

UF 3. Separació de mescles de substàncies (20h)

Miquel Benaijes Mas
MP7» Operacions Bàsiques del Laboratori
Tècnic Auxiliar de farmàcia i parafarmàcia

Índex

1. NF1 → Tècniques mecàniques de separació
2. NF2 → Tècniques disfuncionals de separació



Tècniques de separació

Què és? → tècnica per la qual podem obtenir tots o alguns dels components d'una mescla

Quines tècniques existeixen?

- Mecàniques → Separació gràcies a les diferències físiques dels components d'una mescla, mitjançant el tamany de les partícules, la densitat o la forma
 - Ex → Decantació o centrifugació
- Difusionals → Separació dels components gràcies a la major difusió d'un dels components des d'una fase o altre....
 - Ex → evaporació o cristallització

Com saber quina tècnica és millor?

- Segons el tipus de mescla
- L'estat d'agregació de la mescla
- Propietats de tots els components
- Resultat que busquem

Preparació d'una mescla

No totes les mescles es separen igual, algunes a vegades necessiten pretractaments. Tot dependrà dels resultats que es vulguin obtenir. El més habitual són:

- Concentració o dilució → De mescles líquides
- Polvorització de mescles sòlides → Reduir tamany de les partícules i així trencar els agregats
- Canvi de l'estat d'agregació → Fer una dissolució o suspensió a partir d'una mescla sòlida o retirar-ne el dissolvent per aconseguir una mescla sòlida
- Purificació de la mescla → separar les impureses més grolleres (repetir el procés 2-3 cops)

A continuació, veurem les diferents tècniques mecàniques més utilitzades

Tamisatge

Què és? → mètode mecànic on es separen mescles heterogènies de tipus sòlid-sòlid en funció de la grandària de les seves partícules

- Resultat del tamisatge: Fracció fina (passa per la malla) + Fracció gruixuda (queden retingudes)

Tamisos → Dispositius formats per malles amb orificis de grandària coneguda, subjectats amb un bastidor

Característiques:

- Llum (L) → Espai que queda entre dos fils
- Diàmetre (D) → Diàmetre dels fils de la malla
- Obertura de malla (M) → Suma de tots els elements ($M = L + D$)



Els tamisos més utilitzats a la farmàcia són circulars

Tamisatge

Com s'utilitzen?

1. Seleccionar tamís adequat
2. Col·locar el tamí sobre un paper de filtre o recipient adequat. (potser el tamís ja té incorporada una base)
3. Col·locar la mescla sobre la malla
4. Amb una espàtula fem passar la pols pel tamís, separen les partícules petites de les més grolleres (aquest procés po ser automatitzat per màquines)



Tipus de tamisatges:

- Tamisatge amb un sol tamís → Separar mescla en dos fraccions (P/G)
 - Ex: tamisar la farina
- Tamisatge fraccionat → Diferents tamisos classifiquen les diferents fraccions
 - Ex: anàlisis granulomètriques

Filtració

Què és? → Mètode mecànic de separació de mescles heterogènies sòlid-líquid (suspensions) en funció de la grandària de les partícules, en altres paraules fer passar una suspensió per un filtre (medi porós) mitjançant la gravetat

El resultat d'una filtració són: Filtrat (fase líquida) + Residu (fase sòlida que queda retinguda)

Filtres → Dispositiu de material porós a través del qual es fa passar un líquid, és a dir, alliberar-los dels materials que porta en suspensió o en altres paraules aclarir-lo

- Filtres de paper → Molts tipus però tots de paper.
- Filtres de membrana → Forma de disc i diferents tamanys de porus. Pot passar el líquid però no els microorganismes
 - Ex: solucions esterilitzades
- Filtres de vidre molt o plaques filtrants → plaques de vidre molt, tamisat i aglomerat dins un gresol o un embut filtrant

Filtració

1. Filtres per gravetat:

- Preparar materials
- Abocar el líquid a l'embut
- Recollir el producte

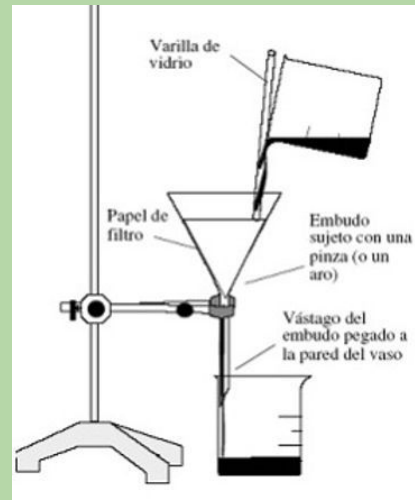
2. Filtració per buit:

- Preparar materials
- Abocar líquid a l'embut
- Conectar la bomba per fer succió
- Recollir el residu

3. Filtració esterilitzant:

Filtració per eliminar microorganismes dels líquids sensibles a la calor

També caldrà esterilitzar tots els components del procés



Decantació

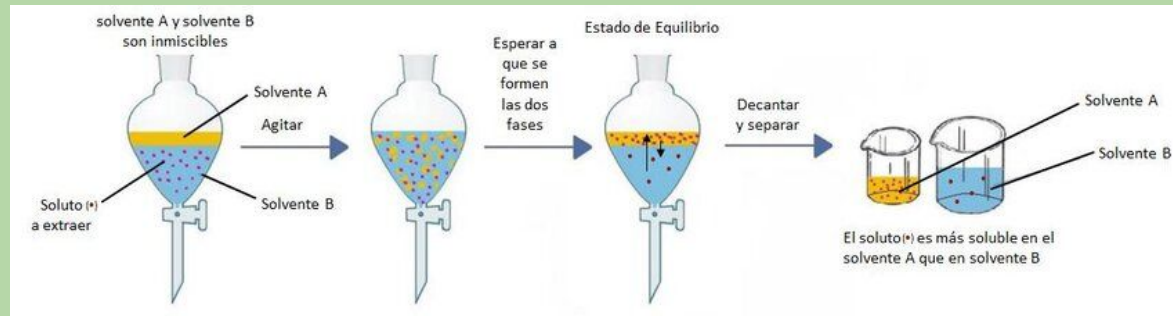
Què és? → Mètode mecànic de separació de mescles heterogènies de tipus sòlid-líquid (suspensions) o líquid-líquid (emulsions) en funció de la densitat dels components que les formen, gràcies a l'acció de la gravetat

- Aprofitem que cada fase de la mescla té la seva pròpia densitat
- Interfície → línia de separació entre dues fases

★ Decantació d'emulsions: Sòlid-sòlid

Instrument necessari per aquest procés → Embut de decantació

Procés:



Decantació

- ★ Decantació de suspensions: Sòlid-líquid
 - També conegut amb el nom de clarificació o sedimentació
 - Procés molt lent
 - Ex: tractament d'aigües o elaboració de vins
 - A les farmàcies deixem reposar les mescles per obtenir líquids lliures de partícules en suspensió



Centrifugació

Què és? → Mètode mecànic de separació de mescles heterogènies sòlid-líquid (suspensions) en funció de la densitat dels components, gràcies a la força centrífuga, en altres paraules separar però fer-ho més ràpid i efectiu que amb la gravetat

Parts d'una centrifugació:

- **Precipitat o pellet** → component de major densitat i sedimenta en el fons
- **Sobrenedant** → Component de major densitat i queda a la part superior

Tots dos elements són recuperables si ens interessa

Centrifugadores → aparells elèctrics, on una base que conté les mostres dona voltes de forma ràpida i així generar una força centrífuga, útil per la separació de components

Conceptes importants d'una centrifugació:

- **Temps de centrifugació** (dependrà de la mescla)
- **Velocitat de gir** → 3.000-5.000 rpm
- **Temperatura** → alguns poden controlar-la

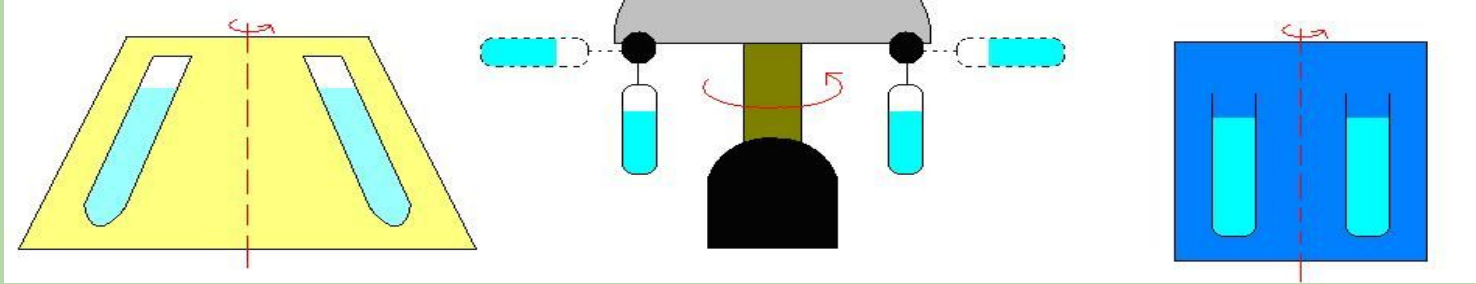
Com funciona una centrifugadora? → <https://www.youtube.com/watch?v=1Hf0cQLoOdE>



Centrifugació

Tipus de centrifugadores:

- Segons velocitat de centrifugació
 - C. de baixa velocitat o de sobretaula → 4000-15000 rpm i sense sistema de refrigeració
 - Ex: Separació de suspensions de partícules grans
 - C. de alta velocitat → 18000-25000 rpm i refrigerades
 - Ex: Separació de suspensions de partícules molt petites
 - Ultracentrifugadores → >50000 rpm amb sistemes de buit i refrigeració
 - Ex: estructures subcel·lulars



- Segons el tipus de rotor
 - Angular o angle fix → Sempre el mateix angle, el més dens anirà abaix i al lateral
 - Flotant o basculant → Els tubs es posen a 90°, el més dens anirà cap al fons del tub
 - Vertical → tubs dipositats en vertical i el component més dens es diposita en el lateral

2. NF2 » Tècniques difusionals de separació

Consisteix en separar components d'una mostra X, gràcies a la difusió dels seus components quan hi ha un intercanvi de fase, en altres paraules són tècniques que permeten la separació de components quan la mostra canvia d'estat (sòlid-líquid-gas-etc)

exemples:

- Separar l'aigua de determinades mostres per deixar només els components sòlids i augmentar la conservació del producte
- Separar part del dissolvent d'una mostra per augmentar la seva concentració

Els dos casos fem servir l'evaporació, però tenim altres mètodes com:

- Dessecació i evaporació
- Cristal·lització
- Extracció de dissolvents
- Destil·lació
- Adsorció i absorció

Per aconseguir retirar els líquids de qualsevol mostra, tindrem en compte:

- Temperatura ambiental → Temperatura alta (líquid → gas de forma ràpida)
- Humitat ambiental → Menys humitat, major velocitat d'evaporació
- Pressió Ambiental → Menys pressió, major velocitat d'evaporació (per sota de 100°C)
- Circulació de l'aire → Aguditza l'evaporació
- Superfície del producte → Major índex d'exposició,, equival a major evaporació (la polvorització ajuda molt)

Dessecació (Subs. sòlides)

Què és? → Separar un líquid d'un sòlid, sense procediments mecànics

Objectius:

- Millorar la conservació de productes sòlids → Evitar el creixement de microbiota i els processos de degradació
- Facilitar altres operacions → L'humitat pot produir problemes en determinades operacions (si parlem amb productes polvoritzats)
- Facilitar l'emmagatzematge i transport de productes → Reducció de massa i volum → menys risc de contaminació (bacteris i fongs)

Processos de dessecació (quantitats petites)

1. Polvoritzar les mostres → Incrementar la seva superfície
2. Estendre la mostra sobre un paper de filtre (capa molt fina)
3. Evaporació de forma natural

Dessecació: Estufes de dessecació

Utilitzades per eliminar la humitat de diferents substàncies

1. Polvoritzar → Reduir el tamany de les partícules
2. Estendre la mostra en un recipient → Capa fina
3. Introduir el recipient en l'estufa i programes la temperatura
 - 105-110°C → Majoria de processos
 - Hi ha altres a 200°C o 300°C
 - Productes termolàbils → 60°C + buit (disminuir la pressió ambiental)
4. Finalitza → Sòlid manté una massa constant i estable
 - Ja no pot perdre més líquid, pesem la mostra repetides vegades per demostrar-ho



Dessecació: Dessecadors

Què és? → Recipient de vidre amb tapa que té una reixeta en el seu interior on hi ha un agent dessecador que absorbeix la humitat ambiental

- L'agent dessecant funciona millor sense aportació externa d'humitat
- La tapa tanca hermeticament
- Agent dessecant → silice o silica de gel → Canvia de color segons la humitat adquirida i és reaprofitable si la deshidratem amb calor

3 funcions:

- Assecar petites quantitats de producte
- Conservar substàncies higroscòpiques → Subs. que capten humitat de l'ambient
- Refredar productes dessecats en una estufa de dessecació → Evitar captar humitat

IMPORTANT → El dessecador ha d'estar en bones condicions, sinó no funcionarà

Dessecació: Dessecadors

Com funciona:

1. Introduir mostres calentes de l'estufa a la reixeta del dessecador. Manipular tot amb pinces (evitar cremar-nos)
2. Si el dessecador te clau, obrir-la abans de destapa el dessecador. El dessecador s'agafa pel coll, no per la clau
3. Esperar un minut que la cambra d'aire s'escalfi, després podem tancar la clau, abans no per evitar les expansions degudes a les dilatacions per calor
4. Al passar un minut i tancar la clau aconseguim el vidre es contrau creant un buit relatiu que crea un segellat natural que evita que entri aire i humitat de l'exterior
5. Per treure mostres de dintre recordeu que sempre obrir la clau de pas primer i després lliscar la tapa amb molta cura



Dessecació: Liofilització

Què és? → Dessecació a baixa temperatura més buit

Mètode molt utilitzat en biologia / alimentació / farmàcia

Farmàcia →

La liofilització → 2 fases

- Congelació → Molt ràpida i a molt baixa temperatura → Volem congelar l'aigua de dintre
- Sublimació → Passar de solid a gas directament sense passar per l'estat líquid
 - Això és possible gràcies a màquines de buit que treballen a temperatures sota 0, extraient l'aigua solidificada
 - El vapor d'aigua resultant s'extreu gràcies a un condensador

La liofilització pot:

- Conservar moltes propietats del producte original
- Evitar possibles alteracions o contaminacions
- Conservació durant grans períodes de temps a temperatura ambient
- Cal realitzar una hidratació prèvia per una reconstrucció ràpida i íntegra del producte original, altres també es poden consumir directament



Evaporació (Subs. líquides)

Què és? → És una operació de concentració d'una dissolució o d'una suspensió mitjançant la conversió en vapor de part del dissolvent

- L'evaporació consisteix en treure la humitat → Augment de la concentració de solut
- Molt utilitzada en la indústria alimentària → preparació de concentrats de sucres o sopes o inclús derivats de la llet
- Hi ha moltes màquines per fer evaporacions com els cristallitzadors o els rotoevaporadors

Evaporació: Cristal·litzadors

Recipients poc fondos amb molta superfície

- Evaporació de forma natural a temperatura ambiental fins que la substància cristal·litzi
- Temperatura molt baixa → procés molt lent
- Humitat ambiental alta → procés molt lent
- Podem accelerar el procés amb banys termostàtics sempre i quan no siguin substàncies termolàbils o susceptibles de generar vapor tòxics o inflamables



Cristal·lització

Que és? → tècnica de purificació de substàncies sòlides basada en la diferencia de solubilitat que presenten els compostos varia segons el dissolvent o la temperatura

Procés de cristal·lització →



Com escollir un bon dissolvent per cristal·litzar?

- La solubilitat del solut en ell → S. a molt altes temperatures → T. ambient (S. baixa)
- La facilitat d'eliminació després de la cristal·lització → Dissolvent de facil retirada
- El comportament en la dissolució i en la cristal·lització → El dissolvent no reacciona ni cristal·litza a la mateixa temperatura que el solut
- La seguretat → Mirar la toxicitat dels possibles vapors produïts o inclús si es o no inflamable

Evaporació: Rotoevaporadors

Evaporació a baixes temperatures gràcies a la reducció de pressió → Ideal per a productes termolàbils

Parts del rotoevaporador:

- Bany termostàtic d'aigua
- Suport → Colocar un matràs aforat (adequat) → Es submergeix en el bany
- Refrigerant → Recollir els vapors que es produeixen → L'aigua utilitzada va directa al desguàs mitjançant un sistema de tubs
- Matràs de recollida → Del líquid condensat
- Bomba de buit controlada per una clau



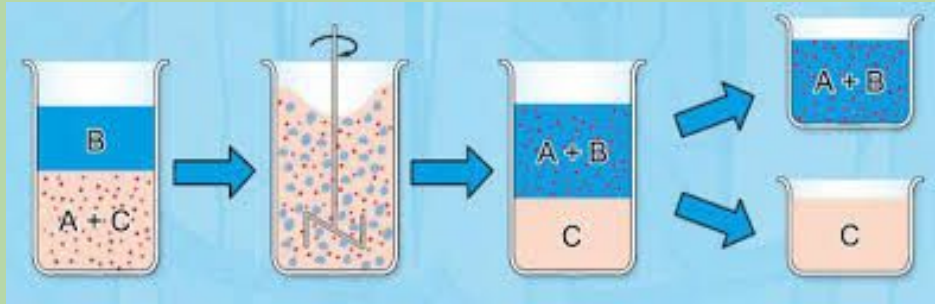
Procediment dels Rotoevaporadors

1. Preparar bany termostàtic → 35-40°C
2. Posar solució en el matràs rodó → No omplir-lo del tot (menys de $\frac{3}{4}$ parts)
3. Obrir el sistema de buit i aigua → Que comenci a circular per dintre l'aparell
4. Acoplar el matràs al rotor i subjectar-lo per evitar accidents. Al moment també girem la clau de pas per reduir la pressió
5. Activa rotor → Generació de moviment per generar major superfície i així evaporar més ràpid
6. baixar el braç fins que el matràs toqui la solució per ajudar a evaporar i després recollir-lo en el matràs de recollida
7. Quan ja no hi ha condensació, apaguem el bany i pugem el braç → Esperar a que es refredi el matràs d'origen per poder treure el buit i parar el rotor
8. Quan el matràs està fred, ho apaguem tot i obrim la clau de pas → Retirar matràs (de forma suau i amb classe)
9. Tancar la clau d'aigua i desconectar la bomba de buit

Extracció amb dissolvents: E. líquid-líquid

Que és? → Tècnica de separació en mescles sòlides o líquides, gràcies a la diferencia de solubilitat dels components de la mescla en un dissolvent adequat

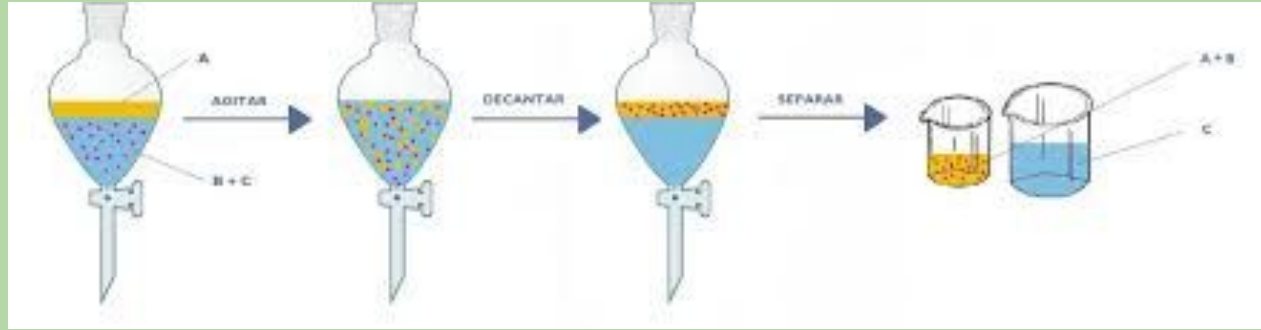
1. Extraccions líquid-líquid → Separar el solut d'un dissolvent gràcies a un segon dissolvent



Com escollir el 2n dissolvent (adequat)?

- Immiscible amb el primer dissolvent → MAI s'ajuntaran mai i tot i mesclar-los
- El solut que es vol extreure, ha de ser més soluble en el 2n dissolvent que en el 1r
- Els altres components no han de ser solubles en el 2n dissolvent
- Ha de ser prou volàtil perquè puguem separar-lo fàcilment de la substància extreta

Extraccions amb dissolvents 2: E. líquid-líquid



Procediment:

1. Introduir la dissolució original en un embut i després posar el 2n dissolvent (d'extracció) i ho agitem degudament perquè així entrin en contacte tots els compostos → La mescla resultant és una emulsió
2. Deixar reposar fins que estiguin ben definida la interfície
3. Separar les fases (que conté la substància)
 - a. Si es la F. inferior → obrir la clau de l'embut i recollir
 - b. Si és la F. Superior → mateix procés però recolectant per separat les dues fases
4. Retirar el solut del 2n dissolvent → Evaporació o destil·lació

Extraccions de dissolvents 3: E. sòlid-líquid

2. Extraccions sòlid-líquid → Extracció mitjançant amb dissolvent de productes sòlids → solen tenir origen vegetal o animal

Tipus d'E. sòlid-líquid:

Maceració

Submergir un sòlid trossejat en dissolvent durant un llarg període
La substància que volem extreure es difon cap al dissolvent.
Procés molt lent i incomplet ja que sempre arribem al punt d'equilibri on la difusió s'atura

Percolació

Extracció progressiva i completa de la substància d'interès en el sòlid
El sòlid ha d'estar polvoritzat, humitejat amb dissolvent i deixat en el percolador
Procés molt lent → 20 gotes per min

Infusió i decocció

Extraccions realitzades amb dissolvent + alta temperatura (No 100% efectiva)

- I → Temperatura d'ebullició un instant + sòlid trossejat o en pols
- D → Mesclar el sòlid amb el dissolvent i portar a ebullició un període variable de temps

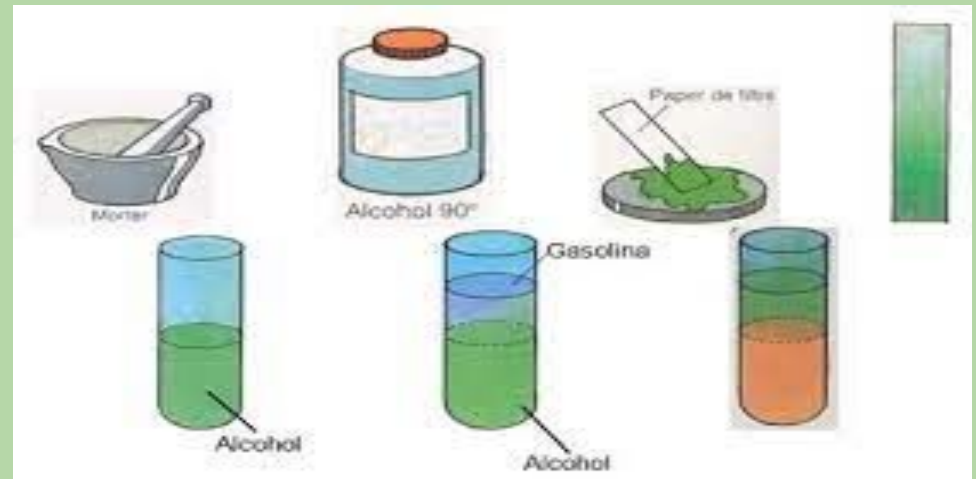
Ús limitat → Subs. resultant tenen mala conservació i s'han d'utilitzar in situ

Extraccions de dissolvents 4 ➤ Extractes

Que són? → Preparacions extractives sotmeses a algun procés de concentració per reduir la quantitat de dissolvent i així augmentar-ne la seva concentració

Com es fan?

1. Extracció L-L o S-L
2. Concentració per eliminar la part del dissolvent extreta mitjançant evaporació, aplicant calor
3. Resultat obtingut és l'Extracte



Destil·lació

Què és? → Procés pel qual es separen dos o més líquids d'una dissolució aprofitant els punts d'ebullició diferents

- També pot utilitzar-se com a mètode de purificació de substàncies
- Molt conegut en el món de les begudes alcohòliques i petroquímica
- Farmàcia → Aigua destil·lada // Essències o olis essencials // Purificació etanol (fermentacions)

Com funciona?

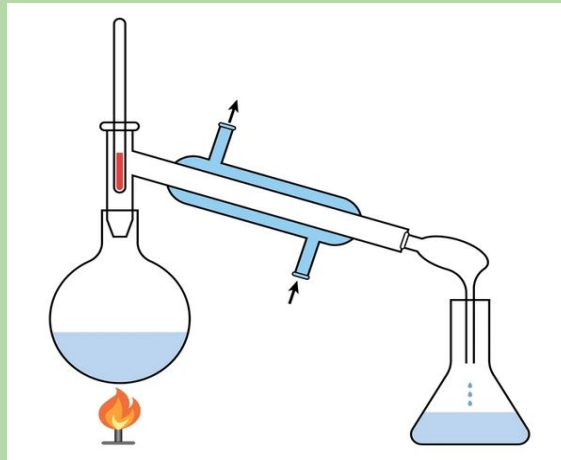
<https://www.youtube.com/watch?v=pJ2jm2J41bw>

Destil·lació 2

Tipus de destil·lacions

1. D. Simple

- Utilitzada per separar i purificar substàncies
- Es recull un únic producte resultant
- La dissolució NO ha de contenir substàncies volàtils que no vulguin extreure's
- En cas de tindre substàncies volàtils, han de ser-ho 80°C per sobre de la substància a destil·lar

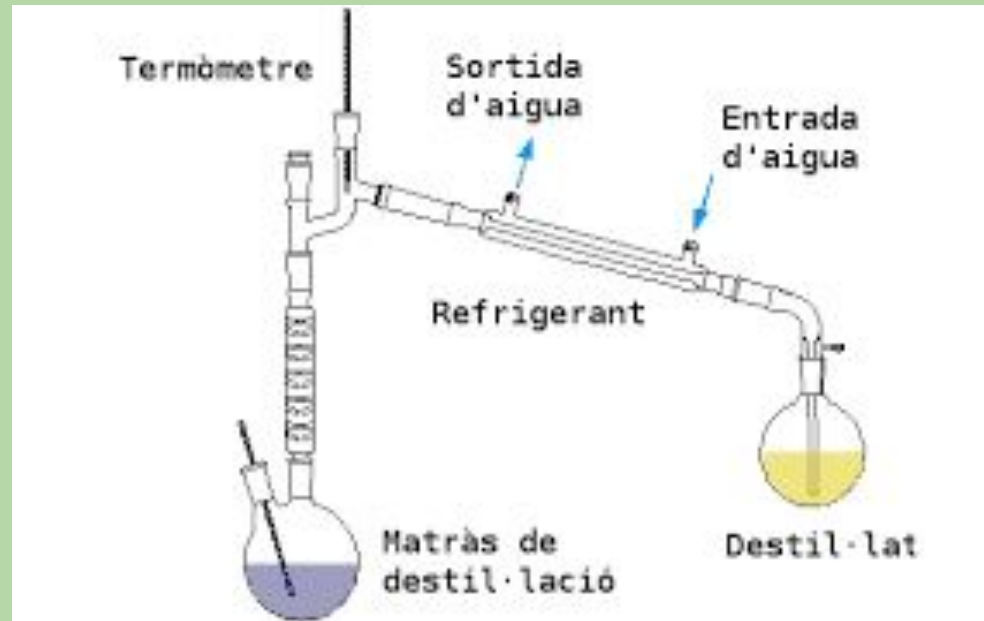


Destil·lació 3

2. D. Fraccionada

- Perfecte per separar substàncies amb punts d'ebullició amb diferències inferiors a 80°C

<https://www.youtube.com/watch?v=wTRGiQU-NNM>



Destil·lació 4

3. D. Per arrossegament de vapor

- Semblant a les anteriors → Però sense font de calor directe
- Escalfament d'un matràs amb aigua → Connectat al matràs amb la dissolució a separar
- Ebullició a temperatura inferiors → Tècnica molt útil per components termolàbils

https://www.youtube.com/watch?v=H_RJrGdDcVY



Destil·lació 5

Extracció per destil·lació → Fer una D. per arrossegament de vapor a una substància vegetal

Essències o olis essencials → Principis actius volàtils que contenen certs vegetals

Aromateràpia → aplicacions farmacològiques d'olis i essències

Essències → Insolubles, per tant el destil·lat està en dues fases

- Fase oli essencial o essència → més densa que l'aigua, es situa a la part superior
- Fase hidrolat → Dissolució aquosa saturada de l'essència, també conegut com aigua floral
- Les dues fases es separen per decantació, ja que són dos líquids immiscibles

Els olis essencials és prudent guardar-los en recipients que protegeixin de la llum i que tanquin perfectament

Activitat 1

1. Busca informació sobre el sistema de separació mitjançant ADSORCIO i ABSORCIO i explica en què consisteix cadascun d'ells i les seves diferències
2. Realitza un mapa conceptual o esquema de tota la unitat:
 - Han de sortir tots els sistemes de separació (mecànics / difusionals)
 - Pot ser a mà o digital (recomendable imatges o dibuixos)
 - Buscar mínim un exemple d'aplicació en farmàcia de cadascun d'ells
 - Que pugui servir-te per estudiar

Aquestes dues activitats s'entreguen el dia de l'examen a modo de dossier