

LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS III

GUÍAS

EXTRACCIÓN SÓLIDO – LÍQUIDO

Septiembre de 2000

1. OBJETIVOS

- Aplicar los principios que rigen el proceso de lixiviación en la obtención de una sustancia a partir de un sólido utilizando un solvente.
- Verificar el cumplimiento del balance global de materia para la operación a desarrollar.
- Separar la sustancia obtenida y caracterizarla, identificando sus características físicas.
- Determinar el tiempo de contacto necesario para lograr una etapa ideal.
- Si la forma de realizar la práctica lo permite, determinar la curva de equilibrio práctica del sistema trabajado.

2. MARCO TEÓRICO

La extracción sólido líquido o lixiviación es una operación para separar los constituyentes solubles de un sólido inerte con un solvente.

El proceso completo de extracción suele comprender la recuperación por separado del solvente y del soluto.

La extracción sólido-líquido tiene gran importancia en un gran número de procesos industriales. En metalurgia en la extracción de: cobre con ácido sulfúrico, oro con cianuro, etc.

Muchos productos orgánicos naturales se separan de sus estructuras originales mediante lixiviación. Por ejemplo el azúcar se separa por lixiviación de la remolacha con agua caliente; los aceites vegetales se recuperan a partir de semillas, como las de soya y algodón mediante lixiviación con disolventes orgánicos; el tanino se disuelve a partir de raíces y hojas de plantas. El té y el café se preparan mediante técnicas y equipo muy similares a los utilizados en las verdaderas operaciones de lixiviación. Además, los precipitados químicos con frecuencia se lavan de sus aguas madres adheridas mediante técnicas y equipo muy similares a los utilizados en las verdaderas operaciones de lixiviación, como en el lavado de licor de sosa cáustica del carbonato de calcio precipitado después de la reacción entre óxido de calcio y carbonato de sodio.

Preparación del sólido

El éxito de una lixiviación y la técnica que se va a utilizar dependen con mucha frecuencia de cualquier tratamiento anterior que se le pueda dar al sólido.

En algunos casos, las pequeñas partículas del material soluble están completamente rodeadas de una matriz de materia insoluble. Entonces, el disolvente se debe difundir en la masa y la solución resultante se debe difundir hacia el exterior antes de poder lograr una separación. Esto es lo que sucede con muchos materiales metalúrgicos. La trituración y molienda de estos sólidos acelerará bastante la acción de lixiviación, porque las porciones solubles son entonces más accesibles al disolvente.

Los cuerpos vegetales y animales tienen una estructura celular, los productos naturales que se van a lixiviar a partir de estos materiales se encuentran generalmente dentro de las células. Si las paredes celulares

permanecen intactas después de la exposición a un disolvente adecuado, entonces en la acción de lixiviación interviene la ósmosis del soluto a través de las paredes celulares. Éste puede ser un proceso lento. Sin embargo, moler el material lo suficientemente pequeño como para liberar el contenido de las células es poco práctico y algunas veces indeseable.

OPERACIONES EN ESTADO NO ESTACIONARIO

Las operaciones en estado no estacionario incluyen aquéllas en que los sólidos y los líquidos se ponen en contacto únicamente en forma de lotes y también aquéllas en que un lote del sólido se pone en contacto con una corriente que fluye continuamente del líquido (método por semilotes). Las partículas sólidas gruesas generalmente se tratan en lechos fijos mediante métodos de percolación, mientras que los sólidos finamente divididos, que pueden mantenerse más fácilmente en suspensión, pueden dispersarse en todo el líquido con la ayuda de algún tipo de agitador.

Velocidad de extracción

La velocidad de extracción es afectada por los siguientes factores:

- Temperatura
- Concentración del solvente
- Tamaño de las partículas
- Porosidad
- Agitación

Al aumentar la temperatura se aumenta la velocidad porque la solubilidad es mayor, el aumento de temperatura es muy usado en procesos de reacción química. La temperatura máxima para cada sistema está limitada por: el punto de ebullición del solvente, el punto de degradación del producto o del solvente, solubilidad de impurezas y por economía.

La concentración del solvente es importante para soluciones acuosas, debido a la saturación y a la existencia de reacciones químicas, es de poca importancia cuando la extracción es controlada por difusión.

La reducción de partículas tiene gran importancia, porque aumenta el área de contacto y disminuye el tiempo necesario para la extracción, sobre todo para sólidos de baja porosidad.

La porosidad permite que el líquido penetre a través de los canales formados por los poros dentro del sólido, aumentando así el área activa para la extracción.

La agitación da una mayor eficiencia en la extracción debido a que disminuye la película de fluido que cubre la superficie del sólido en reposo y que actúa como una resistencia a la difusión.

El equipo puede ser de etapas o de contacto continuo; algunas industrias requieren un tipo especial de equipo, pero en general las dos técnicas usadas son: rociar el líquido sobre el sólido o sumergir el sólido completamente en el líquido, el equipo usado en cada caso depende mucho de la forma física de los sólidos y del costo. Partículas trituradas (grandes) son tratadas en lechos fijos por métodos de percolación. Partículas molidas (finamente divididas) son puestas en suspensión en tanques llenos de solvente por medio de agitación.

Los principales métodos para extracción de partículas trituradas son:

Extracción en el sitio

Extracción de montón

Tanques percolados

Sistema de multietapa en contracorriente.

Balance de materia

Supongamos que hemos cargado el tanque de percolación con un sólido finamente dividido y ya hemos pasado a través de él una cantidad suficiente de solvente como para considerar que el sólido ya está agotado.

Posteriormente dejamos un tiempo suficiente para que escurra la solución posible. Una vez transcurrido este tiempo, retiramos el sólido y encontramos que a pesar de haber esperado lo suficiente, el sólido aún continúa humedecido con la solución y que para separarlo definitivamente tendríamos que recurrir a diversos sistemas como prensado o evaporación, para lograr secar completamente el sólido y dejarlo libre de líquidos.

Esta situación que acabamos de describir es común a todos los procesos de lixiviación. Por tal razón se ha visto conveniente describir los balances de materia con algunos criterios diferentes que a continuación se detallarán.

En los procesos de lixiviación deberá considerarse como condición de equilibrio aquella que se presenta cuando todo el soluto es disuelto en el solvente.

Es posible que en algunos casos el sólido que contiene el soluto sea parcialmente soluble en el solvente, sin embargo, para efectos del presente estudio consideraremos solamente los casos en que el sólido desprovisto de soluto es insoluble en el solvente.

De igual forma, tan sólo se considera los casos en que no se presenta adsorción del líquido a la estructura interna del sólido.

Puesto que la condición de equilibrio se presenta cuando el soluto está completamente disuelto en el solvente, la concentración del soluto en el líquido remanente deberá ser la misma que en la solución separada del sólido.

Se define ahora a la fracción másica (o en peso) de la fase sólida como la cantidad de soluto presente en la fase sólida, dividido por la cantidad total de soluto y solvente que se encuentra asociadas a esta fase.

Sean:

A= solvente

B= sólido puro insoluble, libre de soluto y solvente.

C= soluto

x= fracción en peso (o en masa) en la fase líquida.

y= fracción en peso (o en masa) en la fase sólida.

De acuerdo con la definición de fracción másica descrita se tiene que:

$$y = C_s / (A_s + C_s) \quad x = C_l / (A_l + C_l)$$

en donde:

Cs: soluto que se encuentra en la fase sólida, ya sea que esté presente en la estructura del sólido o disuelto en el líquido asociado.

As: solvente asociado a la fase sólida.

C1: soluto disuelto en la fase líquida.

A1: solvente, en la fase líquida.

De acuerdo con el concepto de equilibrio definido para la operación de lixiviación, se cumple que:

$$y_{eq} = x_{eq}$$

la ecuación anterior representa una recta de pendiente $m=1$ en el diagrama x vs y .

La cantidad de líquido remanente que queda asociado a un sólido lixiviado depende de varios factores; entre ellos se destacan la densidad, la viscosidad del fluido y la tensión superficial.

En las operaciones de varias etapas se pueden presentar que la cantidad de líquido retenido o remanente sea la misma a la salida de cada etapa. En este caso el balance de materiales se facilita puesto que las curvas o líneas de operación serán siempre rectas en los diagramas x vs y .

Balances en una etapa

Sólido por lixiviar sólido lixiviado

Etapas de

lixiviación

solvente solución de lixiviación

En la figura se representa esquemáticamente la operación de lixiviación en una etapa. Esta etapa incluye la operación completa: mezcla y separación de las fases.

Estudiemos ahora cada una de las corrientes que intervienen:

Sólido por lixiviar: está compuesto por el sólido insoluble (B) y la totalidad del soluto (C).

En el caso de que el sólido por lixiviar provenga de una operación anterior en que ya haya entrado en contacto con solvente, su composición estará dada por el sólido insoluble (B) y una cantidad de solvente y soluto (F) asociados al sólido. El término (F) se expresará como masa de (A+C).

Para poder expresar mejor la situación inicial del sólido que se va a lixiviar, se define a NF como la relación de masa de sólido insoluble sobre masa de solvente y soluto asociados al sólido, expresada en masa de B/masa de (A+C).

Tomando la definición de la ecuación 1, redefinimos a y_1 como la fracción másica del soluto expresada como masa de soluto C sobre masa de solvente mas soluto (A+C) presentes en el sólido por lixiviar.

De acuerdo con las definiciones anteriores, se tiene:

$$\text{Sólido por lixiviar} = B + F$$

$$B = NFF$$

Solvente: esta corriente, también llamada líquido lixivante, está compuesta, o por solvente puro o por solvente con algo de soluto (si provienen de operaciones anteriores).

Si consideramos como caso general el segundo, podremos definir a esta corriente con una nueva nomenclatura: Ro que contiene solvente (A) y soluto (C).

De acuerdo con lo anterior, x será la composición de Ro o la fracción másica (o en peso) del soluto, expresado como masa de C dividido por masa de (A+C).

Sólido lixiviado: después de la operación de lixiviación se separan las dos fases y el sólido lixiviado quedará con algo de solución remanente asociada al sólido.

Definimos nuevos términos de acuerdo con las siguientes características del sólido lixiviado:

B : masa de sólidos insolubles presentes en el sólido lixiviado.

E1 : masa de solución remanente asociada al sólido. (en el caso de haberse conseguido el equilibrio). O masa de soluto y masa de solvente en el sólido lixiviado. Este término siempre se expresará como masa de (A+C).

N1 : relación de masa de sólido insoluble con respecto al solvente y soluto asociado. Expresada como masa de B/masa de (A+C).

y1 : fracción másica del soluto en el sólido lixiviado, expresado como masa de C/masa de (A+C).

De acuerdo con lo anterior, tendremos:

$$\text{Sólido lixiviado} = B + E1$$

$$B = N1E1$$

Solución de lixiviación: esta corriente es la solución concentrada, llamada también extracto o miscela. Sus componentes son: solvente (C) y soluto en solución (A).

La nomenclatura que se usará, será:

R1 : solución de lixiviación expresada como masa de (A+C).

x1 : fracción másica (o en peso) del soluto en R1, expresado como masa de C/masa (A+C).

De acuerdo con los términos definidos, un balance total de materia sobre una operación de una etapa será:

$$F(1+NF) + Ro = E1 (1 + N1) + R1$$

Pero dado que $B = NFF = N1E1$, la ecuación anterior puede transformarse en:

$$F + Ro = E1 + R1 = M1$$

En donde M, es el resultado de la mezcla sin tener en cuenta los sólidos insolubles . M1 estará expresado como masa de (A+C).

$$Y_{FF} + x_{oR_o} = y_{1E_1} + x_{1R_1}$$

La operación de lixiviación en una etapa puede ser descrita gráficamente, aprovechando la circunstancia que el estado de equilibrio se cumple la ecuación $y_{eq} = x_{eq}$.

NF F

N1 E1

NM1 M1

X0 x1=y1 yF

x,y

La abscisa de la figura representa la fracción en peso de soluto (C) con respecto al soluto + solvente (A+C). La ordenada representa los valores de N en masa de B/masa de (A+C).

Para una etapa que ha de conseguir el equilibrio las corrientes E1 y R1, tiene la misma composición ($x_1=y_1$).

En la mayoría de las operaciones reales, al separar las corrientes de salida no se ha obtenido el equilibrio perfecto y se encuentra que el valor de y_1 es ligeramente superior al de x_1 .

La intersección de los valores de y_F y NF define el punto de entrada de los sólidos por lixiviar. Este punto se ha identificado como F en la figura.

El punto M1 resulta de la intersección de las rectas RoF y E1R1. La relación másica Nm1 puede deducirse de lo anterior.

$$NM1 = B/M = B / (F + F_o) = B / (E1 + R1)$$

Para un sistema que alcanzó el equilibrio y cuya separación de fases fue perfecta el valor de YM1 será el mismo de x_1 e y_1 ; de lo contrario, cuando x_1 e y_1 sean diferentes, entonces:

$$YM1 = (y_{FF} + x_{oR_o}) / (F + R_o) = (y_{1E_1} + x_{1R_1}) / (E1 + R1)$$

Analicemos ahora que sucede cuando el sólido lixiviado retiene una cantidad de líquido (soluto+ solvente) diferente a la cantidad original.

NF F

N1 E1

N = f(y)

NM1 M1

X0 (R1)_{eq} y1 yF

x,y

Por lo general en la medida que la composición y vaya aumentando, la relación A+C presente en el sólido irá también aumentando; por lo tanto la relación $N = B/(A+C)$ irá disminuyendo al aumentar el valor de y.

En la figura se aprecia una curva $N = f(y)$ que representa la relación sólidos insolubles/(soluto + solvente asociados), en el sólido lixiviado, para distintos valores de la composición en el equilibrio (y). Por tal razón tanto el punto (E1)_{eq} como E1 se encontrarán sobre dicha curva, en vez de encontrarse sobre la recta NFF.

Cuando esta circunstancia se presenta el método analítico de resolución de problemas se puede complicar un poco, cuando no se dispone de los datos suficientes. En estos casos se recomienda utilizar métodos gráficos de resolución para lo cual se requiere dibujar los diagramas a escala.

ÍNDICE DE REFRACCIÓN

Cuando un rayo de luz pasa de un medio a otro de diferente densidad, se observa un brusco cambio de dirección del haz a consecuencia de la diferencia en la velocidad de radiación en los dos medios.

Esta diferencia de velocidad es debida a la acción recíproca entre el campo eléctrico de radiación y los electrones de enlace de la materia. A este fenómeno se le llama refracción. Si el segundo medio es ópticamente más denso que el primero, el rayo tiende a ser perpendicular a la superficie limitante. El ángulo del rayo incidente con la perpendicular a la superficie limitante de separación se llama ángulo de incidencia (i) y el correspondiente al segundo medio se llama ángulo de refracción (r).

El índice de refracción es la relación entre el seno de i y el seno de r y se representa por n

En donde:

v_1 = velocidad de la luz en el medio 1

v_2 = velocidad de la luz en el medio 2

El índice de refracción se expresa como n_D^t , donde t indica la temperatura a la cual se hizo la determinación y D significa que se emplea luz de longitud de onda de las líneas D del sodio (el doblete amarillo 5.890 – 5.896 Å)

El índice de refracción es una característica constante para un medio particular. Sirve para identificar determinar la naturaleza de las sustancias y para calcular la composición de mezclas binarias homogéneas de constituyentes conocidos.

3. DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO

El equipo está diseñado para realizar operaciones de separación de sustancias líquidas contenidas en un sólido mediante la utilización de un disolvente que permite que se realice la separación. Está compuesto por un percolador, un evaporador–concentrador, un condensador, instrumentos de medida, tuberías, accesorios y válvulas.



Equipo de extracción sólido-líquido ubicado en el Laboratorio de Ingeniería Química

- **Percolador:** Fabricado en acero inoxidable tipo 304 , de forma truncada, y provisto de una canastilla en donde se ubica el sólido al cual se le va a realizar la operación de extracción de su componente líquido; está provisto de una tapa también 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. También posee una chaqueta que permite la entrada de vapor vivo para la transferencia de calor hacia el interior del percolador, esto es para un calentamiento indirecto; también posee una línea de entrada de vapor vivo al percolador para cuando el proceso indique que se debe realizar una operación con estas circunstancias de entrada de vapor vivo al percolador.

Especificaciones de diseño:

Capacidad máxima de sólidos: 28.3 litros.

Capacidad máxima de concentrados: 3.78 litros

Presión máxima de vapor suministrado a las camisas de calefacción: 15 psig.

- **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 en la línea de y 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.
- **Evaporador – Concentrador** : Fabricado en acero inoxidable, permite la evaporación de uno de los componentes que después es llevado al condensador, y si se estima conveniente, se puede regresar mediante reflujo al percolador; el otro componente es entonces concentrado a medida que aumenta el tiempo del proceso. Cuenta con dos calandrias (superior e inferior) y un cuerpo de ebullición. Cada calandria posee una camisa para calefacción con vapor vivo y enfriamiento con agua; las dos calandrias 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. El cuerpo de ebullición es de forma cónica en el fondo y cilíndrica en su parte superior. También está provisto de una válvula de bola que permite retirar el extracto.
- **Tuberías y válvulas** : Los conductos de vapor vivo y su condensado y de agua de enfriamiento son de hierro galvanizado, los demás conductos son de acero inoxidable. La tubería de hierro galvanizado posee los siguientes accesorios: codos de 90 grados, tes, uniones y universales del mismo material. Las tuberías de acero inoxidable poseen los siguientes accesorios del mismo material: codos de 90 grados, tes, crucetas, universales y uniones.

Para suministro de vapor vivo el sistema posee una válvula de globo de bronce. La línea de vapor y agua de enfriamiento posee válvulas de compuerta de bronce. Las demás válvulas son del tipo bola, todas ellas de acero inoxidable. Una distribución de las válvulas instaladas se puede ver en el diagrama de flujo.

• **Instrumentos de medida :**

Manómetro de carátula para leer la presión de vapor vivo suministrado.

Dos termómetros bimetálicos, localizado en la tapa del percolador y otro en la tubería de condensado del vapor vivo.

El percolador y el evaporador–concentrador están asegurados a una estructura de tubos, cuyas patas están empotradas al piso.

Además de este equipo para realizar la práctica se necesita disponer de:

- Equipo de destilación de laboratorio, que consta de:
 - Fuente de calentamiento (Mechero o estufa)
 - Balón de 500 ml con boca esmerilada (Donde se ubicará el extracto)
 - Soporte para balón
 - Condensador
 - Erlenmeyer para recolección de destilado de 500 ml

- Soporte y pinzas para el condensador
- Requerimientos de agua de enfriamiento.
- Un trozo de media velada o pañuelo, para que no quede sólido en el extracto.
- Cronómetro: Para tomar la muestra en el intervalo de tiempo preciso.
- Termómetro: Para verificar temperaturas.
- Recipientes: Para recoger las muestras y el solvente retirado
- Probeta: Para medir volúmenes de solvente
- Refractómetro: Para medir los índices de refracción de las diferentes muestras.
- Picnómetro: Para medir la densidad de la muestra final y de las sustancias que se necesiten.
- Balanza.
- Secador indirecto: para secar el sólido lixiviado (si no implica ningún peligro por las sustancias con que se trabajan).

4. PROCEDIMIENTO

- Lavar el percolador teniendo en cuenta usos anteriores, llenando el tanque del percolador con agua hasta cierto nivel, posteriormente cerrar la tapa del percolador, abrir las líneas de agua al condensador, las líneas de vapor hacia las dos calandrias y abrir completamente las líneas del percolador hacia el evaporador–concentrador. Se debe realizar la purga durante diez a quince minutos para permitir que no queden residuos de prácticas realizadas anteriormente.
- Colocar el sólido previamente preparado para la extracción (cortado o molido), en un pañuelo o en una media velada, pesarlo, y luego colocarla dentro de la canastilla del percolador.
- Llenar el percolador con el solvente a utilizar. El tanque del percolador tiene una capacidad aproximada de 2.5 litros hasta su rebose, el llenado se debe realizar de acuerdo a las condiciones que se van a manejar dentro del proceso.
- Colocar la tapa del percolador asegurándose que el empaque quede del mismo quede correctamente puesto. Después colocar los tornillos en pares teniendo en cuenta el tornillo que queda en su lado opuesto y asegurarlos al mismo tiempo para asegurar la tapa.

Puesta en marcha

Asegurándose que la tapa del percolador esté bien sellada, se procede a verificar las líneas de vapor, tanto a la entrada de la chaqueta al percolador como la de la entrada de vapor vivo al mismo, de acuerdo con el tipo de proceso a realizar se deben disponer esas dos líneas de la siguiente manera:

- Si se va a usar vapor vivo, abrir completamente la válvula de entrada de vapor vivo al percolador y verificar que la válvula de entrada de vapor a la chaqueta permanezca completamente cerrada.

Si se va a disponer de vapor vivo a través de la chaqueta, abrir completamente la válvula de entrada del vapor a la chaqueta y verificar que la válvula de entrada de vapor al percolador esté completamente cerrada.

- Abrir las válvulas de entrada del agua al condensador y abrir la válvula de reflujo hacia el percolador.
- Verificar que la válvula del percolador hacia el evaporador concentrador se encuentre totalmente 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 (en caso de usar el evaporador al mismo tiempo que se está extrayendo la sustancia en el percolador)
- Abrir el paso de vapor desde la línea principal de la planta hacia el equipo teniendo en cuenta que la presión de operación sea menor de 15 psig.
- Abrir la válvula de la línea del percolador hacia el evaporador–concentrador, asegurándose que la válvula de disposición del extracto en la parte inferior permanezca constante. Este paso sólo se realiza en caso de

querer concentrar la sustancia al mismo tiempo que la extraen.

- Permitir que el equipo se estabilice durante unos veinte a treinta minutos, verificando que las condiciones de proceso sean estables de acuerdo con las que se van a manejar en la práctica escogida.
- Se puede abrir la línea de disposición del extracto para tomar muestras en intervalos de tiempo, para verificar la obtención de éste.
- Medir las propiedades necesarias para cada muestra (índice de refracción, densidad, etc)
- Detener la toma de muestras hasta lograr la o las etapas ideales (hasta que no haya variación de propiedades), según como se haya realizado la práctica.

Parada del equipo

- Cerrar la válvula de paso de vapor de la línea principal.
- Dejar el equipo durante unos diez minutos para su estabilización.
- Desalojar el extracto del percolador.
- Cerrar el reflujo de la línea del condensador al percolador.
- Cerrar la línea de alimentación de agua al condensador.
- Abrir la tapa del percolador para retirar el sólido lixiviado, para luego pesarlo y secarlo (al aire libre o en un secador).
- Dejar libre la tapa del percolador y cerrar las válvulas que se encontraban abiertas.

En el caso de no haber usado el evaporador–concentrador durante la extracción, entonces se sigue de la siguiente manera para concentrar el extracto recolectado en este mismo:

- Abrir la válvula que conecta el embudo con el evaporador e introducir el extracto.
- Abrir la válvula que conecta el condensador con el evaporador.
- Abrir la línea de alimentación de agua al condensador.
- Abrir las válvulas de entrada de vapor a las calandrias para permitir la evaporación del solvente.
- Recolectar el solvente proveniente del condensador.
- Cuando ya no se recoja mas solvente, detener la operación, cerrando las válvulas de entrada de vapor a las calandrias y cerrando la alimentación de agua al condensador.
- Recoger el extracto y pesarlo al igual que el solvente retirado.
- Cerrar las demás válvulas.

Si no se logró el grado de concentración deseado, y si las propiedades del solvente y extracto lo permiten, se puede llevar a cabo una destilación sencilla del extracto obtenido del evaporador a nivel de laboratorio. Ésta se realiza de la siguiente manera:

- Colocar el extracto en el balón.
- Montar el equipo.
- Iniciar el calentamiento.
- Operar hasta recuperar lo más que se pueda de solvente.
- Caracterizar el extracto obtenido.

Precauciones

- Verificar continuamente la presencia de condensado en la mirilla del condensador, ya que si no se presentara indicaría que posiblemente no hay paso de agua al condensador y esto podría ocasionar el calentamiento tanto del condensador, como de las líneas de agua.
- Observar continuamente la presión de operación y la temperatura de los vapores que salen del percolador, ya que esto podría ser un inconveniente de sobrepresión del sistema o por las mismas condiciones de operación para un rendimiento mayor en la extracción.
- Verificar que la válvula de paso de vapor vivo al percolador esté cerrada.

• **TABLA DE DATOS**

DATOS INICIALES	
Presión vapor vivo (psig)	
Temperatura vapores en el percolador (°C)	
Peso canasta (g)	
Peso trozo media velada(g)	
Peso media velada con el sólido (g)	
Concentración inicial del solvente	
Volumen solvente agregado	
Densidad del solvente	
TIEMPO	ÍNDICE DE REFRACCIÓN, DENSIDAD, ETC

Extracto final percolador (extracto 1) (g)
Solvente recuperado en el evaporador (S1) (g)
Extracto concentrado en el evaporador (extracto 2)(g)
nD (extracto 2)
Densidad extracto 2 (g/ml)
Solvente recuperado en la destilación (S2) (g)
Extracto concentrado en la destilación (extracto 3) (g)
nD (extracto 3)
Densidad extracto 3 (g/ml)
Color extracto final
Olor extracto final

SECADO SÓLIDO LIXIVIADO	
Peso bandeja vacía (g)	
Peso bandeja mas sólido (g)	
Peso bandeja mas sólido seco (g)	
Volumen de solvente recuperado (ml)	
Peso solvente retirado (S3) (g)	

• **MUESTRA DE CÁLCULOS**

Balance de materia.

$$F + ST = ET + SL + \text{Pérdidas}$$

$$F + S1 + S2 + S3 = E2 + E3 + SLS + \text{Pérdidas}$$

F : Alimento (Sólido) g.

ST : Solvente total g.

SL : Sólido lixiviado g.

ET : Extracto total g.

SLS : Sólido lixiviado seco g.

Esquema del balance de materia

Si una de las propiedades tomadas fue el índice de refracción, se puede hallar la concentración de un determinado componente realizando la curva de calibración de un refractómetro determinado con sustancias de concentraciones conocidas.

Si durante la práctica se hallaron varios datos de equilibrio, se puede entonces trazar la curva de equilibrio práctico, conociendo o hallando la cantidad de solvente, soluto e insolubles en cada fase.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Manual del equipo de extracción sólido líquido, LIQ-PP, Universidad Nacional de Colombia
- MORENO, Pedro y URDANETA, Mario. Laboratorio de Química Orgánica I Manual de Prácticas. Universidad Nacional de Colombia, 1985
- TREYBAL. Robert E. Operaciones de Transferencia de Masa. Segunda edición. Editorial McGraw-Hill, México.. 1988.

13

Sólido (F)

Sólido lixiviado húmedo

(SL)

Sólido húmedo

Solvente (S3)

Solvente (S3)

Aceite + solvente

(E1)

Aceite impuro (E2)

Solvente (S1)

Solvente (ST)

Solvente (S2)

Sólido lixiviadoseco

(SLS)

Aceite puro (E3)

SECADO

NATURAL

SEPARACIÓN POR EVAPORACIÓN

SECADO

INDIRECTO

EXTRACCIÓN

DESTILACIÓN

Medio 1

Medio 2

i

r

Percolador

Línea de vapor

Condensador

Evaporador – Concentrador

Mirilla

Calandrias

Medidor de orificio

Embudo