

FP QUÍMICA

G.M. OPERACIONES DE LABORATORIO

Muestreo y operaciones unitarias de laboratorio

Eva Ródenas Torralba

Segunda edición


EDITORIAL
SÍNTESIS

M

uestreo y operaciones unitarias de laboratorio

Eva Ródenas Torralba

(segunda edición)



EDITORIAL
SINTESIS

© Eva Ródenas Torralba

© EDITORIAL SÍNTESIS, S. A.
Vallehermoso, 34. 28015 Madrid
Teléfono 91 593 20 98
www.sintesis.com

Agradecimiento por las figuras que aparecen indicadas como tal a lo largo del libro a Luis Lucio, Toni Subirana Flaquer, María Isabel Margarit Company, Atocha Calvo Santesmases de Equitrainvet, HispanoHípica, Patricia Rauch de Rider Collection, Molenkoning, Vicente Torres de Ingequus, Pattet Fiter, Epona Biotec, Dinbeat

ISBN: 978-84-1357-480-6
Depósito Legal: M-7592-2026

Impreso en España - Printed in Spain

Reservados todos los derechos. Está prohibido, bajo las sanciones penales y el resarcimiento civil previstos en las leyes, reproducir, registrar o transmitir esta publicación, íntegra o parcialmente, por cualquier sistema de recuperación y por cualquier medio, sea mecánico, electrónico, magnético, electroóptico, por fotocopia o por cualquier otro, sin la autorización previa por escrito de Editorial Síntesis, S. A.

ÍNDICE

Prólogo	8
1. Muestreo y toma de muestras	RA 1
Resultado de aprendizaje y criterios de evaluación	10
Objetivos de Desarrollo Sostenible	10
Mapa conceptual	11
Glosario	12
Punto de partida	12
1.1. Introducción	13
1.2. El proceso analítico	13
1.2.1. Influencia de las diferentes etapas	17
1.3. Muestra representativa	17
1.3.1. Factores que influyen en la representatividad	18
1.4. Diseño del plan de muestreo	19
1.5. Muestras simples y compuestas	20
1.6. Tipos de muestreo	20
1.7. Puntos críticos en la toma de muestra	24
1.7.1. Tamaño de la muestra	24
1.7.2. Número de muestras	25
1.7.3. Espaciado entre muestras	25
1.7.4. Profundidad de muestreo	26
1.8. Toma de muestras sólidas, líquidas y gaseosas	28
1.8.1. Toma de muestras sólidas	28
1.8.2. Toma de muestras líquidas	37
1.8.3. Toma de muestras gaseosas	40

1.9. Conservación, transporte y almacenamiento de la muestra	42
1.9.1. Contenedores para el almacenamiento de muestras	43
1.10. Cadena de vigilancia	45
1.11. Manipulación de equipos y medidas de seguridad	47
1.11.1. Manipulación de los principales materiales y equipos en un laboratorio químico y medidas de seguridad	49
1.12. Control de calidad en la toma de muestras	51
Ideas clave	54
Aplica lo aprendido	55
Solución del punto de partida	56
Práctica profesional 1.1	57
Práctica profesional 1.2	59
Ponte a prueba	60

2. Acondicionamiento de la muestra

RA 2

Resultado de aprendizaje y criterios de evaluación	62
Objetivos de Desarrollo Sostenible	62
Mapa conceptual	63
Glosario	64
Punto de partida	64
2.1. Introducción	65
2.2. Concepto de operación básica	65
2.3. Secado y calcinación	67
2.4. Trituración y molienda	68
2.4.1. Equipos de molienda utilizados para cada material	73
2.4.2. Tipos de molienda	74
2.5. Mezclado y homogeneización	75
2.5.1. Mecanismos de mezclado	75
2.5.2. Tiempo de mezcla	76
2.5.3. Mezcladoras de sólidos y líquidos	76
2.6. Disolución y digestión	81
2.7. Disgregación	86
2.8. Prevención del riesgo químico en el laboratorio: orden, limpieza y EPI	88
2.8.1. Normas generales de seguridad en los laboratorios	89
2.8.2. Normas generales de conducta en los laboratorios	90
2.8.3. Medidas de protección individuales y colectivas	91
Ideas clave	94

Aplica lo aprendido	95
Solución del punto de partida	96
Práctica profesional 2.1	97
Práctica profesional 2.2	98
Práctica profesional 2.3	100
Ponte a prueba	102

3. Separaciones mecánicas

RA 3

Resultado de aprendizaje y criterios de evaluación	104
Objetivos de Desarrollo Sostenible	104
Mapa conceptual	105
Glosario	106
Punto de partida	106
3.1. Operaciones básicas de separación mecánica	107
3.2. Filtración	108
3.2.1. Medios filtrantes	110
3.2.2. Métodos de filtración	110
3.3. Sedimentación y decantación	118
3.3.1. Fundamentos físicos de la sedimentación	119
3.3.2. Tipos de sedimentación	121
3.3.3. Equipos de sedimentación en el laboratorio	123
3.4. Centrifugación	126
3.4.1. Fundamentos físicos de la centrifugación	126
3.4.2. Equipos de centrifugación en el laboratorio	127
3.5. Tamizado. Análisis granulométrico	129
3.5.1. Objetivo del tamizado	130
3.5.2. Tamices	130
3.5.3. Trabajo con los tamices y cálculos granulométricos	135
3.5.4. Representación de los resultados de un análisis de tamizado	137
3.5.5. Tamices en el laboratorio	140
3.5.6. Agrupación de tamices	142
3.5.7. Métodos de tamizado	143
3.6. Mantenimiento de equipos y tratamiento de residuos	143
3.6.1. Riesgos en la técnica de filtración	143
3.6.2. Riesgos en la técnica de decantación	144
3.6.3. Riesgos en la técnica de centrifugación	144
3.6.4. Riesgos en la técnica de tamizado	145

Ideas clave	147
Aplica lo aprendido	148
Solución del punto de partida	149
Práctica profesional 3.1	151
Práctica profesional 3.2	152
Práctica profesional 3.3	153
Práctica profesional 3.4	154
Práctica profesional 3.5	155
Práctica profesional 3.6	156
Práctica profesional 3.7	157
Ponte a prueba	158

4. Separaciones térmicas

RA 4

Resultado de aprendizaje y criterios de evaluación	160
Objetivos de Desarrollo Sostenible	160
Mapa conceptual	161
Glosario	162
Punto de partida	162
4.1. Operaciones básicas de separación térmica	163
4.2. Destilación	163
4.2.1. Fundamento teórico	164
4.2.2. Destilación de un líquido puro	167
4.2.3. Destilación de mezclas líquidas	167
4.2.4. Destilaciones: consideraciones y tipos	175
4.3. Evaporación	185
4.3.1. Tipos de evaporación	186
4.4. Secado	189
4.4.1. Secado de gases y líquidos	189
4.4.2. Secado de sólidos	190
4.4.3. Agentes desecantes	191
4.5. Cristalización	192
4.5.1. Diferencia entre cristalización y precipitación	194
4.5.2. Formación de núcleos cristalinos y crecimiento de los cristales	194
4.5.3. Técnicas de cristalización	196
4.5.4. Solubilidad	198
4.6. Liofilización	200
4.6.1. Etapas del proceso de liofilización	201

4.6.2. Ventajas e inconvenientes de la liofilización	201
4.6.3. Diferencia entre liofilización y secado	202
4.7. Riesgos en las operaciones básicas térmicas: mantenimiento de equipos y tratamiento de residuos	203
4.7.1. Riesgos en la técnica de destilación	203
4.7.2. Riesgos en la técnica de evaporación y secado	203
4.7.3. Riesgos en la técnica de cristalización	205
4.7.4. Riesgos en la técnica de liofilización	205
Ideas clave	208
Aplica lo aprendido	209
Solución del punto de partida	210
Práctica profesional 4.1	211
Práctica profesional 4.2	212
Práctica profesional 4.3	213
Práctica profesional 4.4	214
Práctica profesional 4.5	215
Práctica profesional 4.6	216
Práctica profesional 4.7	217
Ponte a prueba	218

5. Separaciones difusionales

RA 5

Resultado de aprendizaje y criterios de evaluación	220
Objetivos de Desarrollo Sostenible	220
Mapa conceptual	221
Glosario	222
Punto de partida	222
5.1. Operaciones básicas de separación difusional	223
5.2. Extracción	224
5.2.1. Extracción líquido-líquido	225
5.2.2. Extracción sólido-líquido	233
5.2.3. Equipos de extracción en el laboratorio	233
5.2.4. Modos de operación	237
5.3. Absorción	239
5.3.1. Mecanismo de absorción	239
5.3.2. Parámetros que afectan a la absorción	240
5.3.3. Curvas de absorción	244
5.3.4. Aplicaciones en el laboratorio	245
5.4. Adsorción	245

5.4.1. Proceso de adsorción	245
5.4.2. Parámetros que afectan a la adsorción	247
5.4.3. Tipos de adsorción	248
5.4.4. Tipos de adsorbentes	248
5.4.5. Isotermas de adsorción	250
5.4.6. Aplicaciones	254
5.5. Intercambio iónico	254
5.5.1. Resinas de intercambio iónico	255
5.5.2. Reacciones químicas	256
5.5.3. Resinas intercambiadoras	257
5.5.4. Procedimiento experimental en el laboratorio	258
5.5.5. Ejemplo de intercambio iónico	262
5.5.6. Aplicaciones del intercambio iónico	265
5.6. Ósmosis	266
5.6.1. Características de las membranas semipermeables	267
5.6.2. Características de la ósmosis inversa	267
5.6.3. Aplicaciones de la ósmosis inversa	268
5.7. Riesgos en las operaciones básicas difusionales: mantenimiento de equipos y tratamiento de residuos	268
Ideas clave	271
Aplica lo aprendido	272
Solución del punto de partida	273
Práctica profesional 5.1	274
Práctica profesional 5.2	275
Práctica profesional 5.3	276
Práctica profesional 5.4	277
Práctica profesional 5.5	278
Práctica profesional 5.6	279
Ponte a prueba	280

2

Acondicionamiento de la muestra

RESULTADO DE APRENDIZAJE Y CRITERIOS DE EVALUACIÓN

RA 2. Acondiciona muestras para el análisis, siguiendo procedimientos normalizados de trabajo.

- a) Aplica los fundamentos de las técnicas de pretratamiento.
- b) Identifica los equipos necesarios.
- c) Prepara los equipos y las disoluciones precisas.
- d) Realiza el tratamiento de la muestra siguiendo el procedimiento establecido.
- e) Trabaja evitando contaminaciones o alteraciones de la muestra.
- f) Limpia los equipos y realiza el mantenimiento previsto.
- g) Dispone de los equipos de protección individual necesarios y comprueba las condiciones de seguridad.
- h) Trata o almacena los residuos, siguiendo los procedimientos establecidos.
- i) Realiza el trabajo cumpliendo las normas de calidad, ambientales y de prevención de riesgos.



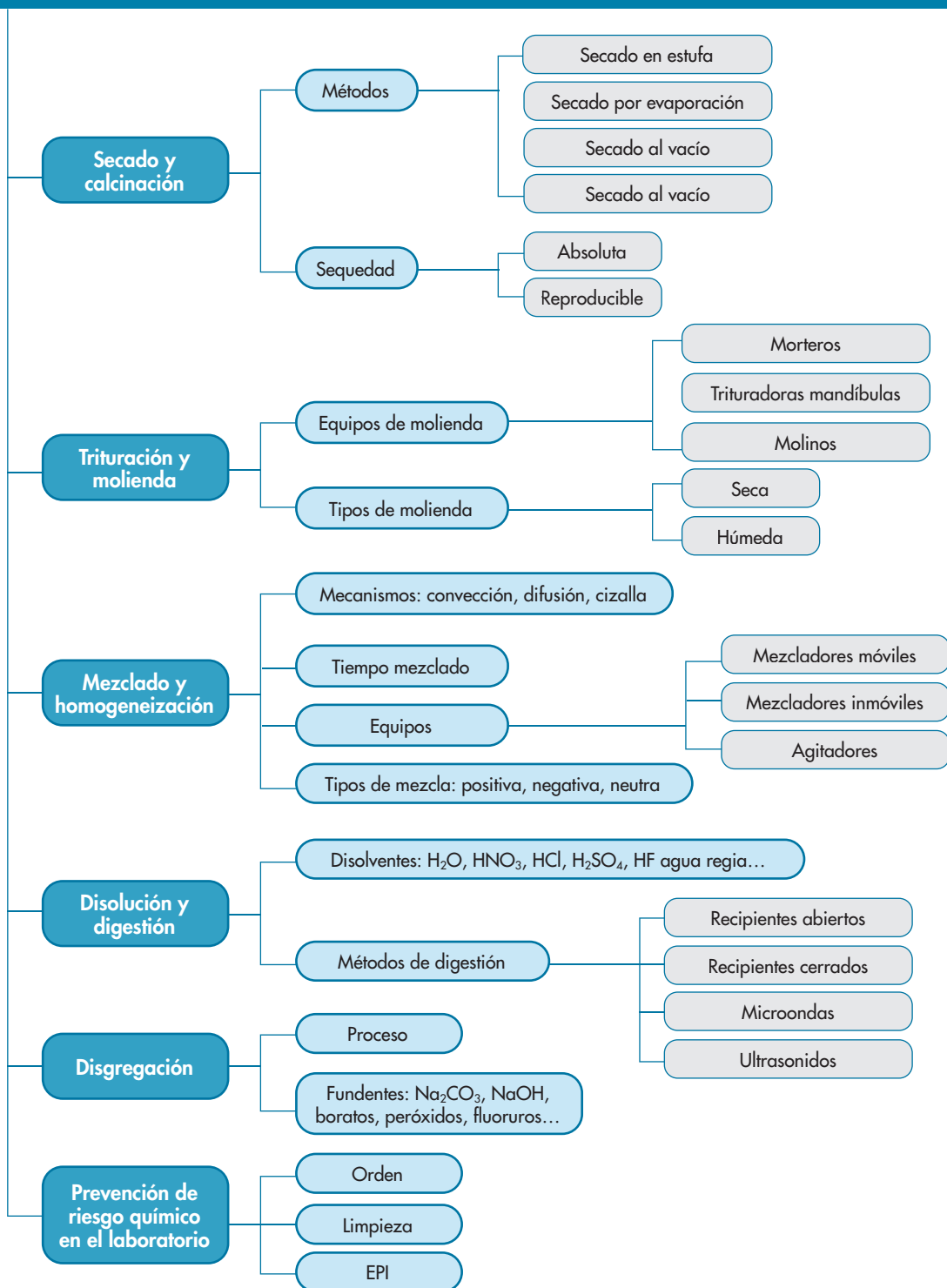
Objetivos de Desarrollo Sostenible

En este capítulo se van a trabajar los ODS 9 y 12.



MAPA CONCEPTUAL

ACONDICIONAMIENTO DE LA MUESTRA





GLOSARIO

- Acondicionamiento de muestras.** Conjunto de operaciones físicas y químicas para preparar las muestras antes del análisis, incluyendo secado, trituración, homogeneización y digestión.
- Agua regia.** Mezcla de ácidos clorhídrico y nítrico en proporción 3:1, capaz de disolver metales nobles como oro y platino.
- Calcinación.** Proceso de calentamiento a alta temperatura para eliminar componentes volátiles o transformar la composición química de un precipitado.
- Digestión.** Tratamiento de una muestra con disolventes, generalmente ácidos, a temperatura elevada, para disolver sus componentes. Puede realizarse en microondas, estufa o con agitación ultrasónica.
- Disgregación.** Transformación de sales insolubles en solubles mediante fusión con fundentes a alta temperatura (300-1 200°C) en crisoles.
- Disolución.** Operación de pasar una muestra sólida a estado líquido utilizando disolventes adecuados como agua, ácidos o sus mezclas.
- Fundente.** Sustancia química (carbonatos, hidróxidos, boratos) que se mezcla con la muestra para facilitar su disolución mediante fusión a alta temperatura.
- Homogeneización.** Operación para conseguir una distribución uniforme de los componentes de una muestra, asegurando que cualquier porción sea representativa.
- Molienda húmeda.** Reducción del tamaño de partícula en presencia de agua u otro líquido, que actúa como refrigerante y facilitador del transporte.
- Molienda seca.** Reducción del tamaño de partícula en ausencia de agua, utilizada en cementos y cereales.
- Secado reproducible.** Estado de sequedad que puede alcanzarse consistentemente, aunque no sea sequedad absoluta, evitando alteraciones de la muestra.
- Trituración.** Reducción grosera del tamaño de partícula de muestras sólidas mediante compresión, impacto o cizallamiento.
- Suspensión.** Mezcla heterogénea formada por un sólido en polvo o por pequeñas partículas no solubles (fase dispersa) que se dispersan en un medio líquido (fase dispersante o dispersora). Ejemplos de suspensiones son el lodo, el barro o la lechada de cal.

PUNTO DE PARTIDA



Un laboratorio ambiental ha recibido varias muestras de suelo procedentes de un plan de muestreo en una zona potencialmente contaminada con metales pesados (Pb, Cd, Cr). Antes de poder realizar el análisis químico, las muestras deben ser acondicionadas correctamente.

Nos piden diseñar un protocolo de acondicionamiento para una de las muestras de suelo recibidas, que incluya las siguientes etapas:

1. Secado de la muestra.
2. Trituración y molienda hasta un tamaño de partícula adecuado.
3. Homogeneización y cuarteo para obtener una submuestra representativa.
4. Digestión previa al análisis de metales.
5. Medidas de seguridad y tipo de materiales/equipos a utilizar en cada etapa.

2.1. Introducción

En el capítulo anterior se estudió el muestreo y la toma de muestra. Aquí se describirá la preparación y el acondicionamiento de dichas muestras, y el modo de trabajar, mediante operaciones comunes en el laboratorio.

Para el acondicionamiento de las muestras es muy importante la adquisición de buenos hábitos de trabajo en el laboratorio por parte del analista, tanto en la utilización del diverso material diseñado para funciones específicas como en el uso de técnicas determinadas.

El acondicionamiento y pretratamiento de las muestras constan de varias etapas que dependen del tipo de muestra y de su naturaleza, así como de los requerimientos individuales de los análisis que se vayan a llevar a cabo. Las diferentes operaciones de pretratamiento van a depender, por tanto, de cada problemática concreta, pero en general suelen emplearse las siguientes: secado, eliminación de sólidos voluminosos, homogeneización por mezcla, trituración hasta un determinado tamaño de grano, disolución y/o disgregación.

2.2. Concepto de operación básica

Se definen como *operaciones básicas* o *unitarias* en el laboratorio químico al conjunto de procesos y transformaciones de carácter físico que se aplican a las muestras para su acondicionamiento.

Cada operación unitaria tiene como objetivo cambiar las propiedades de una determinada cantidad de materia:

- Modificando su masa o composición (separación de fases, mezcla, reacción química).
- Modificando su nivel o cantidad de energía (enfriamiento, vaporización, incremento de la presión).
- Modificando sus condiciones de movimiento (aumentando o disminuyendo la velocidad, caudal, dirección).

Las operaciones unitarias también se pueden clasificar según la propiedad (materia, energía o cantidad de movimiento) más relevante transferida en la operación:

- Operaciones unitarias químicas: hay reacción química.
- Operaciones unitarias físicas: no hay reacción química.

Aunque las principales operaciones básicas de laboratorio son las siguientes, los capítulos posteriores del libro se dedicarán al estudio de las operaciones unitarias mostradas en el cuadro 2.1:

- Centrifugación
- Cristalización
- Cromatografía de columna
- Cromatografía en capa fina
- Desecación
- Destilación
- Evaporación hasta sequedad
- Extracción
- Filtración con filtro de pliegues

- Filtración al vacío
- Pesada
- Precipitación
- Utilización de un reflujo
- Utilización del mechero Bunsen
- Punto de fusión
- Recristalización
- Utilización del rotavapor

CUADRO 2.1. Clasificación de las operaciones unitarias estudiadas en capítulos sucesivos

Capítulo	Operaciones unitarias
3. Separaciones mecánicas	Tamizado/ Filtración/ Sedimentación/ Centrifugación
4. Separaciones térmicas	Destilación/ Evaporación/ Secado/ Cristalización/ Liofilización
5. Separaciones difusionales	Extracción/Absorción/ Adsorción/ Intercambio iónico/ Ósmosis



CASO PRÁCTICO RESUELTO 2.1

Una planta de tratamiento de aguas residuales utiliza diversas operaciones unitarias para separar y purificar los componentes del agua contaminada. El equipo técnico debe clasificar correctamente cada operación según el tipo de separación que realiza para optimizar el proceso.

Relacionar cada operación unitaria (tamizado, destilación, adsorción, intercambio iónico, filtración, cristalización y ósmosis) con el tipo de separación (mecánica, térmica, difusional).

SOLUCIÓN:

1. Tamizado	Separación mecánica
2. Destilación	Separación térmica
3. Adsorción	Separación difusional
4. Intercambio iónico	Separación difusional
5. Filtración	Separación mecánica
6. Cristalización	Separación térmica
7. Ósmosis	Separación difusional

2.3. Secado y calcinación

El papel del agua en el análisis cuantitativo tiene particular importancia, porque el posible intercambio de agua entre la muestra y la atmósfera podría afectar a la composición de la muestra, independientemente del método analítico usado. Por tanto, el contenido de agua ha de ser un factor conocido para que los resultados analíticos tengan significado. Así, si se usa una muestra húmeda se pueden convertir los resultados a base seca y viceversa.

- a) *Sequedad absoluta y sequedad reproducible.* Algunas muestras analíticas pueden llevarse al estado de sequedad absoluta por calentamiento prolongado. Sin embargo las condiciones extremas necesarias para la completa expulsión del agua enlazada fuertemente pueden ocasionar efectos secundarios, como la pérdida de dióxido de carbono, la descomposición de carbonatos o la oxidación de sulfuros. Una muestra que ha experimentado estos cambios, ya no es representativa del material original. En estos casos se debe renunciar a la meta de sequedad absoluta a favor de una meta de sequedad reproducible. Es esencial llegar por lo menos a este estado, de lo contrario el contenido de agua variará con el tiempo, lugar y circunstancias, por ejemplo con la humedad atmosférica.
- b) *Secado por calentamiento: hornos, mecheros y estufas.* El método más común para lograr sequedad reproducible es calentar la muestra durante una o más horas a 105–110 °C en una estufa o en un horno bien ventilados.

Este tratamiento es a menudo insuficiente para expulsar el agua fuertemente enlazada, pero elimina de la muestra el agua débilmente enlazada. Esta es la fracción de agua que mostrará más variaciones con las condiciones atmosféricas y por ello su eliminación da, en general, muestras de un estado de sequedad suficientemente reproducible. Sin embargo esta temperatura es suficientemente alta para causar reacciones secundarias indeseables en ciertas sustancias. La temperatura de secado escogida ha de ser siempre una fórmula de compromiso entre los requisitos de sequedad completa y la prevención de reacciones secundarias.

La muestra ha de colocarse en la estufa de desecación de manera tal que el aire tenga libre acceso a toda la muestra. Cuando se necesitan temperaturas más altas se pueden usar mecheros.

- c) *Secado por evaporación.* Cuando las muestras analíticas experimentan cambios secundarios aun en condiciones suaves de desecación en estufa, debe usarse el método de evaporación. La muestra finamente pulverizada se expone al aire, a temperatura ambiente, de modo que pueda evaporarse de ella el agua en exceso. En ocasiones se emplea el secado a vacío o a presión reducida, ya que al bajar la presión baja el punto de ebullición del agua, lográndose su expulsión a temperaturas más bajas. Las muestras de metales pueden secarse rápidamente lavándolas con acetona pura, u otro disolvente volátil miscible con agua, y secándolas luego al aire por breve tiempo.
- d) *Secado y calcinación de precipitados.* En una determinación cuantitativa por un método de determinación gravimétrico, el componente deseado se separa de otros de la muestra por precipitación, lavado y filtración. Sin embargo, la separación no es completa hasta que no se seca el precipitado para eliminar la humedad dejada por las últimas porciones del líquido de lavado. Muchos precipitados pueden secarse bien si se colocan en una estufa a 110 °C, de media hora a 2 horas. Sin embargo, a menudo se necesita una temperatura más alta por una o varias de las razones que se exponen a continuación:

- Algunas sustancias retienen agua hasta temperaturas mucho más altas que 110 °C.
- Algunos precipitados han de transformarse en otras sustancias de composición química más definida para la pesada.
- El quemado y destrucción del papel de filtro requiere temperaturas más altas.



RECUERDA

La sequedad reproducible no es lo mismo que la sequedad absoluta. Se busca un estado de humedad constante, no necesariamente cero, para evitar alteraciones en la composición de la muestra.

Las estufas y los mecheros son muy útiles tanto en el secado como en la calcinación de precipitados.

2.4. Trituración y molienda

La trituración y la molienda tienen como objetivo disminuir el tamaño de partícula de las muestras sólidas, siempre teniendo en cuenta que debe conservarse su homogeneidad.

Durante la trituración y molienda, el aumento de la superficie de la muestra puede incrementar su reactividad con la atmósfera, alterando su composición. ¿Cómo podríamos minimizar este efecto?

Los factores que pueden alterar la composición de la muestra son los siguientes:

- El calor generado tanto en la trituración como en la molienda puede provocar la pérdida de componentes volátiles.
- Al disminuir el tamaño de partícula se aumenta el área de superficie del sólido y esto puede aumentar su susceptibilidad a reaccionar con la atmósfera.



SABÍAS QUE...

En criminalística, la molienda fina de muestras de hueso o esmalte dental es un paso previo para análisis de isótopos de estroncio y plomo. Esto permite determinar la región geográfica de origen de una persona no identificada. Un caso famoso fue la identificación de restos de soldados de la guerra de Vietnam.

La molienda de materiales más suaves es más rápida que la de materiales más duros. Si la muestra es dura, primero se reduce a trozos pequeños en planchas de acero duro usando un

martillo como elemento percutor (figura 2.1). Se pueden evitar pérdidas de material rodeando la muestra con algún reborde. Normalmente, el mortero y la mano son de acero duro al tungsteno. De esta manera, se logra reducir a polvo grueso que, posteriormente, se pulverizará en pequeñas porciones mediante morteros.

Se puede producir abrasión de las superficies del molino debido al desgaste mecánico. Este hecho puede contaminar de forma grave la muestra. Es por ello que las superficies de los molinos suelen fabricarse con materiales como acero endurecido o ágata, para reducir de forma considerable dicha contaminación.

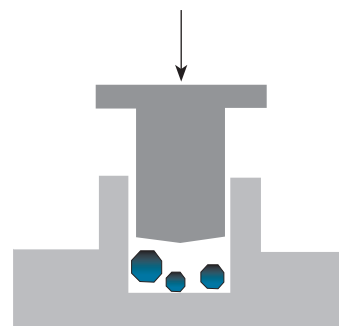


Figura 2.1. Reducción de muestras duras.

TOMA NOTA

El ágata, con una dureza de 7 en la escala de Mohs, es un material ideal para morteros de laboratorio debido a su resistencia a la abrasión y a la mayoría de los reactivos químicos, excepto el ácido fluorhídrico y el agua regia.

Las principales herramientas que se utilizan para reducir el tamaño de partícula de los sólidos son las siguientes:

1. *Trituradoras de mandíbula.* A la trituradora de mandíbula también se le conoce con el nombre de *trituradora de quijada*. Es una máquina utilizada para trituración gruesa y media y las partículas trituradas que se obtienen no son tan finas como resultarían de otro proceso de trituración. El campo que más utiliza a las trituradoras de mandíbulas es el de la producción mineral e industrial.

La trituradora de mandíbula recibe su nombre del movimiento que realiza su placa de trituración, similar a una mandíbula al masticar. El motor de la trituradora produce un movimiento oscilatorio en la placa de trituración y el mineral se introduce por la parte superior de la trituradora (tiene una cavidad amplia que se va reduciendo a medida que el mineral entra en la trituradora). El movimiento oscilatorio y la presión que la placa de trituración ejerce sobre los minerales al hacerlos chocar con la pared interna de la trituradora es lo que provoca que las piedras se fragmenten y se complete la trituración.

RECURSO WEB

Para comprender mejor el funcionamiento de una trituradora de mandíbula, a través de este QR puedes acceder a este vídeo ilustrativo de Casa Toro, titulado *¿Cómo funcionan las mandíbulas de las trituradoras Klee-mann?* En él verás cómo operan los diversos mecanismos de la máquina.



2. *Molinos de martillos.* Los molinos de martillos son especialmente adecuados para la trituración de arcillas destinadas a la elaboración de productos cerámicos de calidad y alto valor añadido. Su versatilidad los hace además apropiados para la molturación de otros materiales no cerámicos, cuyo grado de molturabilidad y características permitan su trituración por impacto.

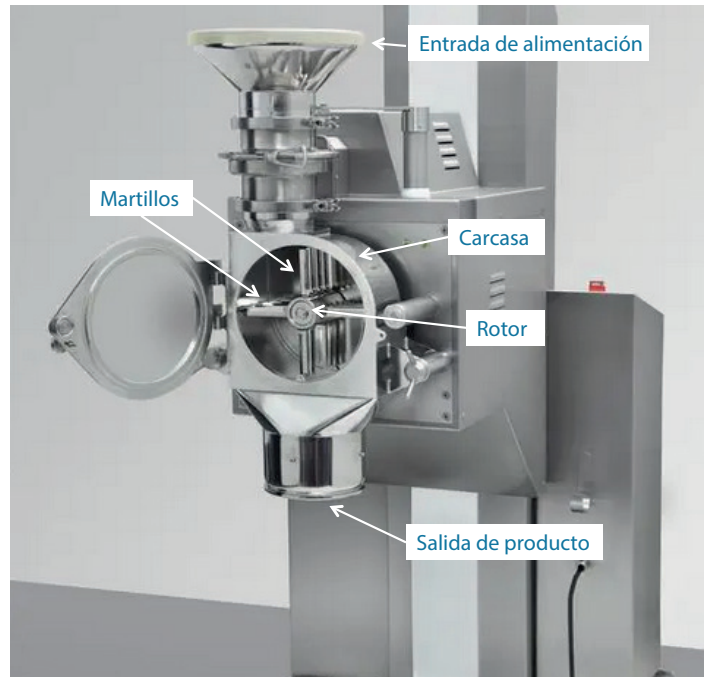


Figura 2.2. Molino de martillos.
Fuente: Direct Industry

3. *Molinos de bolas para muestras de tamaño mediano.* El molino de bolas es un dispositivo útil para moler sólidos que no son demasiado duros. Consta de una vasija de porcelana que puede ser sellada y rotada mecánicamente. El contenedor se carga con volúmenes iguales de muestra y sílex o bolas de porcelana (de diámetro de 20 a 50 mm). La molienda y trituración tiene lugar cuando las bolas se mueven y golpean con el contenedor que rota. De esta forma se consigue un polvo fino y bien mezclado.

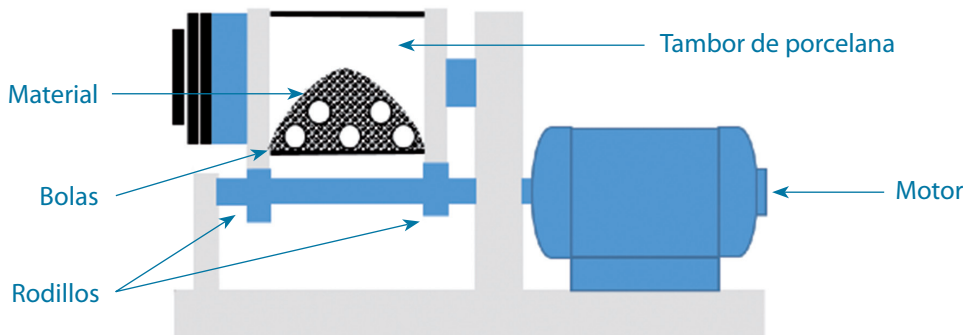


Figura 2.3. Esquema de un molino de bolas.



SABÍAS QUE...

Los molinos de bolas utilizan bolas de porcelana o sílex que golpean la muestra al girar el contenedor, logrando un polvo fino y homogéneo ideal para análisis químicos.



RECURSO WEB

Para comprender mejor el funcionamiento de un molino de bolas, en este vídeo de Cubo Makers, *Molino de bolas (modelo a escala)*, se muestra cómo se construye uno. Está compuesto por un cuerpo cilíndrico de gran longitud y menor diámetro. Dentro de este cuerpo, las partículas de mineral y las bolas de acero entran en contacto y se produce la molienda. Puedes acceder desde este QR.



4. *Molinos de discos*. Los molinos de discos son ideales para la trituración fina para partículas de tamaño medio de sólidos blandos a duros, viscosos y sensibles a la temperatura. El material se tritura mediante presión y cizallamiento entre dos discos de molienda con un grueso dentado interno que actúan en sentido opuesto.

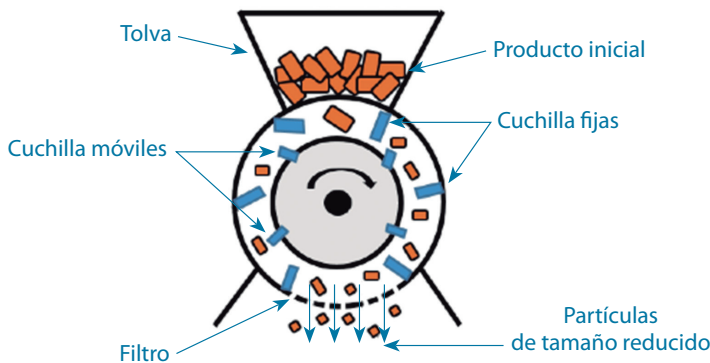


Figura 2.4.
Molino de discos.

5. *Molinos de barras*. Los molinos de barras están especialmente diseñados para la obtención de materiales muy finos y arenas, aun cuando la alimentación de los mismos sea con materiales duros. Poseen gran robustez y capacidad de tratar todo tipo de materiales, incluso los más abrasivos.

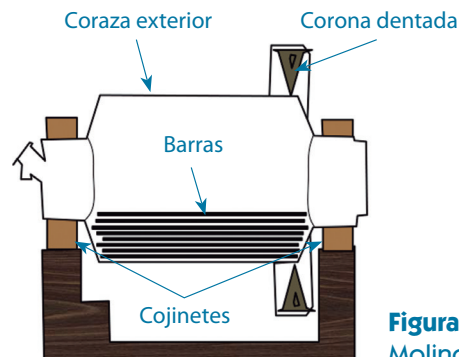


Figura 2.5.
Molino de barras.

6. *Molinos de rulos y muelas.* Los molinos de rulos y muelas consisten en una pista similar a un recipiente de tipo balde y un par de ruedas (muelas) que ruedan por la pista aplastando al material.
7. *Morteros de diferentes materiales.* Materiales como ágata, porcelana, vidrio o hierro para muestras de tamaño pequeño. Los morteros son utensilios cóncavos utilizados en el laboratorio que constan de una “maneta” o “mano” para reducir el tamaño de las muestras.

Los morteros de vidrio o porcelana (figura 2.7 a y b) son ideales para triturar, machacar y mezclar sustancias de poca dureza. Su base ancha garantiza una buena estabilidad y disponen de pico para facilitar el trasvase de la sustancia. El mortero de vidrio se utiliza para sustancias pastosas. El esmalte de la porcelana ofrece una capa impermeable al mortero y evita que las sustancias penetren en los poros de la porcelana o suelte polvo durante la molienda.

El mortero de ágata se utiliza para moler sustancias muy duras. El ágata es un mineral de dureza 7 en la escala Mohs, garantiza una buena resistencia a la abrasión y a los agentes químicos excepto el ácido fluorhídrico y al agua regia. Los morteros de hierro se utilizan para la trituración de muestras duras.

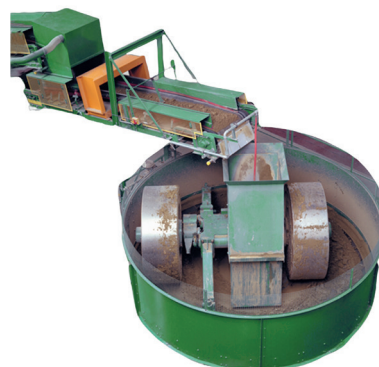


Figura 2.6. Molino de rulos y muelas. Brinck Machines®

Figura 2.7. Mortero de vidrio (a) y Mortero de porcelana (b).



En el siguiente cuadro se indica qué tipo de mortero utilizar para cada muestra:

CUADRO 2.2. Utilización de los morteros en función de las características de las muestras

Mortero	Muestras	Ejemplos de aplicación
De vidrio	Sustancias pastosas	Lanolina, grasas, colorante
De ágata	Pulverizaciones para análisis químicos	Muestras de granos cristalinos
De porcelana	Sustancias medianamente duras	Sulfatos de hierro, sulfatos de cobre, azufres
De hierro	Sustancias duras y tenaces	Pirita, granito, cuarzo, carbón, minerales

2.4.1. Equipos de molienda utilizados para cada material

En función del tipo de material a moler y triturar, es recomendable utilizar unos molinos (o trituradores) u otros. El cuadro 2.3 muestra los diferentes equipos recomendados para reducir el tamaño de muestra.

CUADRO 2.3. Equipos de molienda en función de la muestra a reducir

Muestra	Trituradora de mandíbulas	Molino de martillos, barras, ruedas y muelas	Molino de bolas discos	Morteros
Muy duras (cementos, vidrio, minerales, cuarzo)	Útil	De barras		
Duras (fertilizantes, calcitas)	Útil	Útil	Útil	De hierro
Dureza media (caolín, dolomita, barita, bauxita)	Útil	De martillos De barras	Útil	De hierro De porcelana
Blandos (grafito, sales)	Útil	De martillos De barras	Útil	De vidrio De porcelana
Fibrosos (cereales, alimentos)	Útil			De vidrio
Elásticos (plásticos, caucho)		De ruedas y muelas		De vidrio



CASO PRÁCTICO RESUELTO 2.2

En el departamento de Desarrollo de Formulaciones de una reconocida empresa farmacéutica, se está diseñando un nuevo laboratorio de control de calidad. El equipo técnico debe evaluar y seleccionar el equipamiento adecuado para el área de preparación de muestras, específicamente para los procesos de molienda.

Como parte de la capacitación del personal, el jefe del departamento ha preparado un test de evaluación sobre los principios básicos de la molienda. Indica si las siguientes afirmaciones son correctas o incorrectas, justificando brevemente tu respuesta cuando sea necesario:

- El objetivo de los molinos es la desintegración de las partículas de una muestra sólida hasta su fina pulverización.
- Un sólido triturado ofrece una mayor superficie de contacto. Consecuentemente, la reacción con este sólido será más rápida y eficaz.
- La función de los morteros de cerámica es triturar, moler y mezclar pequeñas cantidades de sólidos de elevada dureza.
- En un molino de bolas, los recipientes de molienda siempre giran a la misma velocidad y en el mismo sentido que la rueda principal.
- Los morteros de ágata son morteros plásticos, ya que el ágata es un polímero.

SOLUCIÓN

Solución Corregida por el Jefe de Departamento:

- a) CORRECTA. Los molinos están diseñados específicamente para reducir el tamaño de partícula hasta la pulverización fina.
- b) CORRECTA. Al reducir el tamaño de partícula, aumenta el área superficial, lo que favorece la cinética de reacción.
- c) INCORRECTA. Los morteros de cerámica son resistentes pero su superficie esmaltada puede rayarse, y se recomiendan para sólidos de baja a media dureza, no para materiales muy duros.
- d) INCORRECTA. En los molinos de bolas planetarios los recipientes giran en sentido contrario al plato principal para mejorar la eficacia de la molienda.
- e) INCORRECTA. El ágata es una variedad microcristalina del cuarzo (silicato), no un polímero, por lo que no es un material plástico.

2.4.2. Tipos de molienda

Existen dos tipos de molienda:

- a) *Molienda seca*. La molienda seca se realiza en ausencia de agua. En esta etapa, las partículas se reducen de tamaño por una combinación de impacto y abrasión, en ausencia de agua. Es habitual que la molienda sea seca en la fabricación del cemento y en el tratamiento de cereales.
- b) *Molienda húmeda*. En la molienda húmeda el material a moler es mojado en el líquido elevando su humedad. De esta forma se favorece el manejo y transporte mediante, por ejemplo, bombas en tuberías. En la molienda húmeda, después del proceso de desintegración, la clasificación de partículas se lleva a cabo en hidrociclones y, si se desea concentrar el mineral, se puede hacer una flotación por espumas. El líquido, además, tiene un efecto refrigerante con los calores generados en el interior. La molienda húmeda se utiliza en la preparación de minerales para su concentración.



IMPORTANTE

En el siguiente cuadro se comparan ambos tipos de molienda, seca y húmeda.

CUADRO 2.4

Características	Molienda seca	Molienda húmeda
Potencia	Requiere mayor potencia	Requiere menor potencia
Equipos adicionales	Son necesarios para el tratamiento de polvos	No son necesarios
Revestimiento	Consume menos revestimiento	Consume más revestimiento (por corrosión)



TOMA NOTA

La molienda seca se usa en la fabricación de cemento y tratamiento de cereales, mientras que la molienda húmeda se emplea en la preparación de minerales para concentración, ya que el líquido actúa como refrigerante y facilita el transporte.

2.5. Mezclado y homogeneización

Las muestras deben homogeneizarse y mezclarse después de cualquier operación de separación, tamizado, triturado o pulverizado, ya que puede producirse la segregación de las partículas de diferente tamaño.

Por tanto, el objetivo fundamental de las operaciones de mezclado y homogeneización es conseguir la máxima interposición entre diversos componentes y una distribución lo más homogénea posible de los mismos.

Los tipos de mezclado pueden ser:

- *Mezcla positiva*: gases o líquidos miscibles que forman, espontánea e irreversiblemente, una mezcla perfecta por difusión. No es necesario aplicar energía si el tiempo es ilimitado.
- *Mezcla negativa*: los componentes tienden a separarse, más o menos rápidamente (suspensiones y emulsiones).
- *Mezcla neutra*: los componentes no se mezclan espontáneamente. No tienden a separarse espontáneamente. Ejemplos de mezclas neutras son la mayoría de las mezclas de polvos.

Además, las mezclas pueden ser:

- *Mezcla ordenada*: aquella en la que los componentes no son independientes unos de los otros. Se dan entre sólidos altamente cohesivos en los que uno de ellos actúa como portador de las partículas del otro sólido.
- *Mezcla aleatoria*: aquella en la que la probabilidad de que una partícula de un determinado componente se encuentre en una muestra es proporcional al número de partículas del mismo en la mezcla total.

2.5.1. Mecanismos de mezclado

Existen tres mecanismos de mezclado:

- *Mezclado por convección*: implica un movimiento de masas relativamente grandes de polvo. Este movimiento consiste en la inversión completa del lecho de polvo o en el arrastre del polvo por una hélice, un tornillo sin fin, etc.
- *Mezclado por difusión*: es debido al movimiento aleatorio individual de las partículas.
- *Mezclado por cizalla*: se producen planos de deslizamiento de la masa de polvo.

2.5.2. Tiempo de mezcla

Del tiempo de mezcla depende la homogeneidad de la mezcla. Esta homogeneidad no aumenta indefinidamente con el tiempo, sino que existe un tiempo de mezclado óptimo. Esto es debido a que durante el proceso de mezcla compiten mecanismos de mezclado y desmezclado o segregación de los componentes.

Para calcular el tiempo óptimo de mezcla, se tienen que ensayar diferentes tiempos de mezclado y realizar pruebas de homogeneidad con cada una de las mezclas obtenidas.

2.5.3. Mezcladoras de sólidos y líquidos

Los equipos utilizados para el mezclado y homogeneización de sustancias se denominan mezcladoras. Las mezcladoras utilizadas en el laboratorio pueden ser de dos tipos:

A) Mezcladoras de sólidos

Las mezcladoras de sólidos se utilizan para mezclar polvos de sustancias diferentes.

Los mezcladores móviles operan sobre todo por difusión. Los troncocónicos se utilizan para la producción industrial y los mezcladores en V se usan para trabajos de pequeña y mediana escala.

Este tipo de mezcladores también pueden incorporar algún tipo de agitador, como un eje de palas, para agilizar el proceso.

Los mezcladores móviles presentan como ventajas la facilidad para la carga y descarga, la facilidad para su limpieza y el mantenimiento mínimo.

En el caso de las mezcladoras de sólidos se habla de dos grandes tipos:

- a) *Mezcladores móviles*: son de contenedor movable, giratorios o de caída libre. Dentro de esta categoría se distinguen por su forma:
 - En V (figura 2.8)
 - Cúbicos
 - Cilíndricos
 - Troncocónicos



Figura 2.8. Mezclador de sólidos móviles en V.

TOMA NOTA

Los mezcladores en V son ideales para pequeñas y medianas escalas, y operan principalmente por difusión. Su diseño facilita la carga, descarga y limpieza.