

## Separaciones sólido líquido

Preparación de sólidos por precipitación. Separación de sólidos por filtración / centrifugado, y posterior lavado y secado.

### INTRODUCCION:

Un método corriente y eficaz para obtener sales insolubles es el que consiste en hacer reaccionar disoluciones que contengan el anión y catión correspondientes. La reacción, de doble descomposición y tipo iónico, origina al instante la sal insoluble, que naturalmente precipita.

Sean dos disoluciones, una de  $\text{Cl}_2\text{Ca}$  y otra de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . En la disolución se encuentran los iones:



Al irse formando el carbonato cálcico, se alcanza una concentración tal, que su valor sobrepasa el de la constante del producto de solubilidad y el producto precipita.

De hecho interesa obtener un precipitado con un tamaño de grano que permita filtrarlo con facilidad; ello se logra ajustando ciertas condiciones operacionales, como son la concentración de reactivos, el orden en la adición, la temperatura, el grado de agitación, etc.

### MANERA DE OPERAR: Genérico

Se pesan 5 gramos de cloruro cálcico anhidro (es muy higroscópico, absorbiendo con rapidez la humedad del aire), y se disuelve en la menor cantidad posible de agua. Se calculan los gramos de carbonato sódico precisos, que se pesarán con ligero exceso (5-10 %) que son igualmente disueltos en la menor cantidad posible de agua en un recipiente distinto. Por separado se calientan ambas disoluciones a unos 50 °C, y se vierte la disolución de carbonato sobre la de cloruro, agitando con la varilla y dejando reposar hasta que se enfría (el procedimiento de vertido se muestra en la Figura 1).



**Figura 1:** Vertido de disoluciones

Para calentar líquidos o disoluciones se emplean en los laboratorios los matraces tipo Erlenmeyer, las cápsulas de porcelana y vidrio, y los vasos de precipitados.

El precipitado formado, una vez frío, se filtra con un embudo Buchner, succionando a la trompa mediante un matraz quitasato. Ver Figura 2.

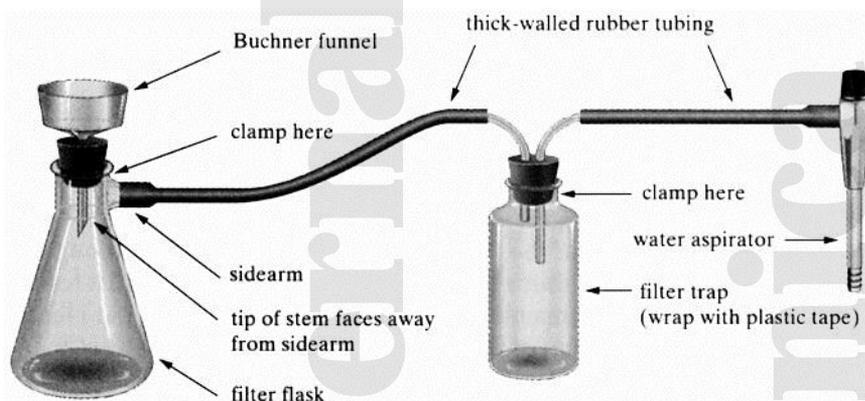


Figura 2: Apparatus for standard scale vacuum filtration

El papel de filtro es humedecido con agua, mediante un frasco lavador, y se inicia la succión para que se adhiera bien, tras lo cual se vierte el precipitado. Todo el sólido ha de quedar retenido, y el líquido filtrado ha de ser claro sin turbidez de ninguna clase.

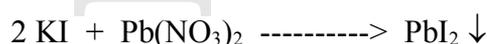
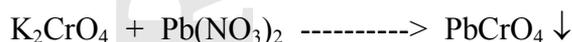
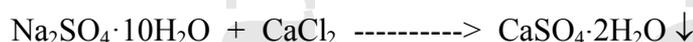
Se lava entonces el precipitado añadiendo, con el frasco lavador, agua destilada que justamente cubra la superficie libre, y volviendo a succionar hasta sequedad. Esta operación se repetirá hasta lavado completo, lo que se conoce porque al añadir a unas gotas de filtrado (recogidas en un tubo de ensayo) unas gotas de disolución de nitrato de plata, no se forma precipitado ni turbidez, lo que significa que no existe en disolución aniones cloruro ni carbonato. Caso de aparecer precipitado, se repite el lavado.

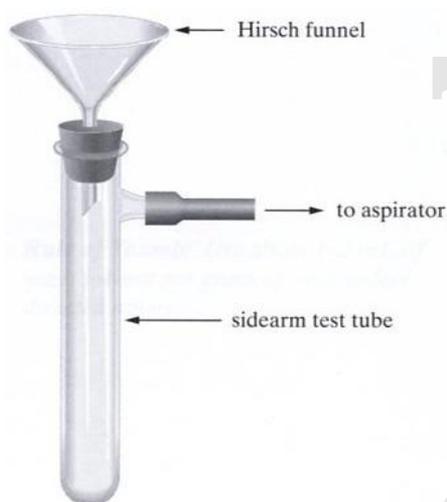
Se recoge el precipitado, bien escurrido y seco, sobre la cápsula, y para eliminar restos de humedad se deja toda la noche abierto a temperatura ambiente. Una vez seco, se pesa y se calcula el rendimiento sobre el cloruro cálcico que se puso inicialmente.

Para operaciones más precisas, se introduce el precipitado en una estufa desecadora a una temperatura controlada que no exceda de 110 °C durante una hora; se enfría en un desecador y se pesa. Se repite todo el proceso hasta pesada constante.

### **MANERA DE OPERAR: Precipitación convencional**

En un primer experimento los Alumnos van a realizar una de las siguientes precipitaciones, por lo que, antes de llegar al laboratorio, deberán realizar los cálculos necesarios a fin de determinar las cantidades necesarias de cada uno de los reactivos, si lo que se desea obtener es una cantidad aproximada de 2 gramos de producto final precipitado.

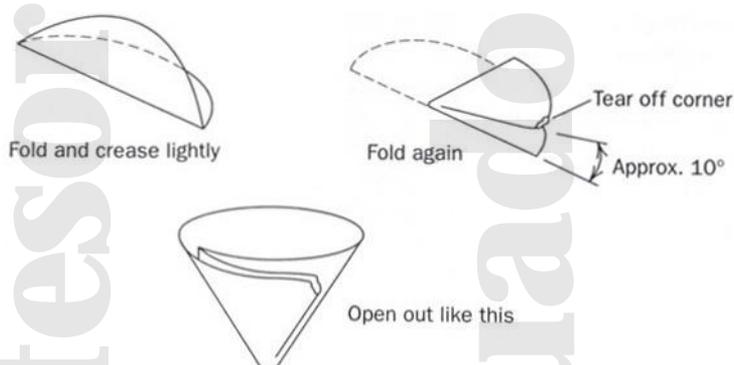




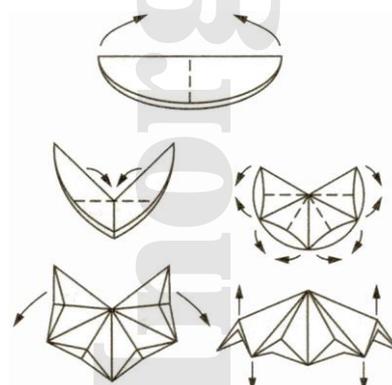
**Figura 3:** Apparatus for small-scale vacuum filtration with sidearm test tube

En este tipo de experimentos, el Alumno deberá acostumbrarse a preparar las dos disoluciones por separado, filtrarlas igualmente por separado para que estén limpias, mezclarlas y filtrar el precipitado. Lavarlo con agua abundante y secarlo, bien por succión a vacío, bien en desecador, bien en estufa (preguntar al Profesor)

En el caso presente, y dada la escala relativamente pequeña en la que el Alumno opera, el sistema Buchner-quitato puede ser sustituido por un sistema placa filtrante-Schlenk como el mostrado en la Figura 3.

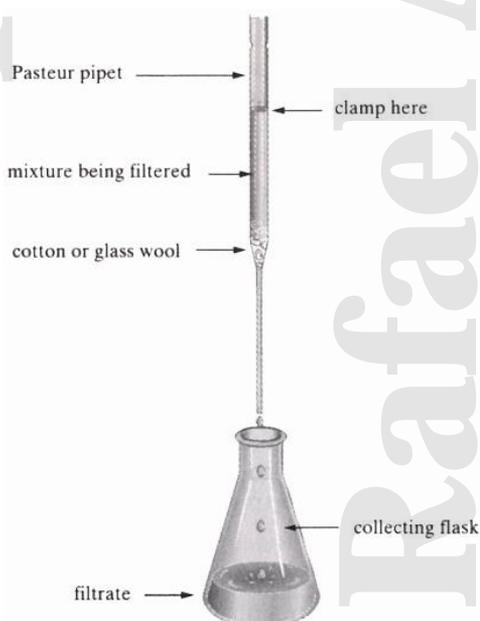


**Figura 4:** Filtro normal

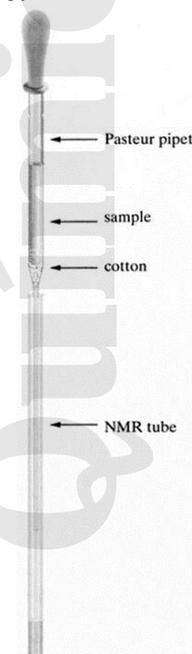


**Figura 5:** Filtro de pliegues

En algunos casos, cuando la escala es aún menor y se opera a microescala, es posible realizar microfiltraciones en las que el embudo es sustituido por una pipeta Pasteur con un trozo de algodón en la zona tronco-cónica y la succión a vacío es igualmente sustituida por un “empuje manual” mediante perilla de goma, tal como muestra la Figura 6.



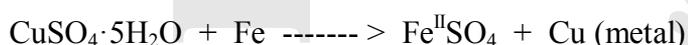
**Figura 6:** Microfiltración operando a microescala



### **MANERA DE OPERAR: Precipitación de Cobre por cementación**

En un segundo experimento los Alumnos van a llevar a cabo una precipitación por cementación. Como será habitual, antes de llegar al laboratorio, los Alumnos deberán realizar los cálculos necesarios para cada una de las etapas del proceso a fin de determinar las cantidades necesarias de cada uno de los reactivos. En este caso lo que se desea obtener es una cantidad aproximada de 500 miligramos de producto final precipitado, en este caso Cobre metálico.

**En una primera etapa**, se tratan las cantidades pesadas y previamente calculadas de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  en agua y Fe metal, con lo que el hierro se oxida reduciendo al catión Cobre hasta Cobre metal. El Cobre metálico así formado se puede filtrar, lavar con agua destilada (opcionalmente se puede lavar con acetona o etanol para facilitar el secado), secar en la estufa y pesar para calcular el rendimiento sobre el Cobre.

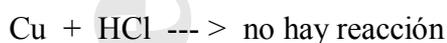


Se debe verificar la eventual presencia de  $\text{Fe}^{\text{III}}$  mediante la adición de  $\text{SCN}^-$  y consecuente aparición de coloración rojo sangre, caso de resultar positivo el ensayo.

Seguidamente, a la disolución obtenida del supuesto sulfato ferroso se le añaden unas gotas de  $\text{H}_2\text{O}_2$  para forzar la oxidación del  $\text{Fe}^{\text{II}}$  hasta  $\text{Fe}^{\text{III}}$  y se vuelve a repetir el ensayo con  $\text{SCN}^-$ . En esta ocasión todos los Alumnos obtendrán un ensayo positivo, puesto de manifiesto por la aparición de coloración rojo sangre.

Cuando los Alumnos calculen el rendimiento obtenido en base al Cobre esperado se van a encontrar con rendimientos superiores al 100% en la práctica totalidad de los grupos, debiendo dar una explicación a dicha observación. (Debido a que el sólido metálico obtenido contiene no sólo el Cobre formado sino también el exceso de Hierro sin reaccionar).

**En una segunda etapa**, se trata el residuo sólido obtenido, mezcla de metales, con HCl 6M (Mezcla 1:1 de HCl concentrado:agua), con lo que selectivamente se va a oxidar el Hierro, teóricamente hasta Hierro (II) aunque en la práctica la mayoría de los grupos lo tendrán contaminado en mayor o menor medida con Hierro (III), cosa que pueden verificar por el ensayo con  $\text{SCN}^-$ . La reacción puede completarse en menor tiempo mediante suave calentamiento en placa calefactora (nunca en mechero)



Una vez que cese el desprendimiento gaseoso ( $\text{H}_2$ ), lo que indicaría (si hay exceso suficiente de HCl) que todo el hierro ha sido eliminado, se puede volver a filtrar el sólido, lavarlo con agua destilada (opcionalmente se puede lavar con acetona o etanol para facilitar el secado), y secarlo a vacío y luego en la estufa para determinar cual es realmente el rendimiento de Cobre metal obtenido.

**MATERIAL Y PRODUCTOS NECESARIOS:**

Placa calefactora, vasos de precipitados / erlenmeyer, gradilla con tubos de ensayo, Buchner y quitasato (alternativamente placa filtrante y Schlenk), varilla de vidrio, espátula, pipetas Pasteur, frasco lavador,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , limaduras o granalla de Fe, KSCN,  $\text{H}_2\text{O}_2$ , HCl concentrado (35%, 12M) y HCl 6M, y reactivos para la precipitación.

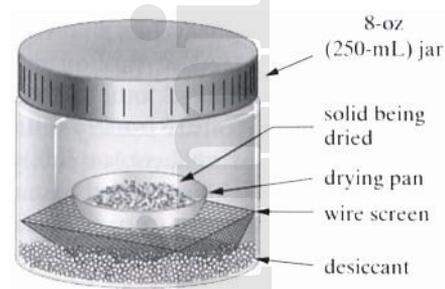
**SECADO EN UN LABORATORIO:**

Una problemática habitual en los laboratorios químicos lo constituye el proceso de secado de los productos obtenidos, que puede llevarse a cabo por las técnicas ya utilizadas de secado a vacío y secado en estufa hasta peso constante.

Otra forma habitual de secado, pero que requiere más tiempo, es la utilización de desecadores. Estos pueden ser descritos de modo sencillo como un recipiente cerrado compuesto de dos niveles, y separados por una placa perforada. En el nivel superior se coloca la sustancia que se desea secar, en un recipiente abierto de boca ancha, como una cápsula de porcelana, aunque puede utilizarse casi cualquier material del laboratorio: vidrio de reloj, vaso de precipitados, viales, etc. En el nivel inferior se colocan un agente desecante que absorba humedad, como KOH, NaOH,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ , ... Una vez cerrado herméticamente el desecador (opcionalmente puede hacerse un ligero vacío para favorecer el proceso de secado) este se deja reposar durante varios días. Dado que el agente desecante absorbe la humedad de la atmósfera interior del desecador, la humedad presente en el sólido difunde a la atmósfera, y de ahí al desecante. Al cabo de un tiempo todo el agua inicialmente contenida en el sólido que se desea secar ha pasado, primero a la atmósfera interior del desecador y finalmente ha sido absorbido por el agente desecante.

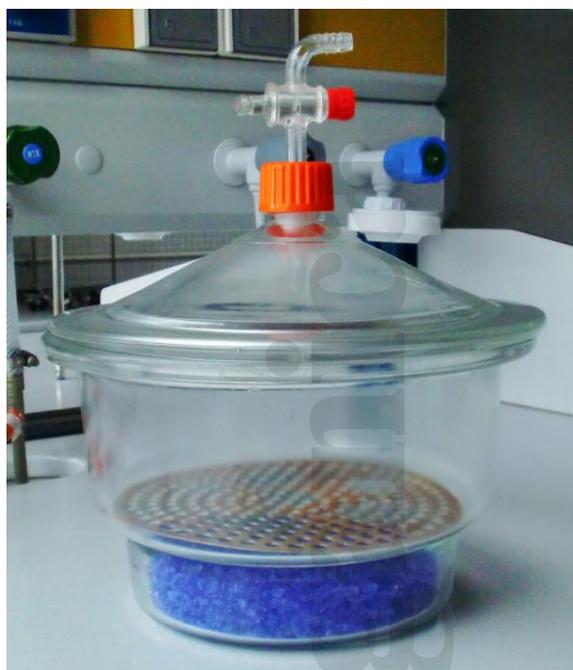
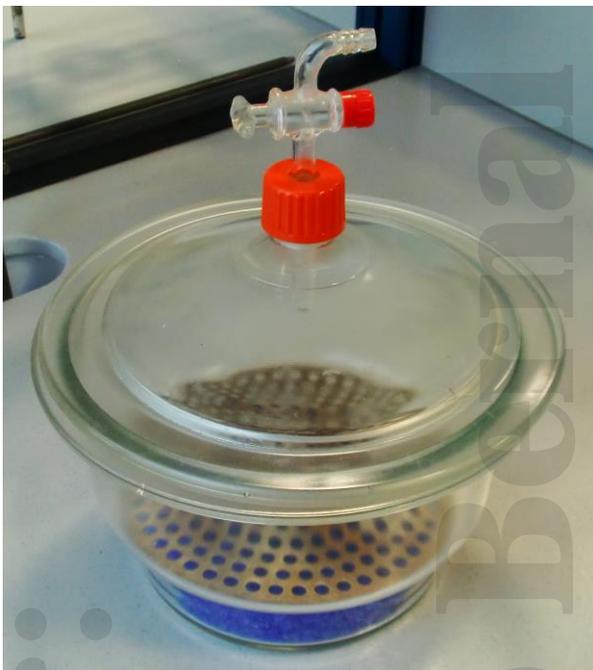


**Figura 7:** Commercial desiccator



**Figura 8:** "Homemade" desiccator

Estos desecadores tienen también una segunda utilidad en el laboratorio. Esta no es la de "secar" un producto, sino la de guardar en su interior una sustancia sintetizada o un producto comercial particularmente sensible a la humedad, bien por ser higroscópica, bien por ser sensible a la hidrólisis.



### CENTRIFUGACION:

Una técnica alternativa de separación sólido/líquido es la centrifugación. En aquellos casos en que el precipitado obtenido es muy fino y atraviesa los filtros, o cuando la lenta decantación del sólido hace difícil un proceso de filtración tradicional, la centrifugación proporciona una variante sencilla y útil.

En los laboratorios es frecuente encontrar centrifugadoras compactas, con un diámetro inferior a los 30 cm, en cuyo tambor se colocan 4-6-8 tubos de vidrio para la centrifugación.

Se trata de tubos de vidrio reforzado, a fin de evitar la rotura de los mismos durante el proceso de centrifugado.

Su número es par dado que *siempre* es necesario introducir el tubo con la muestra que se desea centrifugar junto con un segundo tubo situado diametralmente opuesto y con un nivel de llenado similar. La finalidad es sencilla; mantener una **disposición simétrica** y evitar así las bruscas vibraciones de la centrifugadora como consecuencia de una rotación asimétrica, vibraciones que no sólo pueden romper los tubos de vidrio sino incluso dañar la propia centrifugadora.

