (*R*)-limoneno osatuta dago; limoi-azalak, aldiz, (*S*)-limonenoa dauka. Laranja-azaleko limonenoa lurrun-arraste distilazio-teknika erabiliz bakartu daiteke.



### 3. 2. Prozedura experimentalak

Laranja baten kanpoko azala gutxi gorabehera 1 cm<sup>2</sup>-ko zatitan mozten da. Zatitutako azalari 100 mL ur gehitu eta irabiagailu elektrikoz txikitzen da. Nahastea 250 mL-ko matraz biribilera pasatu eta 8 g sodio kloruro gehitzen zaio. Gero, destilazio arruntaren sistema prestatzen da eta pixkanaka berotu egiten da, nahasketa destilatu arte. Destilatua 125 mL-ko erlenmeyer batean biltzen da, destilatuan fase organikoa agertzen ez den arte.

Destilatua diklorometanoz erauzten da, eta erauzitakoa sodio sulfato anhidroz lehortzen da. Disoluzio lehorra grabitate bidez iragazi eta matraz biribil batean biltzen da. Azkenik, disolbatzailea lurrungailu birakarian lurruntzen da eta lortutako olio pisatu egiten da.

## 4. Geruza fineko kromatografia: R<sub>f</sub>-aren kalkulua eta analgesikoen identifikazioa

### 4.1. Sarrera

Kromatografia da nahaste baten osagaiak banatzeko erabiltzen den teknika. Banaketa bi prozesuren bidez gertatzen da:

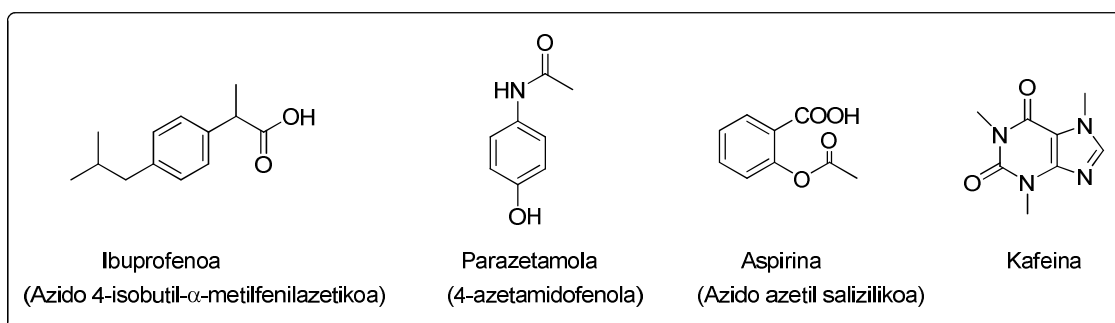
- i) Atxikipena: solido edo euskarri solido batean itsatsitako likidoa den fase geldikorak nahastearen osagaietan duen eragina da.
- ii) Desplazamendua: likido edo gasa den fase mugikorak nahastearen osagaietan duen eragina da.

Praktika honetan, banaketa-metodo gisa geruza fineko kromatografia erabiliko dugu. Teknika horretan euskarri solidoa erabiltzen da fase geldikor moduan, eta likido

bat fase mugikor gisa. Fase geldikorra, adsorbatzailea, metalezko xafla baten gainean itsatsita dago. Nahastea plakaren behealdetik 1 cm-ko distantziara jartzen da eta fase mugikorra, eluitzailea, duen kromatografia-kubetan sartzen da. Likidoa kapilaritatez gorantz doa; nahastearen osagaiak abiadura ezberdinean mugitzen dira eta, ondorioz, konposatuak banatu egiten dira. Disolbatzailea plakaren goialdetik 1 cm-ra heltzen denean, kromatografia-kubetatik ateratzen da; plaka lehortu eta, azkenik, orbanak argi ultramorearen bidez ikusten dira.

Erabiltzen den plakak adierazle fluoreszentea darama, eta argi ultramorean aktiboak diren konposatuak ikustea ahalbideratzen du. Adierazleak argi ultramorean absorbatzen du eta argi ikusgaia igortzen du, eskuarki berdea. Argi ultramorean aktiboak diren konposatuak produktua dagoen gunean adierazleak argia absorbatzea ekiditen du. Ondorioz, plakan hainbat konposaturik dagozkion orbanak azaltzen dira.

Praktika honetan, zenbait analgesikoren konposaketa zehazteko geruza fineko kromatografia erabiliko dugu. Horretarako, ibuprofenoa, paracetamola, aspirina eta kafeina hartuko dira patroia moduan:



#### 4.2. Prozedura experimentalak

Kromatografia plaka batean,  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ /etanol 1:1 nahastean disolbaturik dauden ibuprofenoa, paracetamola, aspirina eta kafeina aplikatzen dira. Horietaz gain, osagai guztiekin osatutako nahasketa aplikatzen da. Eluitzailea dagoen kromatografia-kubetan sartzen da plaka eta, disolbatzailearen frontea plakaren goialdetik 1 cm-ra heltzen denean, kromatografia-kubetatik ateratzen da. Prozedura hori hainbat eluitzailerekin errepikatzen da, egokiena aukeratzeko.

Argi ultramorearen bidez plakak errebelatzen dira eta konposatu bakoitzaren  $R_f$  kalkulatu da.

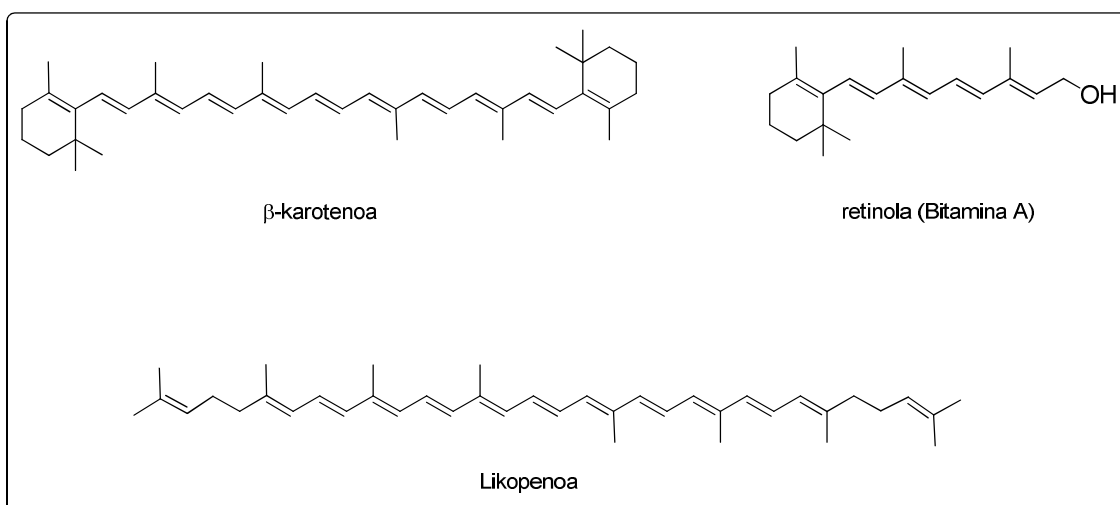
Patroien geruza fineko kromatografia egin ondoren, analgesiko bat hartu eta espatulaz birrintzen da.  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ /etanol 1:1 nahastean disolbatu eta 100 °C-tan berotzen da, guztiz disolbatu arte. Plakan analgesikoa nahastearen patroiarekin batera aplikatzen da. Modu horretan, aukeratutako analgesikoak dituen substantziak identifikatzen dira.

## 5. Zutabe-kromatografia: tomateak duen likopenoa erauztea

### 5.1. Sarrera

Azenarioen eta tomateen kolore laranja eta gorriaren erantzuleak dira *carotenoide* konposatua; Horietatik  $\beta$ -karotenoa da ezagunena, azenarioen pigmentu horian eta ikusmenaren prozesuetan parte hartzen duen A bitaminaren (retinolaren) aitzindaria da. Bestalde, likopenoa da tomate helduen kolorearen erantzule den pigmentu gorria. Bere egitura hamaika lotura bikoitz konjugatu daude; beraz, argi ikusgaia absorbatzeko gai izango da. Tomate naturalean ura da % 96; beraz, 1 kg tomatek 20 mg likopeno soilik emango lituzke.

Praktika honetan, likopenoa bakartuko dugu birrindutako tomate natural komertzialetik erauzketa-teknikaren bidez. Horretarako, diklorometanoa erabiliko dugu disolbatzaile moduan. Lortutako likopenoa zutabe-kromatografiaren bidez araztuko dugu. Teknika hori da Kimika Organikoan erabiltzen den banaketa- eta arazte-teknika garrantzitsuena.



## 5. 2. Prozedura experimentalak

Birrintutako tomate naturalaren 10 g hartu eta 250 mL-ko matraz biribilera pasatzen dira. Matrazera metanola (25 mL) eta diklorometanoa (50 mL) gehitzen dira. Nahastea birfluxutan berotzen da 5 minutuz. Gero, nahastea hutsean iragazten da tomatearen hondakin solidoak kentzeko.

Iragazitakoa dekantazio-inbutuan sartzen da eta NaCl disoluzio aseaz garbitzen da (3 x 50 mL). Lortutako fase organikoa Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidroz lehortzen da eta disolbatzailea lurrungailu birakarian lurruntzen da. Hortik lortzen den hondakina pisatu egiten da zutabe-kromatografiaz araztu baino lehen.

Nahastean dagoen osagai kopurua eta eluzio-ordena jakiteko, geruza fineko kromatografia egiten da, zutabe-kromatografia egin baino lehen. Horretarako, lortutako gordina hexano/AcOEt % 5 nahastearen kantitate txikienean disolbatzen da, plakan aplikatzen da, eta hexano/AcOEt % 5 eluitzailea duen kromatografia-kubetan sartzen da.

Geruza fineko kromatografia egin ondoren, nahaste-disoluzioa aurretiaz prestatutako kromatografia-zutabera sartzen da. Kromatografia egiteko, hexano/AcOEt % 5 nahastea erabiltzen da. Likopenoa agertzen den saio-hodiak matraz batean biltzen dira eta disolbatzailea lurrungailu birakarian lurruntzen da. Azkenik, geruza fineko kromatografia egiten da, lortutako likopenoa pisatu eta puru dagoela frogatzeko.

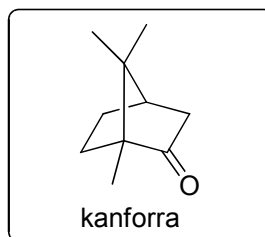
## 6. Sublimazioa: kanforraren sublimazioa

### 6.1. Sarrera

Solido batzuk beren lurrun-presioaren arabera sublima daitezke, presio atmosferikopean edo hutsean berotuz. Oro har, sublimazioa hutsean egiten da; horrela, tenperatura altuak ekiditen dira eta solidoa ez da urtzen. Hala ere, solido guztiak ez dira sublimatzen; sublima daitezkeen solidoen artean, kanforra, iodoa eta naftalenoa ditugu.

Molekulen arteko elkarrekintza ahulak eta lurrun-presio altuak dituzten solidoak soilik araztu daitezke sublimazioz. Metodo hori erabiltzen da, soilik, substantzia sublimagarri bat sublimaezinak diren beste substantzietatik bereizteko.

Hala, ezlurrunkorrek diren ezpurutasun solidoak erraz eliminatzen dira, sublimatzailearen (hots, atzamar hotzaren), hondoan geratzen baitira.



### 6. 2. Prozedura experimentalak

Sublimatzailearen hondoan 0.5 g kanfor sartzen dira eta barne-hodia jartzen da. Gero, hoztailea konektatzen da, ura barneko hoditik sartuz eta kanpoko hoditik ateraz. Sistema hutseko iturrira konektatzen da eta poliki-poliki beheko partea ur-bainuz berotzen da.

Sublimazioa bukatutakoan, bero-iturria kendu eta hozten uzten da. Azkenik, araztutako kanforra batu eta pisatu egiten da.

## PRAKTIKAK

---

### 2. ATALA. SINTESIA

---

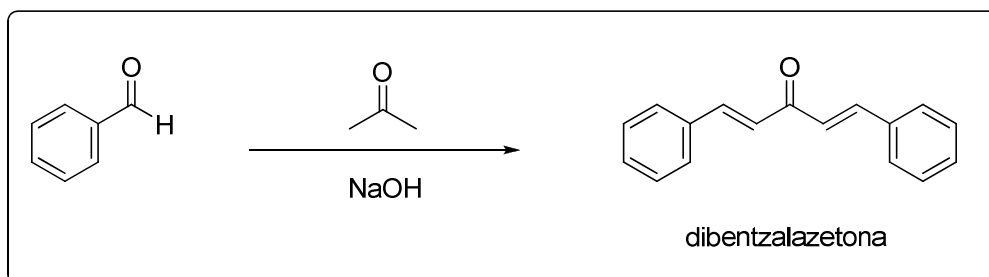
1. Kondentsazio aldolikoa: dibenzalazetonaren sintesia.
2. Alkenoen erreaktibitatea: azido *trans*-zinamikoaren bromazioa
3. Eliminazio erreakzioa: 4-metil ziklohexenoaren sintesia, 4-metil ziklohexanoletik abiatuta.

## 1. Kondentsazio aldolikoa: dibenzalazetonaren sintesia.

### 1.1. Sarrera

Kondentsazio aldolikoa da C-C loturak eratzeko erabiltzen den nukleozaleen eta elektroizaleen arteko erreakzioa. Batez ere, karbanioien eta konposatu karbonilikoaren arteko erreakzioa garrantzitsua da. Erreakzio mota hori konposatu karboniliko baten enolatoaren eta beste konposatu baten karboniloaren artekoa da; konposatu  $\beta$ -hidroxikarbonilikoa eratzen da erreakzio horretatik.

Dibenzalazetona jarraian gertatzen diren bi kondentsazio aldoliken bidez sintetiza daiteke. Erreakzio horretan, azetona desprotonatzerakoan horri dagokion enolatoa eratzen da. Horrek erreakzio-ingurunean dugun elektroizalearekin erreakzionatzen du, dagokion  $\beta$ -hidroxizetona sortuz. Erreakzioak aurrera egiten du eta deshidratazioa gertatzen da. Modu horretan, konposatu karboniliko  $\alpha,\beta$ -asegabea lortzen da. Azetonak hidrogeno azidoak dituen bi metil talde dituenenez, erreakzioa gertatzen da molekularren bestaldetik ere, dibenzalazetona lortzeko. Produktu hori kristalizazioaren bidez arazten da eta bere urtze-puntuaren eta gfk-ren bidez identifikatzen da.



### 1.2. Prozedura esperimental

Erlenmeyer batean NaOH (5 g, 0.125 mol) disolbatzen da uretan (25 mL). Disoluzioa giro-tenperaturara heltzen denean, % 95 etanol (25 mL) gehitu eta irabiatu egiten da. Gero, azetona (3.6 mL) gehitu eta disoluzioa irabiatzen da. Jarraian, benzaldehidoa (10.5 mL) gehitu eta 15 minutuz irabiatzen da. Disoluzioak kolore horia hartzen du eta hauspeakina agertzen hasten da. Hauspeakin gehiago lortzeko, disoluzioa hozten uzten da ur-izotz bainuan.

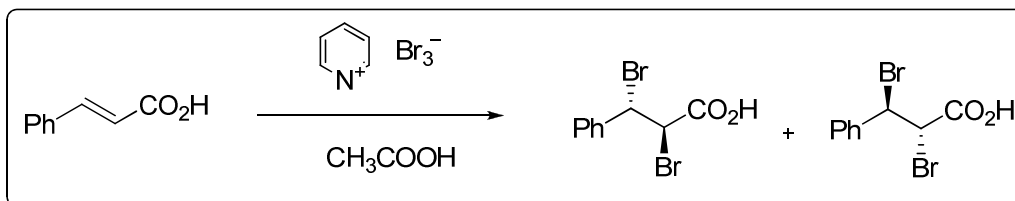


Dibenzalazetonaren hauspeakina hutsean iragazten da eta buchner-ean uzten da lehortzen. Lortutako dibenzalazetona kristalizazioaren bidez arazten da.

## 2. Alkenoen errektibitatea: azido *trans*-zinamikoaren bromazioa

### 2.1. Sarrera

Karbono-karbono lotura bikoitzaren gaineko halogenoen adizioa, adizio elektroizalea da. Adizioa *anti* eran gertatzen da. Praktika honetan azido *trans*-zinamikoaren Br<sub>2</sub>-aren adizioa egingo dugu, eta produktu gisa azido-2,3-dibromo-3-fenilpropanoikoaren *eritro* diastereoisomeroa lortuko dugu. Br-Br lotura polarizatuta dagoen unean bromo molekularrak elektroizale gisa erreakzionatzen du azido zinamikoaren π elektroiekin. Era horretan, bromonio tartekari ziklikoa eratzen da. Hurrengo pausuan, nukleozale moduan jokatzen duen bromo-oiaren S<sub>N</sub>2 erasoa gertatzen da bromo-atomoa dagoen kontrako aldetik. Alkenoen bromazio-erreakzio hori estereoespezifikoa eta estereoselektiboa da. Bromoaren erasoa alkenoaren goialdetik edo behealdetik gerta daiteke eta, ondorioz, eratzen den produktua nahaste errazemiko gisa lortzen da. Erreakzio horretan lortzen den produktua (azido 2,3-dibromo-3-fenilpropanoikoa) erraz isolatzen da, kristalizazio bidez arazten da, eta identifikatzeko urtze-puntua neurtzen da.



### 2.2. Prozedura esperimental

50 mL-ko matraz batean 1 g azido *trans*-zinamiko eta 2.4 g piridinio tribromuro sartzen dira irabiagailu magnetikoarekin batera. Aurreko solidoen gainean 24 mL azido azetiko gehitzen da, eta nahastea birfluxutan berotzen da 45 minutuz. Horretarako, 120-125 °C-ra berotzen da manta berogailua erabiliz.

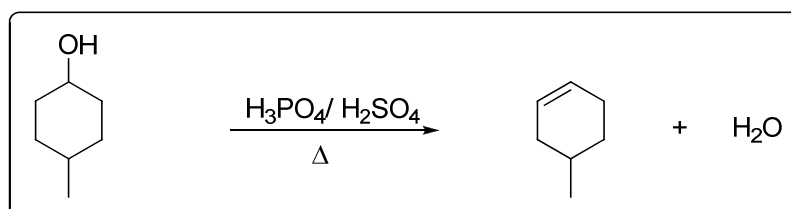
Disoluzioa hozten uzten da giro-tenperaturara iritsi arte, eta 100 mL-ko erlenmeyerrera pasatzen da. Gero, matraz biribila 4 mL azido azetiko garbitzen da eta erlenmeyerrera transferitzen da.

Disoluzioa ur/izotz-bainuan hozten da 5 minutuz. Jarraian, 30 mL ur hotz gehitzen dira 10 mililitroka. Eratzen den hauspeakina hutsean iragazi eta solidoa ur hotzez (4 mL) garbitzen da. Lortutako produktua kristalizazio bidez arazten da.

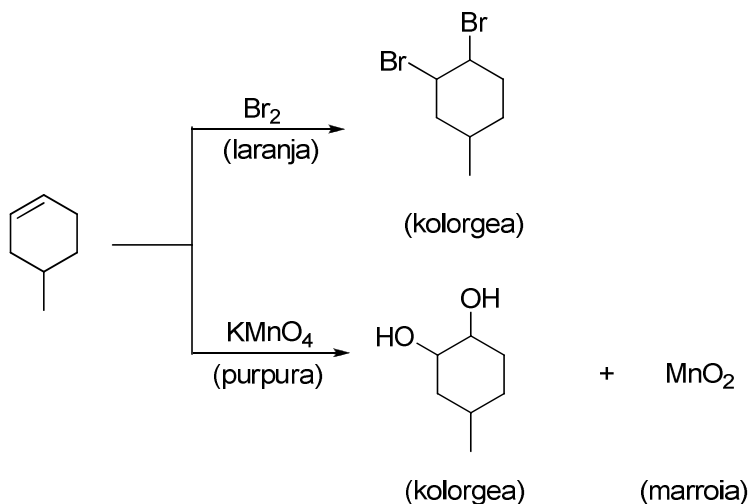
### 3. Eliminazio-erreakzioa: 4-metil ziklohexenoaren sintesia 4-metil ziklohexanoetik abiatuta

#### 3.1. Sarrera

Alkoholek ura galtzen dute tenperatura altuetan azido mineralekin erreakzionatzen dutenean (adibidez, azido sulfuriko edo fosforikoarekin); hau da, deshidratazio-prozesua gertatzen da. Erreakzioa hiru pausotan gertatzen da; lehenengo pausotan hidroxilo taldea protonatzen da; bigarreanean, ura galtzen da eta karbokatioia eratzen da bitartekari modura; azkenik, aldameneko karbono-atomoaren protoia galtzen da eta alkenoa eratzen da. Erreakzioaren hiru etapa horiek itzulgarriak dira; beraz, alkenoa eratzen den heinean erreakzio-nahastetik destilatzen bada, oreka alkenorantz desplazatu daiteke. Eratzen den alkenoa (4-metilziklohexenoa), kodestila daiteke erreakzioan eratzen den urarekin eta azido fosforikoaren kantitate txikiarekin batera (i.p.: 101-102 °C). Horiek sodio klorurozko disoluzio asearekin garbituz elimina daitezke.



Lotura bikoitzak dituzten konposatuek bromoarekin erreakzionatzen dute, konposatu 1,2-dibromatua eratzeko. Bromozko disoluzioa laranja kolorekoa da, eta eratzen den konposatu 1,2-dibromatua kolorgea. Era berean, alkenoek potasio permanganatozko disoluzioarekin erreakziona dezakete, dagokien 1,2-diola eta MnO<sub>2</sub>-zko hauspeakin marroia eratzeko. Kasu horretan, purpura kolorea duen potasio permanganatozko disoluzioa kolorge bilakatzen da. Erreakzio horiek test kualitatibo gisa erabiltzen dira, konposatu organikoetan lotura bikoitzak dauden frogatzeko. Hala, metilziklohexenoa lortu dugula frogatzeko, aipatutako bi test horiek erabil daitezke.



### 3.2. Prozedura esperimentalta

12 mL 4-metilziklohexanol 50 mL-ko matraz biribilean sartu, eta % 85 den azido fosforikoaren 3 mL eta 1 mL azido sulfuriko gehitzen dira tantaz tanta. Gero, destilazio arrunteko muntaketa prestatzen da; baina hutsezko irteera duen biltzailea erabiltzen da, destilatua 25 mL-ko matraz biribilean bildu ahal izateko.

Nahastea irabiatu eta produktua berotu egin behar da destilatzen hasten den arte (95-105 °C). Destilazioa egiten da erreazio-matrizean nahastearen 1 mL geratu arte gutxi gorabehera.

Lortzen den destilatua dekantazio-inbutuan sartzen da eta NaCl-zko disoluzio aseaz garbitzen da (2 x 6 mL). Fase organikoa Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidroz lehortu eta iragazten da. Lortutako produktua destilazio bidez arazten da.

4-metilziklohexenoa lortu dugula frogatzeko, modu honetako test kualitatiboak egiten dira; lehenik, lortutako 4-metilziklohexenozko lau edo bost tanta saio-hodi batean sartzen dira, eta kolore laranja duen bromozko disoluzioa gehitzen da kolore laranja desagertzen ez den arte; bigarrenik, 4-metilziklohexenozko tanta batzuk sartzen dira beste saio-hodi batean, eta potasio permanganatoa gehitzen da disoluzioan manganeso oxidoaren hauspeakin marroia ikusi arte. Kasu horretan, dimetoxietanozko tanta batzuk gehitu behar dira saio-hodian, potasio permanganatoa eta konposatu organikoa nahasgaitzak direlako.