

OBSERVACIONES SOBRE LA OPERACIÓN DE FILTRACIÓN

por Carlos Eduardo Núñez

Texto libre y gratis para usos no lucrativos nombrando la fuente.

www.cenunez.com.ar

La filtración es una de las operaciones corrientes en el laboratorio y con cierta frecuencia no posee ninguna dificultad, principalmente cuando no requiere demasiada exigencia la calidad de la separación que con ella se realiza, y no existe limitaciones de tiempo en completarla. Sin embargo cuando se hacen análisis especiales ya sea por baja de tolerancia admitida en cuando al pasaje de partículas en suspensión, a la velocidad que se necesita en la operación o por el tipo o tamaño de partículas a filtrar, es común que se convierta en una tarea difícil y compleja.

Voy a hacer a continuación algunas observaciones propias de la práctica y del hecho de haber realizado a lo largo de los años muy diversos tipos de filtraciones, con diversos equipos y variadas sustancias. El objetivo es ayudar a quién no tiene experiencia en el laboratorio o la tiene de manera limitada.

FUNDAMENTO

Se podría definir la filtración como el pasaje de un fluido (en nuestro caso vamos a hablar solamente de líquidos) a través de un filtro para separar de él partículas sólidas que tiene en suspensión. Filtro sería un lecho o una lámina porosa que debería tener un tamaño de poro menor al diámetro de las partículas a retener. Al fluido a filtrar se le suele llamar 'suspensión', al filtro 'filtro' propiamente dicho, 'capa filtrante', 'lecho filtrante' o 'membrana'. Al líquido separado de las partículas 'filtrado' y al material sólido que queda sobre el filtro 'retenido' o 'residuo'.

Existen otras operaciones distintas de la filtración para sacar material sólido en suspensión de un líquido, como la decantación y una manera forzada de decantación que es la centrifugación. Se puede también separar un líquido de un sólido a través de la evaporación y posterior condensación del mismo.

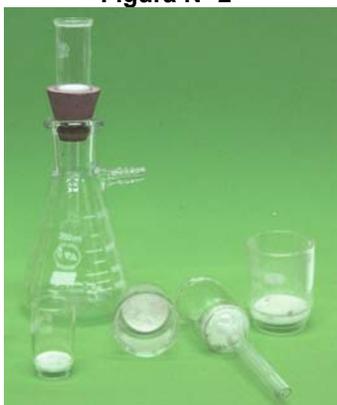
LA FORMA MÁS SENCILLA DE FILTRACIÓN

Como siempre se les dice a los operadores noveles la mejor operación de laboratorio no es la de mayor precisión y exactitud sino la más fácil que reúna los requisitos mínimos. Por lo tanto no hay que suponer que para cada filtración hay que armar todo un aparataje. La forma más sencilla de filtración y que sirve por lo menos la mitad de las veces es poner una torundita de algodón en el estrangulamiento de un embudo cualquiera y echar el líquido para filtrarlo. El embudo se sostiene con la mano o se soporta en un aro con nuez, según el tiempo que requiera la filtración. Esto sirve en el caso de que las partículas sean de considerable tamaño y, por supuesto, si no se quiere recuperar el sólido sino clarificar el líquido. Una segunda instancia es armar el tradicional como de papel de filtro, pero como el lector habrá visto en algún práctico de laboratorio nunca quedan bien ajustados y para el caso el algodoncito es mejor.

FILTRACIÓN CON VACÍO

Salvo para los casos indicados, la filtración en el laboratorio se hace comúnmente efectuando vacío en el drenaje del elemento filtrante, lo que aumenta enormemente la velocidad de filtración. El equipo corriente en el que se realiza la filtración con vacío se muestra en la figura N° 1. Consiste de un erlenmeyer reforzado con salida lateral que se llama 'kitasato' (A); Un embudo especial con una base plana para soportar papeles de filtros o membranas que se llama Büchner (B); un cono de goma para adaptar ambos elementos (C), y una manguera también especial que se conecta al elemento para hacer el vacío (D).

Figura N° 2



Kitasatos: Los frascos Kitasato tienen que ser necesariamente contruidos a propósito con paredes gruesas, porque si se adapta un erlenmeyer común adosándole una salida lateral el vacío producido los hace implotar, es decir explotar hacia adentro.

Embudos Büchner: Vienen de porcelana y de plástico. Los primeros no se percuden y resisten altas temperaturas pero son más pesados que los de plástico. Los diámetros más comunes son de 5, 10 y 15 cm.

Filtro de vidrio sinterizado: Otro tipo de filtro muy utilizado es el de vidrio sinterizado que consiste en un embudo de vidrio al que se le ha adosado una placa filtrante conformada por vidrio molido parcialmente fundido para que forme una unidad. En la Figura N° 2 se pueden ver varios modelos. Obsérvese que vienen con o sin vástago y de distintas capacidades. Hay además de cuatro porosidades; grueso. Mediano, fino y ultrafino.

Cono de goma para sello: Vienen también de varios tamaños aunque no es fácil conseguirlos. Se pueden confeccionar artesanalmente con goma cruda. Es imprescindible que el cono de goma esté en buen estado y que selle bien el ingreso de aire porque sino la filtración puede demorarse mucho e inclusive no producirse si no se forma el vacío necesario.

Manguera para vacío: La manguera para vacío es de paredes más gruesas porque las de paredes comunes se colapsan al hacerse vacío. Pueden utilizarse de goma o de plástico. Las de goma se consiguen en los negocios especializados y las de plástico en ferreterías, casas de repuestos del automotor o de mangueras industriales.

Figura N° 1

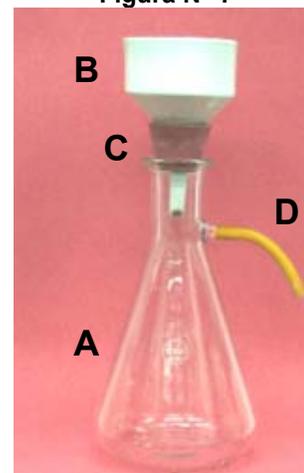
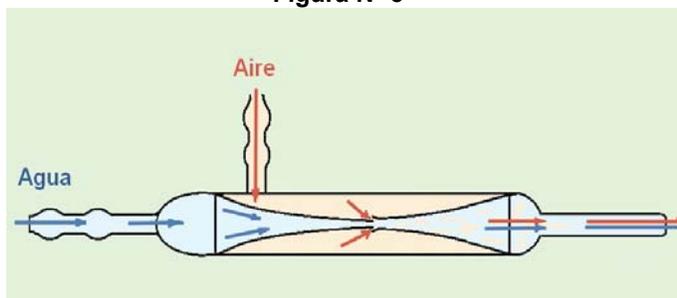


Figura N° 3



SISTEMAS DE VACÍO

Hay dos sistemas de producción de vacío utilizados en laboratorio; la troya y la bomba. Hará unos comentarios primero sobre la troya de vacío. Este es un elemento muy sencillo que se puede fabricar en un taller de vidrio como los que hay en algunas facultades o empresas, Figura N° 3. En el comercio hay de formas y calidades variadas.

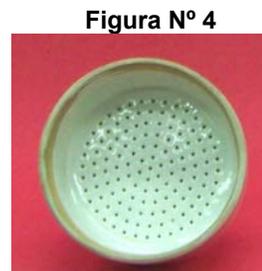
Consiste en un tubo casi estrangulado que penetra en otro similar puesto de manera invertida. Al hacer circular agua por ellos se produce un vacío que se utiliza por medio de una conexión lateral. La conexión de agua se conecta a una canilla. Además de la variable de la construcción de la troya, el mayor vacío es proporcional al caudal de agua que a su vez está condicionada por la presión de la cañería. En general el nivel de vacío producido alcanza para todos los usos corrientes de filtración de laboratorio. El principal inconveniente de la troya de vacío es el consumo de agua, que si no hay una instalación especial es agua potable. Se puede estimar el consumo en 400 L/hora, y una filtra-

ción corriente puede durar quince o veinte minutos. La limitación de la trompa de vacío es el caudal de gases que puede extraer, por ello si hace falta más capacidad necesariamente habrá que utilizar una bomba de vacío. Las bombas corrientes para filtraciones de mesada son bombas de desplazamiento positivo, ya sea de émbolo o de diafragma.

DATOS PRÁCTICOS SOBRE LOS DIVERSOS ELEMENTOS DE LA FILTRACIÓN

Embudo Büchner

Dado que este elemento, particularmente los de porcelana son voluminosos y pesados, Figura N° 4, es necesario adecuarlo a un kitasato del tamaño necesario para que el centro de gravedad se encuentre lo más bajo posible. De no hacerlo, y ayudado por la palanca que suele hacer la manguera que es rígida, es fácil que el equipo se vuelque. Los de plástico son ventajosas desde este punto de vista por su menor peso. Otra ventaja de éste último elemento se que se fabrican en dos piezas, de esta manera el falso fondo cribado se separa del embudo propiamente dicho, para su mejor limpieza.



Los de porcelana de una sola pieza son de uso general y vienen de varios tipos. Al adquirirlos se debe observar que la superficie cribada, donde se va a apoyar el papel de filtro, sea bien plana; ni cóncava ni convexa y sin rugosidades, para que el papel se adhiera perfectamente y haga un buen cierre. Tienen la ventaja sobre los de plástico de ser resistentes a la temperatura, al uso prolongado de sustancias que atacan al plástico como los solventes clorados, y a la abrasión mecánica.

Si se desean efectuar filtraciones en caliente, técnica imprescindible en la purificación de sustancias por cristalización, hay un modelo que posee camisa con accesorios para conectar circulación de agua caliente o vapor. En el caso de utilizar los de una sola pieza y haber trabajado con sustancias insolubles en agua, la única forma segura de limpiarlos internamente, es por inmersión en el solvente adecuado hasta que el nivel pase de la superficie cribada.

No es conveniente usar estos embudos Cuando la cantidad de sólido es muy pequeña en trabajos cuantitativos. En general no son conveniente para trabajos cuantitativos de precisión, porque es frecuente que algo de sólido pase al filtrado y porque el papel filtrante modifica su peso con la humedad y el uso. Puesto que son muy pesados tampoco se pueden pesar conjuntamente con el papel y el precipitado. Para ello son mucho mejores los filtros de vidrio sinterizado.

Papel de filtro para usar en el embudo Büchner

Es común que el operador con poca experiencia use los papeles de filtro de forma circular que se adquieren ya cortados y en cajitas, pero eso en general no es necesario y a veces inconveniente. Dichos papeles son muy costosos porque generalmente son para usos analíticos o específicos, y se deberían utilizar para este tipos de trabajos solamente. Por otro lado con frecuencia sus diámetros no coinciden con el del embudo. Normalmente se utiliza papel cualitativo en pliegos que se cortan a medida. Para ello es conveniente hacerse una plantilla de cartón u otro material conveniente para cada tipo de embudo que haya en el laboratorio. Si el diámetro a usar es pequeño es mejor hacer un sacabocado de metal al que se le afila una de las puntas y de esa manera se pueden elaborar muchos filtros redondos de una sola vez.

En casos en que la filtración sea sencilla, se utilice solamente el filtrado, y el papel pueda ser limpiado fácilmente, se puede volver a utilizar el mismo papel de filtro varias veces. Para ello hay que sacarlo y lavarlo con cuidado bajo chorro de agua, pudiendo colocarse otra vez, o dejarse a que se seque para otra oportunidad. El momento para descartarlo se evidencia por la dificultad que presenta a una nueva filtración. Personalmente suelo tener dos o tres unidades recuperadas que utilizo muchas veces, me ahorra tiempo y recursos.

Características de los papeles de filtro de marcas: Existen dos marcas de papeles de filtro de mucha historia y renombre; Whatman y Schleicher y Shüll (S&, S), aunque no son los únicos. Estos

papeles vienen de muchas calidades y tamaños. Se pueden encontrar datos técnicos en la siguiente dirección URL: Se dan también algunas características de los Whatman.
<http://www.whatman.com/products/?pageID=7.25.5>.

Whatman: Vienen con tres tamaños de poros distintos. Los terminados en 1 son de poros grandes, denominados también 'rápidos', y tienen tamaños de poro entre 4,7 y 4,6 micras. Los terminados en 0 son de poros medianos, llamados 'normales', de 1,6 a 1,2 micras. Los terminados en 2 son de poros chicos, llamados 'lentos', de 0,5 a 0,1 micras. Una lista completa de todos los papeles de filtro de esta empresa se halla en

Nota importante: Hay que recordar que el papel de filtro es prácticamente celulosa pura que se degrada rápidamente con los ácidos fuerte y se hincha con los álcalis cerrando completamente los poros.

Filtros de vidrio sinterizado

Construcción: El filtro de vidrio sinterizado consta de cuatro partes, que están separadas antes de la construcción; un cilindro que va a hacer de reservorio del líquido a filtrar; un cono de unión entre el cilindro y el vástago, cuyo diámetro mayor es igual al del cilindro; un vástago de tubo más fino y la placa de vidrio poroso o "sinter", que se pueden adquirir por separado.

El punto crítico en su construcción, es el soldado del cono al cilindro, en el mismo lugar que el sinter. Particularmente la placa de sinter debe estar soldada de tal manera que la superficie perimetral se funda a la pared del cilindro, pero no en el resto de la superficie que es la de filtración.

Esto es difícil de realizar en los talleres de vidrio de las instituciones, y aún en los de los fabricantes, por lo que se debe observar con detenimiento al comprarlos. Los dos defectos más corrientes son que el sinter esté poco adherido y se despegue al calentar, o que tengan intersticios en la soldadura, lo que los hace inútiles como filtros. En general los productos fabricados en los últimos años de marcas reconocidas han solucionado estos problemas. Se consiguen de dos tipos: con o sin vástago, Figura N° 2. De ser posible hay que elegir en todos los casos los que poseen vástago, para que el líquido filtrado caiga al fondo del kitasato y no se escurra por el la conexión lateral al sistema de vacío. Por otro lado la existencia de una columna de líquido favorece la filtración.

Tamaño de poro: Las marcas corrientes vienen con poros de cuatro diámetros, denominados "grueso", "medio", "fino" y "ultrafino". No es siempre fácil saber a simple vista a cual de ellos corresponde un determinado filtro, porque algunas marcas no lo colocan en el exterior y, en el caso de que lo hagan, utilizan letras de códigos de sus países de origen que no siempre están estandarizados y se prestan a confusión. La manera más adecuada de saberlo es por medio de observaciones empíricas o por la prueba directa, aunque cuando se tiene cierta experiencia la observación visual de la placa porosa es suficiente. Si se filtra agua se puede observar que el "grueso" permite el paso de un rosario rápido de gotas que puede llegar a ser un chorro continuo. El "medio" deja pasar gotas a una velocidad de una cada segundo o cada dos segundos. En el "fino" se necesita esperar un lapso considerable para que comience a escurrir el agua, y luego cada gota tarda 10 o 20 segundos. Por último el "ultrafino" prácticamente no permite el paso del agua a presión atmosférica. Rugosidad de la superficie del sinter: Pasando un dedo por la superficie de la placa porosa se observa que la del "grueso" es muy áspera, la del "medio" deja notar su rugosidad y los de los "finos" y "ultrafino" son totalmente lisos.

Limpieza: La ventaja principal de los filtros de vidrio sinterizado es que, salvo el ácido fluorhídrico y los álcalis concentrados calientes, pueden ser utilizados con cualquier tipo de sustancias. Por ello los agentes limpiantes a utilizar pueden ser variados dependiendo de la suciedad que posean. (Se aconseja consultar el tema "Limpieza del material de vidrio").

Daremos aquí un solo consejo: si bien la mezcla sulfocrómica es el limpiador común, es importante asegurarse que la sustancia que obstruye la capa de sinter no se carbonice con ella formando una costra de remoción casi imposible. Ello sucede con algunos polímeros tanto naturales como sintético y con otras sustancias de carácter variado. En general es conveniente antes de agregar cualquier re-

activo de limpieza, extraer la mayor cantidad del depósito por medios mecánicos como una esponjita de gomaespuma mojada en detergente.

En ninguna circunstancia debe utilizarse medios abrasivos para extraer el depósito retenido sobre la placa porosa, porque la misma se erosiona fácilmente disminuyendo su grosor con facilidad. Ello es particularmente importante para los tamaños grueso y medio de poro.

Frascos kitasato

El frasco kitasato normal es de paredes gruesas para soportar la presión exterior cuando se hace el vacío, pero también por la estabilidad, puesto que, como ya se dijera, los embudos pesados y el tubo de goma tienden a hacerlo caer.

Se pueden hacer, en caso de no contar con los kitasatos originales, adosando una salida lateral en el cuello a un erlenmeyer de paredes resistentes, pero en ese caso debe ser ajustado a un soporte con una pinza para que no se vuelque. Este elemento hecho con erlenmeyer de paredes finas solamente sirve para trabajos de bajo vacío, porque sino el frasco implota.

Equipo de producción de vacío

Trompa de vacío o trompa de agua (Figuras N^{os} 3 y 5): Es el equipo más corriente y versátil de uso en laboratorio, que no tiene partes móviles, ni mecanismos, ni sensores, ni lubricante ni nada. Como se les suele decir a los alumnos la mejor tecnología es la más sencilla que presta el servicio que se requiere, y la trompa lo hace en muchos casos.

Se consiguen trompas de vacío de varias calidades. Las hay de metal, de vidrio y de plástico. Puesto que estos equipos duran muchos años y no tienen mantenimiento, conviene comprar la que asegure un vacío mejor. Con la trompa se pueden alcanzar los 50 – 100 mm de mercurio, vacío que es suficiente para la mayoría de los trabajos.

Bombas de vacío: En el caso de que se necesite mayor potencia o cuando no hay una línea de agua con la presión suficiente se utilizan las bombas de vacío. Si bien hay diversos tipos de estos equipos, las que se utilizan en la mesada para filtración son generalmente bombas de desplazamiento positivo de dos tipos; la más común de émbolo, y las de diafragma. La de émbolo se fundamenta en un pistón que va y viene por un cilindro y por medio de válvulas se consigue que el aire que se saca no vuelva al circuito sino que salga del sistema. Este mecanismo requiere aceite para sello y lubricación, y este se va yendo en forma de aerosol con el aire que sale por lo que hay que reponerlo con cierta frecuencia. También es importante que al apagar se quite el vacío porque sino el aceite retrocede a los equipos de laboratorio. La bomba de diafragma tiene ese elemento elástico que se mueve de manera periódica y funciona de forma similar a la de émbolo para extraer el aire. La diferencia es que no utiliza aceite por lo que es mucho más limpio para trabajar en laboratorio. El aceite en el laboratorio es un gran enemigo que hay que tratar de tenerlo lejos. Son además menos pesadas y voluminosas que las de émbolo, por lo que se consiguen portátiles para llevar a cualquier lugar de la mesada. La desventaja que poseen es que son de menor caudal, y el vacío que producen es algo menor.

Recomendaciones: En el caso de las trompas de vacío, hay que tener en cuenta que si se cierra la canilla con el equipo en vacío, el agua de la trompa va a pasar al equipo de filtración por rechupe, y de esa manera va a inutilizar el trabajo si lo que tiene valor es el filtrado. Y aunque este no sea el caso va a haber que sacar el kitasato para volcar el agua que entró. Por ello se recomienda desconectar la manguera de vacío y mejor todavía usar una valvulita adosada a la misma. Ésta última opción tiene la ventaja de que se puede regular el vacío sin modificar el caudal de agua.

Figura N^o 5



En el caso de las bombas de vacío hay que acordarse, una vez terminada la filtración, de eliminar el vacío del equipo, porque sino el aceite rechupa hasta los elementos de vidrio, además de perderse lubricante de la bomba.

Tanto en uno como en otro sistema de vacío es casi imprescindible colocar un frasco de seguridad entre los elementos donde se realiza la filtración y el equipo de vacío. De esta manera ni el aceite ni el agua van a llegar al kitasato.

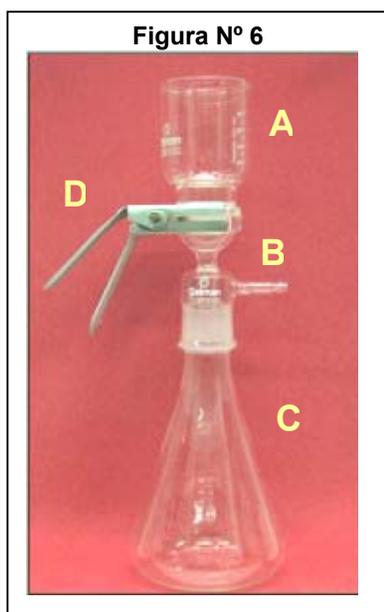
Conos de goma para sello

Los conos de goma son elementos que tienen exteriormente la forma de los tapones comunes, e interiormente están perforados también de forma cónica de manera de mantener constante el espesor de la pared. Por su forma no pueden realizarse con tapones perforados con los sacabocados convencionales, puesto que éstos producen perforaciones cilíndricas.

Éstos elementos son esenciales para la filtración con vacío, puesto que los embudos terminan en conos de metal o de porcelana que generalmente no pueden adaptarse a los tapones perforados corrientes. No siempre es fácil conseguirlos. Una manera casera de solucionar su falta, es confeccionándolos con goma cruda. (Ver tema correspondiente).

FILTRACIÓN CON MEMBRANAS

En las últimas décadas se ha extendido el uso de membranas de filtración que pueden ser de diversos materiales como polímeros naturales y sintéticos, lana de vidrio, etc. Las membranas, que vienen en forma de discos de tamaños menores que los papeles de filtro, son una sofisticación de



los típicos filtros de papel. Un tipo de ellas, el de celulosa, no es nada más que eso. Se distinguen porque cumplen requisitos más estrictos que los papeles de filtro comunes, particularmente en cuanto al tamaño de los poros se refiere. Para filtrar con membrana no se necesita un embudo Büchner, aunque puede usarse. Viene conjuntamente con ellas unos equipos de filtración al vacío de vidrio borosilicato como el que se ve en la Figura N° 6. Obviamente este tipo de equipos son más sensibles que los corrientes y sirven para trabajos analíticos. 'A' es un cilindro sin base para contener el líquido a filtrar, 'B' es una pieza que tiene arriba una superficie lisa de vidrio sinterizado, en el centro una salida lateral y abajo un esmerilado hembra que calza en el esmerilado macho del kitasato 'C'. 'D' es una pinza para sostener unidad las piezas 'A' y 'B'. La membrana se coloca sobre la placa de vidrio sinterizado antes de colocar el cilindro de arriba. La conveniencia de este tipo de equipos que son muy costosos es discutible. Tienen la gran ventaja de que todo el precipitado queda en la membrana que levantando la pieza 'A' se puede extraer y pesar sin tener que hacerlo con todo el filtro como en el caso de los de vidrio sinterizado. Pero por otro lado, como se separa el cilindro hay que asegurarse que no quede precipitado adherido

a sus paredes, cosa que no siempre es fácil de hacer.

Las membranas vienen con una tara que en el caso de las de vidrio y poliamida son constantes entre unidades. Con respecto a su recuperación tengo experiencia con las de vidrio que colocadas en mezcla sulfocrómica y lavadas convenientemente se pueden usar muchas veces.

Versión de agosto de 2007

