

**GUIA EXTRACCIÓN SÓLIDO-LÍQUIDO
Y
DE ARRASTRE CON VAPOR**



**ELABORADA POR EL GRUPO 2
LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS III
II-2003**

**INGENIERO
MILTON FORERO**

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
FACULTAD DE INGENIERÍA
LABORATORIO UNITARIAS III
BOGOTÁ
2003**

1. OBJETIVOS

Generales

Según la práctica que se quiera llevar a cabo el objetivo general puede ser:

- Estudiar el mecanismo de la lixiviación, a través de la extracción de un aceite o esencia vegetal utilizando algún tipo de solvente.
- Realizar la extracción de un aceite esencial vegetal por medio del mecanismo de arrastre con vapor.

Específicos del primer objetivo general

- Realizar la lixiviación de un material vegetal para la obtención del aceite contenido en el, empleando un solvente orgánico.
- Evaluar la eficiencia de la extracción del aceite con el disolvente elegido, teniendo en cuenta el contenido inicial del soluto en el sólido y la cantidad de aceite extraído.
- Conocer y comprender el funcionamiento del equipo de lixiviación y determinar las posibles fallas que pueda presentar.
- Verificar el cumplimiento del balance de masa global y de cada componente del sistema (solvente, soluto, sólido inerte) durante la operación de lixiviación.

Específicos del segundo objetivo general

- Realizar la extracción del aceite esencial contenido en un material vegetal, empleando un flujo de vapor vivo.
- Cuantificar la cantidad de soluto extraído y el rendimiento global de la operación de separación a través del seguimiento del índice de refracción y la densidad de la solución lixiviada.
- Determinar la curva de operación de separación por arrastre con vapor validando simultáneamente los balances de materia y energía.

2. MARCO TEORICO

Debido a que es, en la extracción con solventes, en donde el equipo se aprovecha completamente; se va a hacer énfasis en esta operación más que en el proceso de arrastre con vapor.

Lixiviación es el retiro de una fracción soluble en forma de solución a partir de una fase sólida permeable e insoluble con que se asocia. La separación implica, por lo común, la disolución selectiva, con difusión o sin ella; pero en el caso extremo del lavado simple, consiste sólo en el desplazamiento de un líquido intersticial por otro, con el que es miscible. El constituyente soluble puede ser sólido o líquido y estar incorporado, combinado químicamente o adsorbido, o bien, mantenido mecánicamente en la estructura porosa del material insoluble.

Mecanismo

El mecanismo de la lixiviación puede incluir una solución física simple o disolución facilitada por una reacción química. La velocidad de transporte de disolvente en la masa que se va a lixiviar o de la fracción insoluble en el disolvente o la solución de extracto del material insoluble, o alguna combinación de esas velocidades puede ser importante. Es posible que haya una resistencia membranosa. Asimismo una reacción química puede afectar la rapidez de la lixiviación.

Métodos de operación

Los sistemas de lixiviación se distinguen por el ciclo de operación (intermitente, continuo o intermitente con lotes múltiples); por la dirección de las corrientes (concurrente, a contracorriente o flujo híbrido); por el número de etapas (una sola etapa, etapas múltiples o etapa diferencial) y por el método de contacto (percolación por rociada, percolación por inmersión o dispersión de sólidos). En general, las cuatro categorías deben aplicarse para estipular completamente un sistema de lixiviación.

Sea cual sea el mecanismo y el método de operación, resulta evidente que el proceso de la lixiviación se verá favorecido por el aumento de la superficie por unidad de volumen de sólidos que se deban lixiviar y por la disminución de las distancias radiales que se deben atravesar al interior de los sólidos.

El proceso y las condiciones de operación

Los principales parámetros a determinar o identificar son el disolvente a utilizar, la temperatura de operación. Las composiciones y las cantidades de las corrientes iniciales y finales, el ciclo de lixiviación (intermitente o continuo), el método de contacto y la selección específica del extractor.

- **Selección del disolvente** El disolvente seleccionado ofrecerá el mejor balance de varias características deseables:
 - Alto límite de saturación y selectividad respecto al soluto por extraer.
 - Capacidad para producir el material extraído con una calidad no alterada por el disolvente.
 - Estabilidad química en las condiciones del proceso.
 - Baja viscosidad, baja presión de vapor, baja densidad, baja tensión superficial y baja toxicidad e inflamabilidad.
 - Facilidad y economía de recuperación de la corriente de extracto y costo.

Estos factores se listan en orden aproximado decreciente de importancia, pero son los aspectos específicos de cada aplicación los que determinan su interacción y significancia relativa.

- **Temperatura** La temperatura de la lixiviación debe seleccionarse de tal manera que se obtenga el mejor balance de solubilidad, presión de vapor del disolvente, difusividad del soluto, selectividad del solvente y sensibilidad del producto. En algunos casos puede ser significativa la sensibilidad a la temperatura de los materiales de construcción, relacionada con el ataque por corrosión o erosión.

- ✓
- Composiciones y cantidades de las corrientes iniciales y finales Estas están ligadas básicamente con una cantidad dada en forma arbitraria: la capacidad de producción de la planta (la velocidad de producción de extracto o la velocidad de purificación de la materia prima que se debe extraer).

Eficiencia de las etapas

Considérese una operación sencilla de lixiviación por lotes, en la cual el sólido se va a lixiviar con una cantidad de disolvente mayor de la necesaria para disolver todo el soluto soluble; en dicha operación el sólido no adsorbe de modo preferencial ni al disolvente ni al soluto. Si se proporciona un tiempo adecuado de contacto entre el sólido y el disolvente, todo el soluto se disuelve; entonces, la mezcla es una suspensión de sólidos insolubles sumergidos en una solución de soluto en el disolvente. Luego, las fases insolubles se separan físicamente por sedimentación, filtración o drenado y toda la operación constituye una sola etapa. Si la separación mecánica del sólido y el líquido fuese perfecta, no habría soluto asociado con el sólido que sale de la operación y se habría logrado en una sola etapa la separación completa del soluto y del sólido insoluble. Esta sería una etapa ideal, con una eficiencia de etapa del 100%. En la práctica, la eficiencia de las etapas es generalmente bastante menor a esta.

Rapidez de la lixiviación

La lixiviación de un soluto a partir de las partes internas de un sólido, puede ser relativamente lenta. Los sólidos formados por una estructura de sustancia insoluble, pueden describirse en función de la forma de los poros que la conforman por medio de un factor. Dicho factor es una función del sólido, independiente de la naturaleza del soluto y del disolvente y es una medida de la complejidad de la trayectoria a través de la cual se difunde el soluto. En el caso de productos naturales, como sustancias vegetales, la complejidad de la estructura puede dificultar la aplicación de estos métodos.

Es razonable suponer que la resistencia a la transferencia de masa dentro del sólido será probablemente la resistencia controladora.

3. MATERIALES Y EQUIPOS

Descripción del equipo

El equipo de lixiviación está conformado por las siguientes partes:

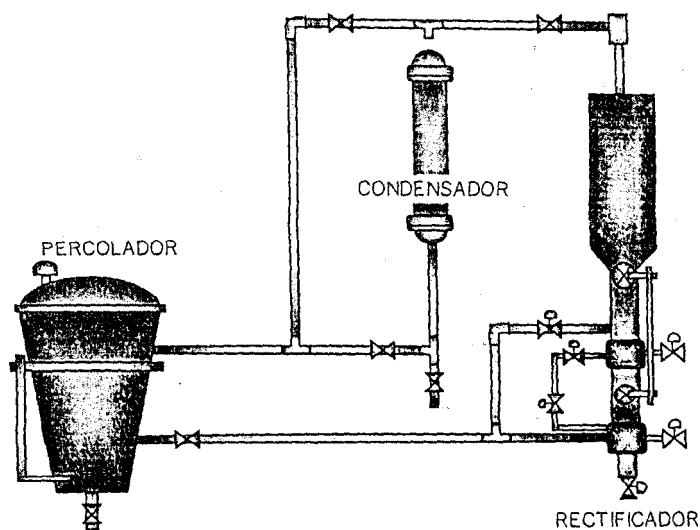
Percolador: Fabricado en acero inoxidable, con una canastilla para sólido a lixiviar; tiene también una tapa en acero inoxidable con un empaque de caucho y doce tornillos que permiten asegurar la tapa del percolador para evitar las fugas de los vapores que se generan en el proceso. El conjunto posee una chaqueta que permite la entrada de vapor vivo para la transferencia de calor hacia el interior del percolador, junto con una línea de entrada de vapor vivo al percolador para calentamiento directo con vapor. La instrumentación del mismo está conformada por un termómetro de 0 a 300°C con escala de 5°C, además el equipo cuenta con un manómetro para el vapor vivo de 0 a 60 psig con escala de 1psi.

Evaporador: Fabricado en acero inoxidable, es usado para la evaporación de la mezcla solvente – soluto con el fin de recuperar el solvente y que puede actuar como concentrador si el soluto es no volátil. Además esta provisto de dos calandrias poseen una camisa para calefacción con vapor vivo y enfriamiento con agua, tienen un medidor de nivel de vidrio. La calandria inferior posee entrada de alimento por debajo de ella y la superior tiene la entrada de alimento por encima de ella. También está provisto de una válvula de bola que permite retirar el extracto. En su instrumentación cuenta con un manómetro en la parte superior de 0 a 200 psig con escala de 5 psi.

Condensador: Construido en acero inoxidable, permite el intercambio de calor con agua de proceso que proviene de las respectivas tuberías de la planta. Este equipo condensa el vapor que sale del evaporador y posee además una línea de reflujo hacia el percolador, esta línea está provista de una mirilla de vidrio para verificar la presencia de condensado, esto para que no se presenten problemas de calentamiento del condensador por la falta de agua para el intercambio que permita la aparición de condensado en la línea de reflujo.

El equipo en general cuenta con servicios de agua de enfriamiento para el condensador y una línea de vapor proveniente de la caldera para el percolador y las calandrias.

Diagrama del equipo



Materiales

- Balde para la solución concentrada
- Balde para la solución diluida
- Bascula
- Picnómetro
- Termómetro
- Refractómetro
- Probeta*

- Embudo de decantación*
- Manguera*

4. PROCEDIMIENTO

Preparación y caracterización de materias primas:

- La muestra se prepara quitando manualmente las partes que no sean de interés, luego se homogeniza, lo mejor posible, la materia prima. Esto se hace inmediatamente antes de iniciar la extracción del aceite por el método que se haya seleccionado.
- Se realiza un lavado inicial del percolador, para lo cual se realiza un llenado del tanque del percolador con agua hasta el nivel dado.
- Se cierra la tapa del percolador.
- Se abre la línea de agua al condensador, las de vapor a las dos calandrias y, también completamente las líneas del percolador hacia el evaporador – concentrador.
- La purga del equipo debe realizarse durante unos 10 a 15 min para evitar que queden residuos.
- Se dispone el sólido al cual se le va a hacer la extracción en un pañuelo o en una media velada. Si el material es de tamaño relativamente grande y el proceso es de arrastre con vapor, se puede disponer directamente en el percolador sin necesidad de un recubrimiento.

Arranque:

- Colocar el sólido envuelto dentro de la canastilla ubicada dentro del percolador (si la práctica lo requiere).
- Llenar el percolador con la sustancia a utilizar como disolvente; posee una capacidad máxima de 25 litros. Este paso se omite si el proceso es de arrastre con vapor.
- Coloque la tapa del percolador asegurándose que el empaque del mismo quede correctamente puesto. Posteriormente proceder a colocar los tornillos para asegurar la tapa.
- Verificar: el sellado de la tapa, la línea de vapor, la de la entrada de la chaqueta del percolador de la siguiente forma: Abriendo completamente la válvula de entrada de la chaqueta y verificar que la válvula de entrada del vapor vivo al percolador permanezca completamente cerrada. Si el proceso es de arrastre con vapor, la entrada del vapor vivo al percolador debe permanecer abierta y la de la chaqueta puede estar o no abierta, ¡es decisión del operador!.
- Abrir las válvulas de entrada de agua al condensador y si se estima conveniente, abrir la válvula de reflujo hacia el percolador.
- Verificar que la válvula del percolador hacia el evaporador-concentrador se encuentre completamente cerrada para que no haya paso de líquido hacia este último.
- Cerrar la válvula de disposición del extracto en la parte baja del evaporador concentrador.
- Abrir las válvulas de entrada de vapor a las calandrias para permitir la evaporación del vapor y por lo tanto que el extracto sea concentrado a medida que el tiempo transcurre.
- Abrir la válvula del vapor hacia el equipo, la presión de operación no debe ser superiores a 15 psi.
- Abrir la válvula de la línea del percolador hacia el evaporador-concentrador.

- Permitir que el equipo se estabilice durante unos 20 o 30 minutos. Verificar en la mirilla de vidrio la presencia del condensado.

Toma de Datos:

- Empezar a retirar la solución concentrada continuamente a través de la válvula ubicada debajo de las calandrias.
- Tomar muestras cada 10 minutos del líquido concentrado en la parte inferior de las calandrias y medir: peso de la muestra, índice de refracción y su densidad, con la ayuda de un picnómetro.
- Cada 10 minutos tomar el dato de temperatura en el percolador y temperatura del condensado.
- Cuando el proceso es de arrastre con vapor se realizan los mismos tres puntos mencionados anteriormente, la diferencia radica en que el producto sale del condensador y no del evaporador.

Finalización:

- Para la parada del equipo, se procede a cerrar la válvula de entrada de vapor al equipo.
- Esperar a que la temperatura del equipo disminuya.
- Recolectar el líquido restante en el equipo por las válvulas inferiores del percolador y las calandrias.
- Se cierra el flujo de la línea del condensador al percolador.
- Se cierra la válvula de paso de agua al condensador
- Abrir la tapa del percolador.
- Extraer y pesar el sólido restante en el percolador.
- Pesar la solución concentrada y la diluida.
- Se deja destapado el equipo para que se enfríe.

5. TABLA DE DATOS

Presión de vapor vivo suministrado (Pv) = _____

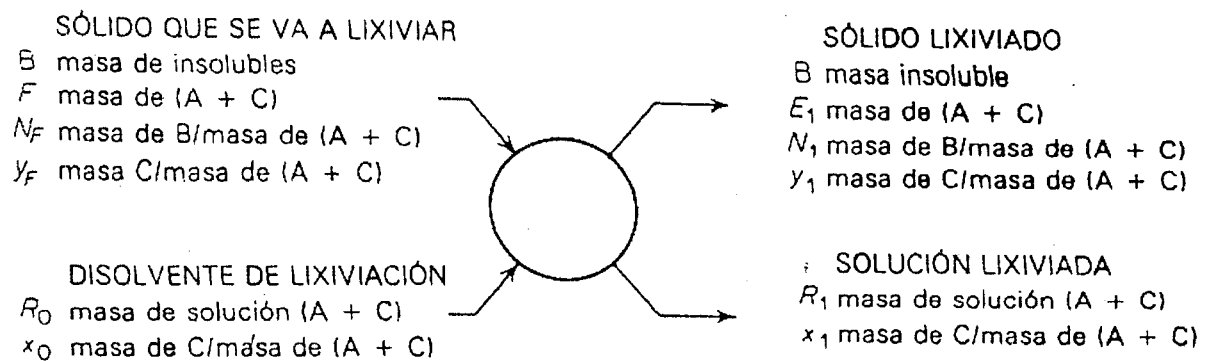
T (min)	Temperatura Condensado (°C)	Peso del Condensado (Kg)	Densidad muestra (g/cm ³)	Índice de Refracción muestra	Temperatura del percolador (°C)

6. CALCULOS

Es importante que se haga un cálculo aproximado del grado de lixiviación obtenible mediante cierto procedimiento, es decir, de la cantidad de sustancia soluble lixiviada de un sólido; con este propósito ha de conocerse:

- El contenido inicial de soluto en el sólido
- El número y cantidad de lavados con el disolvente de lixiviación
- La concentración de soluto en el disolvente de lixiviación

En el siguiente diagrama se representa la operación completa de lixiviación, incluyendo el mezclado del sólido y del disolvente de lixiviación y la separación mecánica de las fases insolubles resultantes mediante cualquier recurso utilizable. Los pesos de las distintas corrientes se expresan como masa en una operación por lotes, o como masa/tiempo en para flujo continuo.



Lixiviación o lavado en una sola etapa

Como para la mayoría de los fines el sólido B es insoluble en el disolvente y dado que se obtienen una solución de lixiviación líquida clara, el sólido B descargado en los sólidos lixiviados se tomará como el mismo que en los sólidos por lixiviar. Por definición de N,

$$B = N_F F = E_1 N_1$$

Un balance de soluto C,

$$F y_F + R_0 x_0 = E_1 y_1 + R_1 x_1$$

Un balance de disolvente A,

$$F(1 - y_F) + R_0(1 - x_0) = E_1(1 - y_1) + R_1(1 - x_1)$$