

Extracción sólido-líquido

Objetivos de la práctica

- Determinar la concentración de saturación del soluto en el disolvente en un sistema ternario arena-azúcar-agua, estableciendo la zona operativa del diagrama triangular para este sistema.
- Obtener la fracción de disolución retenida por el componente inerte o “curva de retención” sobre el diagrama triangular de este sistema ternario.

Fundamento teórico

El desplazamiento de uno o varios de los componentes de una mezcla fluida respecto a la masa global de la misma debido a la acción de una fuerza impulsora (diferencia de concentraciones del componente que se desplaza) se conoce como **transferencia de materia**. Si ésta se produce entre fases, puede aprovecharse el fenómeno para obtener la separación de los componentes de una mezcla.

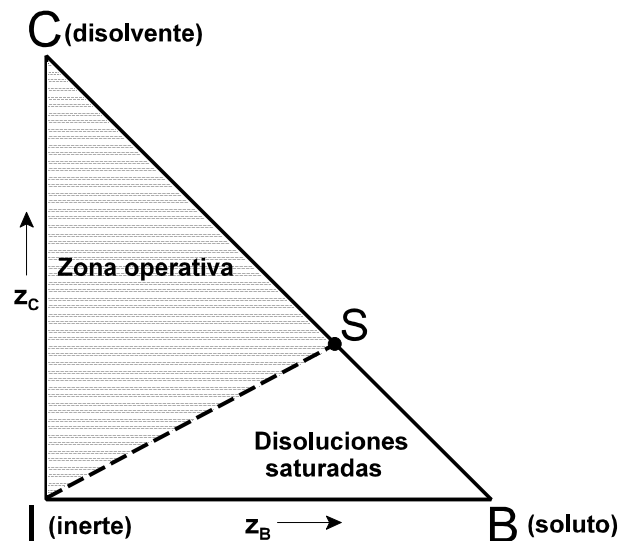
Las operaciones de separación por transferencia de materia tienen como objetivo la separación de los componentes de una mezcla originalmente homogénea, haciendo posible el paso de algunos de ellos a una segunda fase, con lo que aquélla se pone en contacto. Esta segunda fase a veces es necesario añadirla al sistema, sin proceder de la mezcla original: es el caso de la **extracción**.

La extracción es una operación de separación por transferencia de materia en la que se ponen en contacto dos fases inmiscibles con objeto de transferir uno o varios componentes de una fase a otra. Si la mezcla original está en fase sólida y se pretende separar de ella un componente (*soluto*) de otro (*inerte*) mediante su contacto con una fase líquida (*disolvente*) que lo disuelve selectivamente, se habla de una **extracción sólido-líquido** o **lixiviación**.

Para llevar a cabo la extracción será necesario, en primer lugar, poner en contacto íntimo las dos fases hasta conseguir la transferencia de soluto de la mezcla original al disolvente. Una vez finalizada esta etapa de transporte de materia, se procede a la separación de las fases, obteniéndose una mezcla de disolvente y soluto llamada “*extracto*” y una mezcla de la que se ha extraído el soluto, denominada “*refinado*”, que estará formada por la fase sólida inerte con una parte de la disolución retenida.

El análisis del proceso de extracción sólido-líquido generalmente se lleva a cabo

sobre un diagrama triangular, al tratarse de un sistema ternario, que a una presión y a una temperatura determinadas se representa mediante un triángulo rectángulo isósceles, tal como se indica en la figura.



En los vértices del triángulo se representan los componentes puros, reservándose el ángulo recto para el sólido inerte (**I**) y, en el sentido de las agujas del reloj, el disolvente líquido (**C**) y el soluto sólido (**B**). Los lados representan mezclas binarias de los componentes de los vértices correspondientes y los puntos interiores al triángulo representan mezclas ternarias. Cualquier punto del triángulo corresponde a una composición expresada en fracciones másicas (o molares): si se trata de una composición de la fase extracto se suele representar como (y_B, y_C), mientras que si es una composición de la fase refinado se representa como (x_B, x_C). Obsérvese que al operar en concentraciones fraccionales, cualquier punto de la fase refinado ha de cumplir que:

$$x_I + x_B + x_C = 1$$

mientras que para la fase extracto, al no haber inerte, se cumplirá que:

$$y_B + y_C = 1$$

Si el soluto no es totalmente soluble en el disolvente, existirá una concentración de saturación a la temperatura del sistema, representada por un punto tal como el **S** sobre el diagrama triangular. Cualquier mezcla de inerte y disolución saturada se hallará situada sobre el segmento **IS**, que divide al diagrama ternario en dos zonas:

- La situada a la **derecha** del segmento **IS**, que representa a todas las mezclas en las cuáles las disoluciones representadas están saturadas, ya que todos los

puntos de esta zona representan fracciones del soluto mayores a los correspondientes valores de saturación.

- La situada a la **izquierda** del segmento **IS**, que representa a todas las mezclas en las cuáles las disoluciones representadas **no** están saturadas, ya que todos los puntos de esta zona representan fracciones del soluto menores a los correspondientes valores de saturación.

Obsérvese que en casi todas las extracciones sólido-líquido se obtiene una sola disolución no saturada, ya que se trata siempre de conseguir una elevada recuperación del soluto o de producir un sólido inerte lo más libre posible de soluto, es decir, siempre se operará con la suficiente cantidad de disolvente como para que se pueda obtener disoluciones no saturadas. Por tanto, en el diagrama triangular se trabajará en la zona de disoluciones no saturadas que será, pues, la “**zona operativa**”.

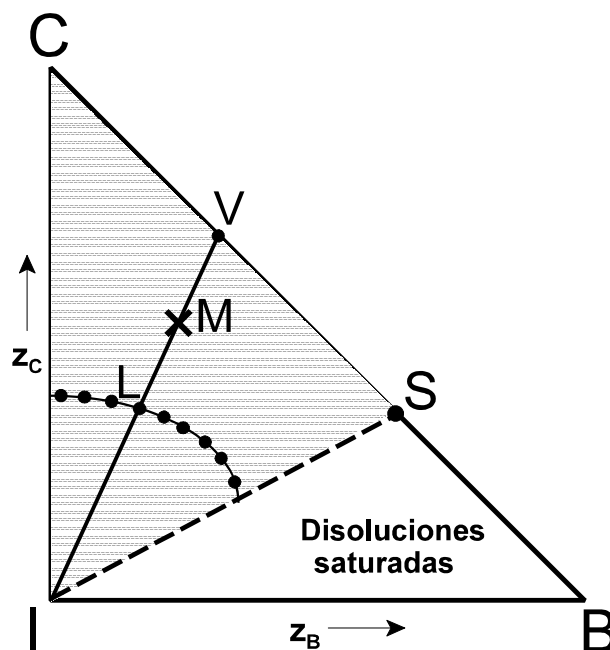
El método más sencillo de operar en extracción sólido-líquido es el citado de poner en contacto el sólido con el disolvente y separar luego la disolución formada del sólido residual insoluble. Esta operación se denomina “**contacto simple**”. Si la cantidad total de disolvente que se va a utilizar se subdivide en varias fracciones y el sólido es extraído sucesivamente con cada una de ellas se habla de un “**contacto múltiple en corriente directa**”, lo que mejora la recuperación del soluto, pero en disoluciones relativamente diluidas. Se obtienen una elevada recuperación del soluto y una disolución de elevada concentración cuando se lleva a cabo un “**contacto múltiple en contracorriente**”, en el que la disolución formada se pone en contacto con el sólido original, mientras que el sólido ya casi agotado es el que se pone en contacto con el disolvente puro.

Como puede observarse, a medida que aumenta la complejidad de la operación aumenta su rendimiento y, por tanto, su importancia como aplicación industrial; no obstante, el contacto simple es el método preferido para trabajar en el laboratorio, sobre todo cuando es necesario obtener parámetros del sistema necesarios para el cálculo de las complejas unidades industriales.

En la extracción sólido-líquido siempre hay que poner en contacto íntimo una carga formada por el soluto y el inerte con el disolvente y separar luego la disolución del soluto en el disolvente (extracto) de la fase sólida (en la que sólo queda inerte)

impregnada de dicha disolución. En los procesos de extracción sólido-líquido se habla de “*etapa ideal*”, “*etapa teórica*” o “*etapa de equilibrio*” si esa disolución retenida tiene la misma composición que la disolución separada como extracto, es decir, si todo el soluto se disuelve. Obsérvese que el empleo de las expresiones mencionadas para definir esta condición en ningún caso debe interpretarse en el sentido de la existencia de un equilibrio de saturación entre la disolución y el soluto retenido por el sólido.

El análisis de esta etapa ideal sobre el diagrama triangular permite establecer que cualquier mezcla ternaria situada en la zona operativa representada por un punto tal como el **M**, permitirá obtener un extracto representado por el punto **V** (fase líquida de dos componentes) y un refinado representado por el punto **L** (fase sólida con disolución de la misma concentración que el extracto), situado sobre una curva denominada “**curva de retención**”, que expresa la relación entre la cantidad de disolución retenida y la cantidad de inerte. Esta relación no es un factor de equilibrio, puesto que sólo depende de la naturaleza del sólido y del disolvente, sino de otros varios factores, por lo que habrá de ser determinada experimentalmente en unas condiciones lo más parecidas posibles a las que vayan a existir en el dispositivo experimental.



La determinación experimental de los puntos de la curva de retención puede llevarse a cabo añadiendo a una cantidad determinada de carga (inerte + soluto) cantidades variables de disolvente, o lo que es lo mismo, añadiendo a una cantidad

determinada de inerte cantidades determinadas de disolución (soluto + disolvente) de composiciones variables. Conociendo éstas y la retención producida en cada caso, podrán determinarse las correspondientes coordenadas sobre el diagrama triangular y, por tanto, trazar la curva de retención.

En efecto, si se representa la retención por **R** y la cantidad de disolución retenida por **D**, la definición de retención permite poner:

$$R = \frac{D}{I}$$

Como se desea obtener las coordenadas de la curva de retención, es decir las correspondientes coordenadas de la fase refinado en el diagrama triangular, se tendrá, para el soluto:

$$x_B = \frac{B}{D + I}$$

Como la disolución retenida tiene la misma concentración que la fase extracto:

$$B = D y_B$$

Por tanto:

$$x_B = \frac{D y_B}{D + I}$$

y teniendo en cuenta la definición de retención:

$$x_B = \frac{IR y_B}{IR + I} = \frac{R}{R + 1} y_B$$

Análogamente, para el disolvente:

$$x_C = \frac{R}{R + 1} y_C$$

o, lo que es lo mismo, en función del soluto:

$$x_C = \frac{R}{R + 1} (1 - y_B)$$

Dispositivo experimental

Los ensayos de extracción sólido-líquido se llevan a cabo en matraces de vidrio de 100 ml de capacidad, utilizando como productos azúcar comercial, arena blanca de playa tamizada (con tamaños de partícula comprendidos entre 0,5 y 0,8 mm) y agua

destilada. Se dispone asimismo de varias probetas, una balanza de precisión y un refractómetro

Realización práctica

Se preparará en primer lugar una disolución saturada de azúcar. Para ello se vierten unos 150 ml de agua destilada en un matraz y se le va añadiendo azúcar, agitando hasta lograr la total disolución. Se sigue añadiendo el soluto y se agita hasta conseguir que no se disuelva más azúcar, dejando un pequeño exceso en el fondo para asegurar la saturación. Se tendrá así una disolución saturada, cuya concentración se medirá por refractometría y que servirá como base para realizar los ensayos posteriores conducentes a la obtención de la curva de retención del sistema ternario arena-azúcar-agua.

Para obtener los datos de retención se prepararán **5** matraces de la siguiente forma: se introduce en cada uno de ellos unos **20 g** de arena y unos **50 ml** de mezclas disolución saturada - agua destilada, en proporciones comprendidas entre **0 y 100%**, a intervalos del **25%**. A continuación se realiza la operación de extracción para cada muestra: se agita el contenido del matraz, se deja reposar y sedimentar la arena y se decanta cuidadosamente la disolución sobrenadante sobre otro matraz, separando la máxima cantidad posible de la arena sin que ésta sea arrastrada; se determina la concentración del líquido recogido por análisis refractométrico.

Obsérvese que si se realizan las pesadas adecuadas, podrán conocerse exactamente cada uno de los componentes del sistema, antes y después de la extracción, lo que permitirá no sólo efectuar los cálculos necesarios para obtener la curva de retención, sino además comprobar los correspondientes balances de materia.

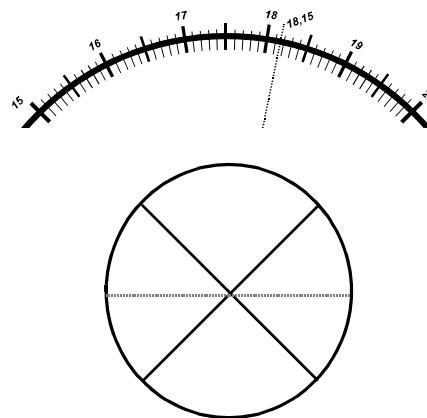
Una vez terminadas todas las operaciones, se desechan las disoluciones azucaradas, se reúnen todas las fracciones de arena, y se procede a su lavado con agua y secado para su reutilización posterior.

Refractometría

La determinación del índice de refracción se lleva a cabo mediante un refractómetro de prismas. Se coloca una película de la muestra líquida (la gota pendiente de una varilla de vidrio) entre dos prismas por los que atraviesa una luz

monocromática (vapor de sodio, amarilla) y se ajusta el ángulo de incidencia mediante un cursor de hilos enfocado sobre la interfase de los prismas. El resultado de este ajuste se lee mediante otro visor sobre una escala graduada directamente en forma de fracción másica de azúcar. En la figura se muestra un ejemplo de las imágenes de sendos visores.

La muestra se mantiene a temperatura constante mediante un circuito de agua exterior, regulado con un termostato. Antes de introducir la muestra deben limpiarse los prismas con unas gotas de acetona y una torunda de algodón. Una vez analizada la muestra, debe retirarse ésta mediante una torunda de algodón y volver a limpiar los prismas con acetona. La lectura correspondiente a cada muestra debe efectuarse, al menos, tres veces.



Presentación de los resultados

1. Construir un diagrama triangular, identificando los vértices del triángulo rectángulo con los componentes del sistema.
2. Situar sobre el diagrama la disolución saturada de azúcar y definir la zona operativa.
3. Determinar la cantidad y la concentración de cada uno de los extractos obtenidos.
4. Determinar la retención de cada uno de los refinados obtenidos.
5. Calcular las composiciones de cada uno de los refinados, ubicarlas sobre el diagrama triangular y trazar la curva de retención.
6. Obtener la cantidad de disolución retenida en el refinado mediante un balance de materia y comparar este valor con el obtenido pesando el refinado.

Bibliografía

- Brown, G.G y otros; "Operaciones básicas de la Ingeniería Química", Manuel Marín & Cía. Ed., Barcelona (1955).
- Vian, A. y Ocón, J.; "Elementos de Ingeniería Química", 5ª ed., Ed. Aguilar, Madrid (1972).

