

APLICACIONES DE CURVAS DE SOLUBILIDAD EN LA PURIFICACIÓN DE SALES INORGÁNICAS

Juan Camus A.* , Jaime Condell M.* , Fernando Azócar D.* Celinda Ríos G.**

Resumen

En este trabajo se utilizan las curvas de solubilidad de diferentes sales inorgánicas, para separar y purificar una de ellas. En este caso se procedió inicialmente a purificar el sulfato de amonio de calidad técnica para posteriormente utilizar el mismo procedimiento en una mezcla que contenía $(NH_4)_2SO_4$, KNO_3 , $FeSO_4 \cdot xH_2O$ y $Na_2Cr_2O_7 \cdot x \cdot 2H_2O$. Los rendimientos se pueden mejorar al repetir el ciclo de recuperación, sin embargo, la pureza de la sal que se extrae disminuye en cada extracción de la solución madre. Esta misma técnica se utilizó para purificar una muestra real de sulfato crudo de níquel, proveniente de una refinería de cobre, el sulfato de níquel purificado fue utilizado exitosamente para preparar baños electroquímicos de niquelado.

Palabras claves: Solubilidad. Purificación de sales inorgánicas

Abstract

In this work the curves of solubility of different inorganic salts are used, to separate and to purify one of them. In this case was proceeded initially to purify the sulfate of ammonium of technical quality to use later, the same procedure in a mixture that contained $(NH_4)_2SO_4$, KNO_3 , $FeSO_4 \cdot xH_2O$ and $Na_2Cr_2O_7 \cdot x \cdot 2H_2O$. The yields can improve when repeating the recovery cycle, however the purity of the salt that it is extracted it diminishes in each extraction from the mother solution. The same technique was used to purify a real sample of raw nickel sulfate coming from a copper refinery, the purified nickel sulfate was employed to prepare plating nickel bath.

Key words: Solubility, Purification of inorganic salts.

* Universidad de Playa Ancha, Valparaíso. jcamus@upla.cl, jcondell@upla.cl ** Universidad Metropolitana de Ciencias de la Educación, Departamento de Física
angela.romo@gmail.com

** Liceo Eduardo de la Barra, Valparaíso. criosg50@gmail.com

Introducción

Las técnicas de cristalización y recristalización de sales se desarrollan, en las prácticas de Química General, de manera empírica, permitiendo al estudiante sólo observar el producto obtenido, sin analizar el fenómeno rigurosamente.

Utilizando los datos de tablas de solubilidad (Lurie, 1975), se pueden graficar los diagramas de fase correspondientes a sistemas binarios agua-sal (Beroqui, 1972). Las líneas de equilibrio obtenidas permiten explicar el proceso.

Inicialmente se estudió el sistema $(NH_4)_2SO_4 \cdot H_2O$, en un diagrama binario y se utilizó la curva de solubilidad, que contiene este diagrama, para explicar el proceso de la purificación de esta sal (Chang, 1997). Posteriormente se agregó a esta solución saturada, otras sales, como el KNO_3 , de solubilidad parecida y otra de solubilidad muy diferente, como el $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ y el $Na_2Cr_2O_7 \cdot 2H_2O$, y se repitió la técnica utilizada, con el fin de demostrar la factibilidad de separar esta sal de las otras agregadas sobre su solución saturada, simulando impurezas existentes en la sal que se desea purificar.

La utilización de sensores de temperatura permitió incorporar el software a las prácticas rutinarias de laboratorio, sustituyendo el termómetro de mercurio y la graficación con papel milimetrado.

Metodología.

Se utilizaron vasos de precipitado de 250 ml, termómetros de mercurio y sensores de temperatura tipo K de un rango de T entre $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $+400\text{ }^{\circ}\text{C}$, balanza semianalítica, plato calefactor, sulfato de amonio, bicromato de sodio y yoduro de potasio, todos de calidad técnica y una interfase 750 y el software Data Studio de Pasco. Se prepararon las soluciones saturadas de las sales mencionadas anteriormente. Se graficaron las respectivas curvas de solubilidad, entre $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ y se procedió a purificar el sulfato de amonio a partir de su solución saturada y en presencia de las otras tres sales.

Resultados y discusión

a) Purificación del sulfato de amonio

Se disolvieron 42,85 g de sal en 100 g de agua destilada, a 20°C . En la figura 1, este momento corresponde al punto a, la solución se encuentra saturada. Luego se calentó hasta $80\text{ }^{\circ}\text{C}$, alcanzando el punto b. En este momento se agregaron 5,62 gramos de sal impura, calculada de acuerdo a las solubilidades correspondientes a las temperaturas de $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ (48,47 g) y $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (42,85 g) respectivamente. En este momento se alcanza el punto c, es decir, hemos saturado la solución a $80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Enfriamos la solución obtenida, hasta $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, siguiendo la ruta ca. Cuando se alcanza el punto a se separan los cristales purificados, mediante filtración en crisol de masa filtrante. Se obtendrá una solución madre de composición a. Se calienta esta solución hasta alcanzar nuevamente el punto b, se vuelven a disolver 5,62

$$\text{masa de líquido} \times (48,47 - 42,85) = \text{masa de sal} \times (\text{masa de líquido} - 48,87)$$

$$\text{masa de sal} = \frac{100\text{ g} \times (48,47\text{ g} - 42,85\text{ g})}{(100\text{ g} - 48,87\text{ g})} = 10,99\text{ g}$$

gramos de sal. La cantidad de sal purificada, en cada ciclo, fue calculada de acuerdo a la regla de la palanca (adz en el diagrama de equilibrio):

n	Sal impura agregada en bc	Sal pura extraída en ca,	Total de sal en la solución
1	6,420	5,170 (RC: 47%)	44,100
2	6,421	8,759	40,512
3	6,420	6,625	42,645
4	6,423	8,723	40,550
5	6,422	9,427	39,845
6	6,420	9,558 (RC: 86,4%)	39,712

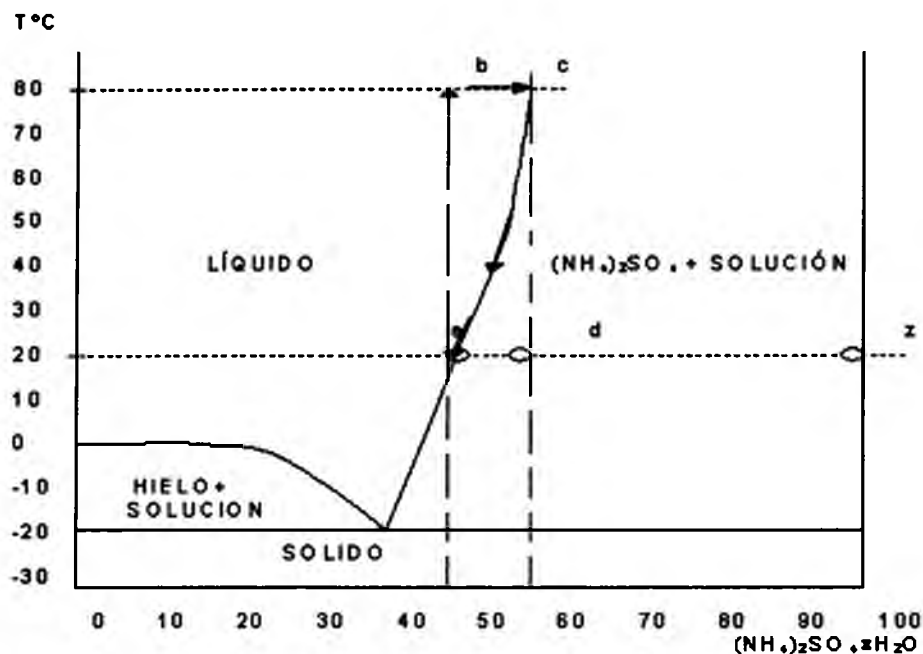


Fig. 1: Diagrama de fases

Total	38,526	48,262	b) <i>Efecto de las impurezas en la cristalización del sulfato de amonio.</i>	247,364
-------	--------	--------	---	---------

Tabla 1: Masas obtenidas en gramos de la purificación del sulfato de amonio

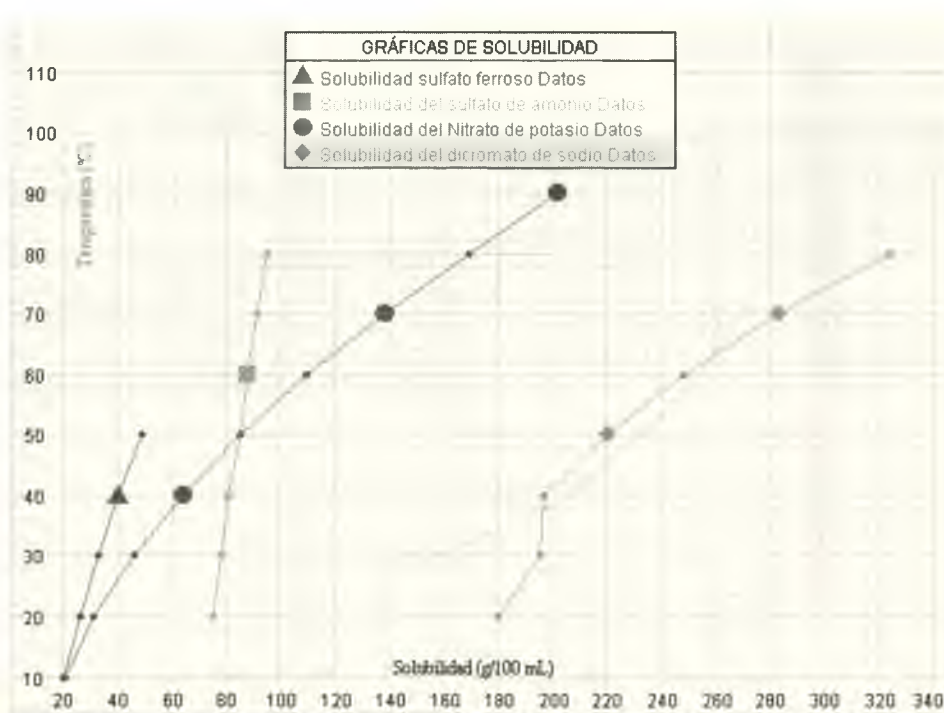


Fig.2. Gráficas de solubilidad

Se graficaron las curvas de solubilidad de diferentes sales que pudieran presentarse como impurezas en el sulfato de amonio técnico.

Sulfato de amonio (gramos)	Contaminante (gramos)	Recuperado de sulfato de amonio (gramos)
6,425	$Na_2Cr_2O_7$	0,598
6,422	KNO_3	9,115
6,425	Sin impurezas	11,831
6,421	$FeSO_4 \cdot 7H_2O$	5,208

Tabla 2. Efecto de impurezas en la cristalización del sulfato de amonio

A continuación se procedió a agregar pequeñas porciones de otras sales, sobre la solución saturada de sulfato de amonio, a 20°C, con el fin de observar el comportamiento del proceso de cristalización del sulfato de amonio.

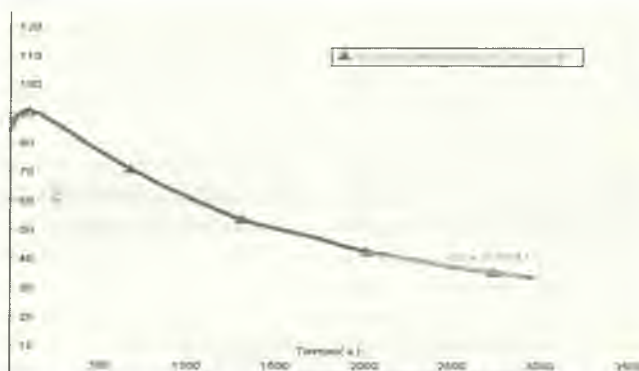


Fig. 3. Solubilidad del sulfato de amonio en agua a 40°C

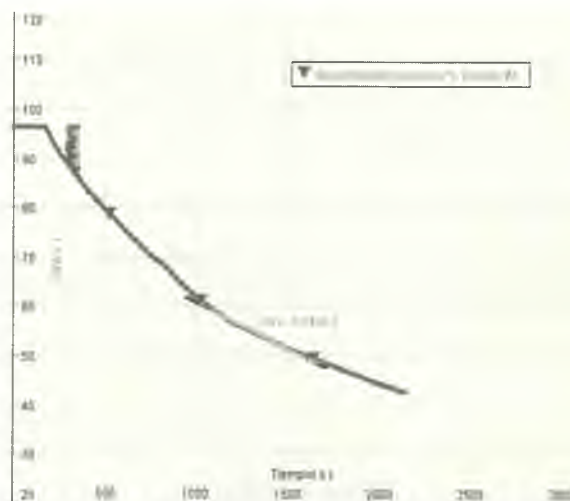


Fig. 4. Solubilidad del sulfato de amonio en agua a 60°C

Al comprobar las temperaturas a las cuales se produce la saturación de la sal, se logró visualizar en la curva un cambio de pendiente, utilizando bajas velocidades de enfriamiento.

c) Purificación del sulfato crudo de níquel

El sulfato crudo de níquel es una muestra real extraída del proceso de purificación del electrolito de la refinería de cobre de ENAMI-Ventanas, que contiene una considerable concentración de hierro y otras impurezas metálicas, en menor proporción. Inicialmente se procedió a eliminar el material insoluble de la muestra (10,54%). Luego se procedió a determinar la solubilidad del sulfato crudo de níquel en agua destilada, a diferentes temperaturas (Bustamante, 2004). Los resultados se presentan en la Tabla 3.

T°C	50	60	70	80
Solubilidad	46,65	52,60	58,54	63,67

Tabla 3. Solubilidad del sulfato crudo de níquel, gramos/100 gramos de agua destilada

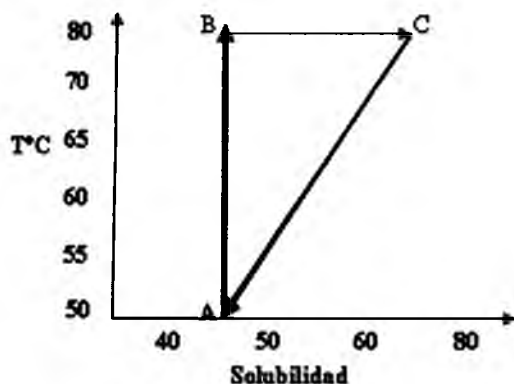


Fig. 5 Solubilidad del sulfato crudo de níquel

Se tomaron 46,6 gramos de sulfato crudo de níquel, se disolvieron en agua destilada a 50 °C. Luego se calentó hasta 80 °C (línea AB), a esta temperatura se adicionaron 39,9 gramos de sulfato crudo de níquel (línea BC). La solución sobresaturada resultante se filtró en caliente,

para eliminar impurezas. Se dejó enfriar (línea CA), se filtraron los cristales resultantes, se secaron al vacío, se pesaron, obteniendo 71,37 gramos de sulfato puro de níquel hexahidratado ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Se repitió la operación con el objeto de producir sulfato de níquel puro, que fue utilizado para los procesos de niquelado brillante, negro y mate (Camus, 1999).

Conclusiones

Para la determinación de relaciones de masa entre cristales y solución, se utilizó la regla de la palanca y con ella los rendimientos de cristalización, se observa que la técnica utilizada, permite obtener variados rendimientos, entre RC: 47,0 y 86,4%. La técnica utilizada permite, además, purificar el sulfato de amonio, cuando este se encuentra impurificado con otras sales que no afectan su solubilidad y se encuentran en pequeñas proporciones. Se observa que al introducir bicromato de potasio la cristalización del sulfato resulta muy alterada, logrando recuperarse un 5,4%, en cambio con una impureza como el sulfato de hierro (II) se recupera el 47,4% y el mayor rendimiento se logra en presencia del nitrato de potasio como impureza, 82,9%.

La técnica se utilizó con éxito para la purificación del sulfato crudo de níquel, posibilitando su utilización en técnicas de electroquímicas de niquelado decorativo e industrial.

Bibliografía

Beroqui F.M., *Cristalización. Diagramas de equilibrio, construcción y utilización*. Eudeba. Argentina, p. 11-24, 1972.

Bustamante C., Meza P., Navarro G., Quezada G. Valoración de residuos que contienen níquel, provenientes de una refinería de cobre. Seminario de Título. UPLA. Valparaíso, p. 89-93, 2004.

Camus J. *Fundamentos de Galvanoplastia. Teoría y práctica*. Ed. DPEAT. UPLA. Valparaíso, 1999.

