

TÉCNICAS DE SEPARACIÓN DE SUBSTANCIAS

4.1 OBXECTIVOS XERAIS

Un dos problemas máis habituais no laboratorio é ter que separar substancias que están mesturadas. A mestura resultante pode ser homoxénea ou heteroxénea e cos compoñentes no mesmo estado de agregación ou en distintos estados de agregación. No que segue tentaremos dar algunhas pautas, botando man de simples técnicas da química, para saber proceder cando queiramos separar substancias.

Cando sabemos cales compoñentes integran a mestura, a correspondente separación basearase no coñecemento da natureza do enlace dos compoñentes e, por ende, das súas propiedades físicas (solubilidade, densidade, punto de fusión e ebulición, temperatura de sublimación etc.). Diferenciaremos o tipo de operacións básicas que realizar en función da natureza das mesturas. Así estudaremos:

- Separación dunha mestura con substancias sólidas.
- Separación dunha mestura con substancias líquidas.
- Separación dunha mestura con substancias sólidas en líquidos.

4.2 SEPARACIÓN DUNHA MESTURA CON SUBSTANCIAS SÓLIDAS

Cando temos unha mestura de sólidos cómpre, se sabemos a súa composición, botar man do coñecemento da natureza do enlace de cada un dos seus compoñentes. As súas diferentes solubilidades en disolventes polares ou apolares, os seus distintos puntos de fusión ou sublimación, as súas diferenciadas densidades, podémolas empregar para aplicar as operacións básicas máis axeitadas para a súa separación.

Algunhas operacións básicas a seguir poden ser:

4.2.1 SEPARACIÓN POR DISOLUCIÓN

Se coñecemos a natureza química, o enlace, dalgunha das

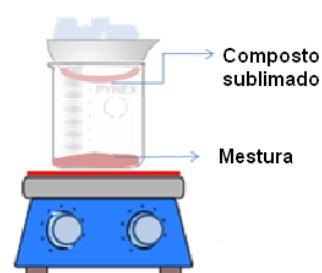
substancias, podemos seleccionar un disolvente capaz de disolverla deixando os outros sólidos no fondo do erlenmeyer.

Os disolventes seleccionaranse en función da natureza do enlace dos compoñentes da mestura. Cando hai algún composto iónico escóllense disolventes polares (H_2O , alcohol...). Se temos compostos moleculares seleccionárase algún disolvente polar.

Temos xa, agora, un sólido e un líquido (disolución) que se separarán como se indica no seguinte apartado de separación de substancias sólidas e líquidas.

4.2.2 SEPARACIÓN POR SUBLIMACIÓN

Se sabemos da natureza dunha substancia que é quen de sublimar a temperatura baixa podemos quentala nunha cápsula de porcelana ou nun vaso Pírex e recoller o sólido sublimado sobre o fondo doutra cápsula refrixerada con auga (ver esquema). O sólido sublimado sepárase cunha espátula e pézase sobre un vidro de reloxo.



4.3 SEPARACIÓN DUNHA MESTURA CON SUBSTANCIAS LÍQUIDAS

Ás veces obtemos, no laboratorio, unha mestura de produtos que están todos eles no estado de agregación líquido. A natureza do enlace neses compostos é semellante e para separalos cómpre botar man dalgunhas propiedades físicas diferenciadoras: densidade, puntos de ebulición, coeficientes de reparto noutros disolventes etc.

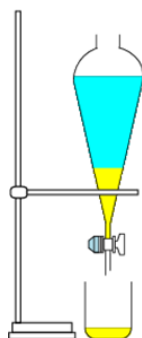
As mesturas de líquidos poden ser de distintos tipos: formadas por líquidos miscibles ou inmiscibles e as operacións básicas a empregar en cada caso son:

- mesturas de líquidos inmiscibles pódense separar:
 - a. se teñen densidades moi distintas, por decantación nun funil.
 - b. se posúen coeficientes de reparto distintos, por extracción líquido-líquido.
- mesturas con líquidos miscibles pódense separar:
 - a. se teñen puntos de ebulición moi distintos, por destilación.
 - b. se teñen puntos de ebulición parecidos por destilación fraccionada.

Seguidamente describiremos estas operacións básicas.

4.3.1 SEPARACIÓN POR DECANTACIÓN NUN FUNIL

Cando os líquidos non son miscibles é doado ver a fase de separación existente entre eles. Se se colocan nun funil de decantación, e se axitan vigorosamente, pódese chegar a ver con gran precisión a interface, e sepáranse abrindo a chave de paso do funil con moito tino tal e como se ve no debuxo.



4.3.2 SEPARACIÓN POR EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO

Cando os líquidos non son miscibles pero as fases non se separan ben no funil de decantación, pódese engadir un disolvente nada miscible cun dos compoñentes e moi miscible co outro.

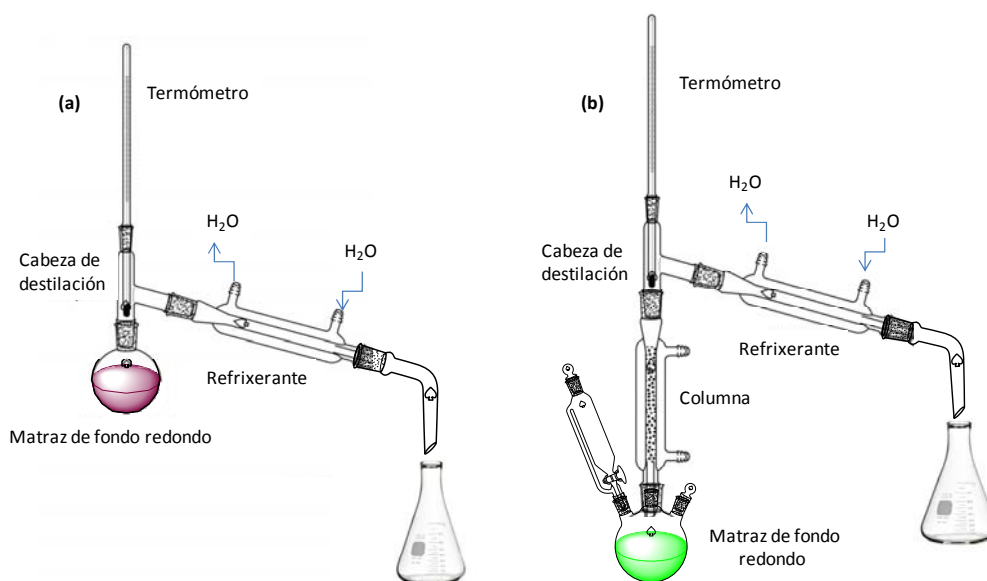
Isto faise coñecendo os coeficientes de reparto de cada compoñente nun disolvente habitual coma o diclorometano.

De seguido no funil de decantación a separación desas novas dúas fases é doada xa que o novo disolvente extrae un dos líquidos. A nova disolución miscible sepárase como se indica na operación de destilación.

4.3.3 SEPARACIÓN POR DESTILACIÓN

Esta técnica emprégase para separar líquidos moi miscibles pero con puntos de ebulición suficientemente separados. A montaxe vese na figura, ferve e destila primeiro o líquido máis volátil (con punto de ebulición menor) e séguese a súa pureza por medio do termómetro que nos medirá o punto de ebulición do destilado.

Nos colectores recóllese unha primeira fracción de impurezas (as chamadas cabezas), cando se estabiliza a temperatura recóllese o destilado de pureza e cando se remata a operación rexeitamos as chamadas colas.



(a) Montaxe dunha destilación simple e (b) Montaxe dunha destilación fraccionada

DESTILACIÓN FRACCIONADA. Cando a mestura está integrada por líquidos con puntos de ebulición moi próximos cómpre realizar unha destilación específica coñecida coma destilación fraccionada que emprega unhas columnas/refrixerantes especiais.

4.4 SEPARACIÓN DUNHA MESTURA CON SUBSTANCIAS SÓLIDAS EN LÍQUIDAS

A situación máis habitual no laboratorio é a obtención de mesturas complexas integradas por un ou máis sólidos en suspensión (algún deles) ou disolvidos nun ou máis líquidos. A separación dos compoñentes desta complexa mestura baséase no aspecto externo da mestura que é o resultado da natureza química dos compoñentes. As técnicas básicas de separación serán:

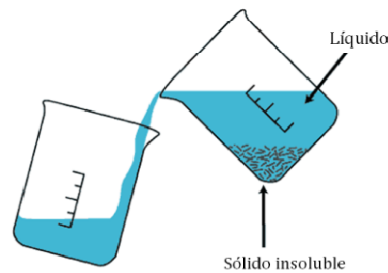
- mesturas onde claramente se ve un sólido no fondo (suspensión): decantación, filtración, secado.
- mesturas onde o sólido está perfectamente disolvido (disolución):
 - a. se o sólido é moi soluble no líquido e o que queremos é recuperar o disolvente: *destilación*.
 - b. se o sólido é soluble e non interesa recuperar o disolvente: *evaporación*.
 - c. se interesa recuperar o sólido e o líquido: extracción sólido-líquido e *destilación*.

De seguido imos ver polo miúdo todas estas técnicas que permiten separar unha suspensión integrada por un sólido e por un ou máis líquidos (que incluso pode ser unha disolución).

4.4.1 SEPARACIÓN POR DECANTACIÓN

Cando o sólido ou sólidos son moito máis densos cós líquidos vértese todo nun vaso de

precipitados de colo longo e déixase pousar uns minutos. A seguir decántase tal e como se indica na figura.



4.4.2 SEPARACIÓN POR FILTRACIÓN

Cando o sólido que se atopa na suspensión non é moi denso acódese á técnica de filtración. A filtración consiste en pasar a suspensión a través dun material máis ou menos poroso que reteña as partículas sólidas. O material poroso pode elixirse con distintos tamaños de poro, para que sexa axeitado ao tamaño das partículas de sólido que se queren reter, polo que haberá que elixir o poro axeitado para o noso precipitado. Cómpre lembrar que os precipitados soen aumentar o tamaño de gran cando se deixan repousar.

O material poroso máis barato e común no laboratorio é o filtro de papel (tanto o normal como o de diferente porosidade). Cómpre saber que tamén se empregan, en ocasións, placas filtrantes porosas.

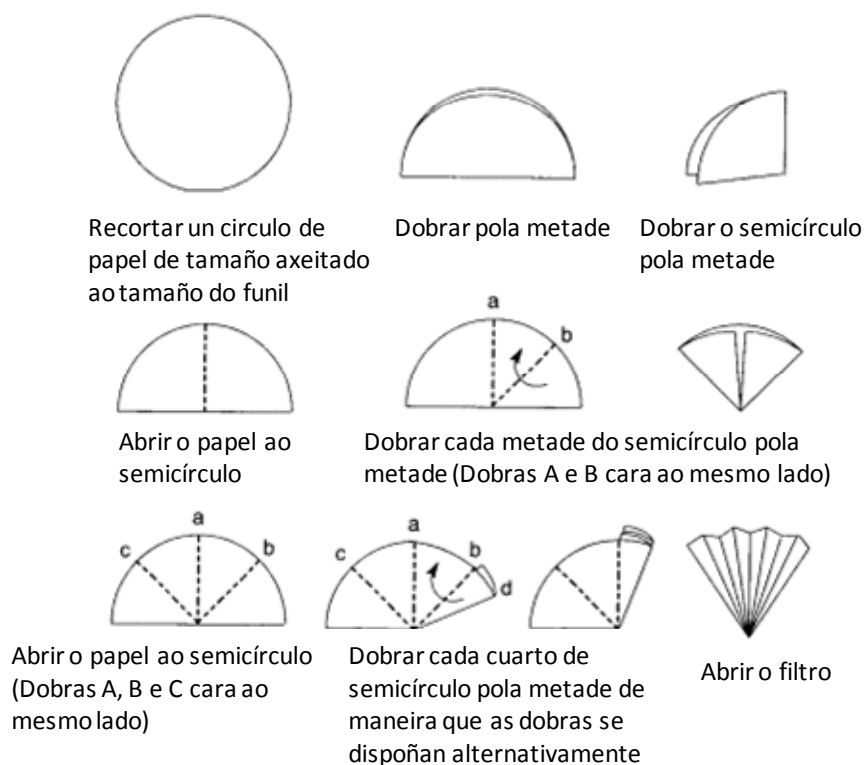
A filtración pode realizarse basicamente de dous xeitos diferentes, dando lugar ás dúas técnicas de filtración:

- A presión normal ou por gravidade.
- Ao baleiro dependendo de se existen diferenzas ou non de presión entre as dúas caras do material filtrante.

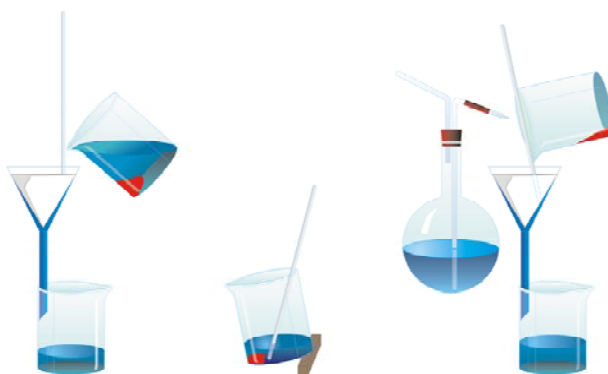
FILTRACIÓN POR GRAVIDADE

Baséase, como o seu nome indica, en facer pasar a suspensión a través do material filtrante impulsado fundamentalmente polo seu propio peso.

O papel de filtro (material filtrante máis empregado) escollerase, como xa dixemos, de tal xeito que a súa porosidade estea en consonancia co tamaño de partícula do precipitado e a súa colocación no funil faise segundo o seguinte esquema:



O funil co papel de filtro colócase nun soporte de xeito que o tubo estea en contacto coa parede do recipiente de recollida do filtrado (ou "augas nais"), e a continuación vaise vertendo, deixando esvarar pola vareta a suspensión ao funil.



Unha vez que se pasou todo o líquido, a parte sólida que permanece no recipiente inicial arrástrase ao filtro con axuda da vareta, e, finalmente, lavase con pequenas porcións de filtrado ou de disolvente puro que ao mesmo tempo actuará como líquido de lavado.

Debe coidarse moito que nas adicións de produto ao filtro, a disolución non supere nunca o bordo do papel pois neste caso pasaría líquido sen atravesar o papel de filtro e arrastraría ao filtrado partículas do precipitado.

FILTRACIÓN AO BALEIRO

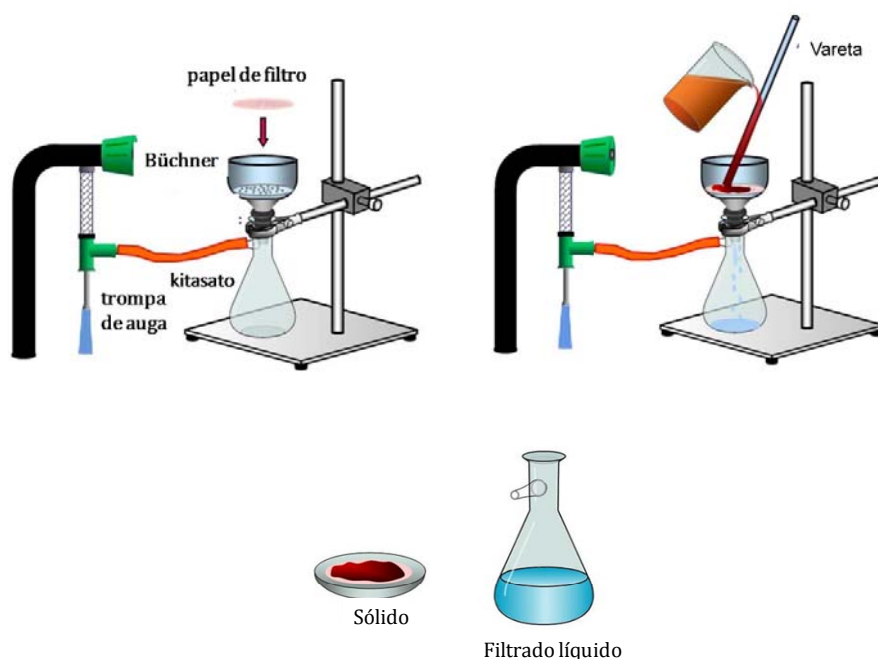
Baséase en producir unha diferenza de presións entre a superficie superior e a inferior do material filtrante, pola realización de baleiro sobre esta última. Con esta técnica conséguense unha maior velocidade de filtración.

Se se utiliza un funil Büchner (funil de porcelana esmaltada cunha placa interior con orificios, sobre a que descansa o papel de filtro), tomarase un círculo de papel de filtro de igual diámetro (non maior!) có interior do funil e situarase sobre a placa interior deste humedecendo logo con líquido de lavado para que a adherencia sexa total.

Tanto se se utiliza un Büchner como unha placa filtrante (neste caso o material poroso é a mesma placa) deben acoplarse a un kitasato, matraz similar ao erlenmeyer, cunha tubuladura lateral, e a este lígaselle o aparello produtor de baleiro (xeralmente unha trompa de auga).

Para o resto procédese de xeito similar ao descrito na filtración a presión normal.

Na filtración ao baleiro debe procurarse desconectar o kitasato do xerador de baleiro antes de pechar este, sobre todo cando se trata dunha trompa de auga, pois a diferenza de presións fará que a auga da trompa poida pasar ao kitasato.



4.4.3 SEPARACIÓN POR SECADO

Cando cómpre obter un composto sólido ben seco, elimínaselle o disolvente pola técnica de secado.

Moi habitualmente, se o disolvente é auga, sécase meténdoo nunha estufa a 100 °C ou deixándoo estar sobre un radiador. Todo dependerá da natureza do produto e de cal é a súa

temperatura de descomposición. Outras veces, os sólidos sécanse dentro dun desecador empregando axentes deshidratantes (P_4O_{10} , $MgSO_4$, H_2SO_4 , xel de sílice etc.).

Finalmente os sólidos que se obteñen de disolucións con disolventes volátiles pódense secar nunha liña de baleiro.

4.4.4 SEPARACIÓN POR DESTILACIÓN

Cando o sólido é moi soluble no líquido, e o que interesa é separar o líquido como produto principal, pódese empregar a técnica de destilación. Esta operación realízase como se explicou anteriormente (ver páx. 33).

4.4.5 SEPARACIÓN POR EVAPORACIÓN

Ás veces o interesante nunha reacción é o produto sólido que se obtén, pero atópase disolvido nun disolvente que non interesa recuperar. É o caso de moitos produtos obtidos en auga, onde son moi solubles. Neste caso a técnica de separación é a evaporación.

A disolución, nun vaso de precipitados ou nunha cápsula, quéntase ata a ebulición para que se evapore a auga e o precipitado empece a formarse. Cando xa se formou unha apreciable cantidade de composto, e antes de que chegue á segura, párase a evaporación e obtense o produto desexado por algunha das técnicas de filtración xa comentadas.

4.4.6 SEPARACIÓN POR EXTRACCIÓN SÓLIDO-LÍQUIDO

Cando queremos obter os dous compoñentes dunha disolución, ás veces é importante a extracción do sólido cun disolvente non miscible co da disolución orixinal e un coeficiente de reparto máis vantaxoso.

A disolución axítase co novo disolvente nun funil de decantación e cando se separan as fases, decántase. O disolvente integrante da disolución obtense puro á vez que se forma unha nova disolución co extracto, que se pode separar por destilación.

Máis adiante (páx. 48) faremos unha serie de experimentos para practicar esta operación de separación.