

**República Bolivariana de Venezuela**  
**Ministerio del Poder Popular para la Educación Superior**  
**Instituto Universitario de Tecnología "Alonso Gamero"**  
**Laboratorio de Procesos Químicos**  
**Operaciones Unitarias II**



**PRÁCTICA**

**EXTRACCIÓN LÍQUIDO - LÍQUIDO**

**OBJETIVOS DE LA PRÁCTICA:**

- Reforzar los conocimientos previos consultados.
- Instruirse para controlar y operar la planta de Extracción líquido - líquido, pulsada. (Planta I.U.T.A.G).
- Realizar comprobaciones de balance de materia.
- Calcular la fracción másica del ácido benzoico en la alimentación ( $X_a$ ).
- Calcular la fracción másica del ácido benzoico en el disolvente ( $Y_s$ ).
- Calcular la fracción másica del ácido benzoico en el refinado ( $X_r$ ).
- Calcular el flujo másico del extracto ( $W_e$ ) y refinado ( $W_r$ ).
- Calcular la fracción másica del extracto ( $Y_e$ ) por la ecuación y por balance de materia.
- Calcular el flujo másico del refinado por sección transversal de la columna (R).
- Calcular el N° de etapas por el método gráfico.
- Calcular el N° de etapas por las ecuaciones de Kremser-Brown-Souders.
- Calcular el N° de etapas por el diagrama de Líq-Líq.

**FUNDAMENTOS TEÓRICOS:**

Muchas sustancias biológicas, así como compuestos inorgánicos y orgánicos, se encuentran como mezcla en un determinado componente, es por ello que para lograr separar el soluto deseado o eliminar un soluto indeseable en la solución, es necesario ejercer una operación unitaria, de acuerdo a las fases presentes en la solución, en el caso de la extracción líquido-líquido ésta se caracteriza por ser una operación de transferencia de materia basada en la disolución de uno o varios de los componentes de una mezcla en un disolvente selectivo, aprovechando las diferencias de solubilidades de los componentes de la mezcla en el disolvente añadido. En el laboratorio de procesos químicos, se consta con una planta extracción líquido- líquido pulsada, la cual opera básicamente con un sistema ternario Agua -Acido Benzoico - Kerosén, para ello se debe tener una idea general del proceso conociendo totalmente las partes o elementos que hacen posible la operación.

### ▪ La Extracción Líquido-Líquido.

La extracción líquido - líquido es un proceso de separación de los componentes en una solución mediante su distribución en dos fases líquidas inmiscibles. Este proceso se conoce también como Extracción líquida o Extracción con disolvente. Esta operación unitaria se basa en la diferencias de solubilidad de los componentes de la mezcla en un solvente dado y consiste en la separación de los constituyentes de una disolución líquida por contacto de otro líquido inmiscible que disuelve preferentemente a uno de los constituyentes de la disolución original, dando lugar a la aparición de dos capas líquidas inmiscibles de diferentes densidades. La disolución a tratar se denomina alimentación y el líquido que se pone en contacto con ella disolvente. Después del contacto entre la alimentación y el disolvente se obtienen dos fases líquidas, denominadas extracto y refinado. La extracción líquido-líquido se utiliza principalmente cuando la destilación no es práctica o su empleo es demasiado costoso, los casos más frecuentemente de su empleo se presentan cuando sus componentes a separar pueden ser sensibles a la temperatura, siendo la destilación un proceso ineficaz. Es por esto que la extracción líquido-líquido puede presentar ventajas sobre ejecutar una separación por destilación como son:

- ✓ Las instalaciones son más

sencillas.

- ✓ Existe la posibilidad de separar componentes sensibles al calor.

- ✓ Cuando existen componentes de naturaleza química similar la selectividad del disolvente permite la separación de componentes imposibles de separar basándose solo en el punto de ebullición.

- ✓ La extracción líquido-líquido, representa una solución ventajosa con relación a la destilación porque permite extraer varias sustancias que tengan un grupo funcional parecido. Para no utilizar la destilación con arrastre de vapor se emplea este método.

El fundamento de la extracción líquido-líquido requiere que los dos líquidos no sean miscibles, por ello la extracción depende del coeficiente de reparto. Cuando un soluto se disuelve en dos líquidos no miscibles en contacto entre sí, dicho soluto se distribuirá en cada uno de los líquidos en proporción a la solubilidad en cada uno de ellos.

La extracción líquido-líquido se aplica por lo general en los casos donde:

- ✓ Los componentes de la solución son relativamente poco volátiles.

- ✓ Los componentes poseen

prácticamente las mismas volatilidades la separación por destilación es ineficaz.

✓ Los componentes son sensibles a las temperaturas necesarias para su separación por destilación.

✓ El componente deseado, de menor volatilidad, se encuentra en la solución en cantidades relativamente pequeñas.

En la extracción es preciso recuperar el solvente (generalmente por destilación) para su reutilización, y la operación combinada es más compleja y con frecuencia más costosa que la destilación sola sin extracción.

Sin embargo, la extracción ofrece mayor flexibilidad en la selección de las condiciones de operación, ya que el tipo y cantidad de solvente, así como la temperatura de operación, se pueden variar a voluntad. En este sentido, la extracción se parece más a la absorción de gases que a la destilación simple.

### **Tipos de relleno de plantas y su funcionamiento**

✓ Columnas de relleno: han de utilizarse en contracorriente. Por el tope alimentación y por el fondo disolvente.

✓ Columnas pulsadas: dotadas

de movimiento de agitación, es decir, columnas girando alrededor de ellas.

✓ Columnas pulsadas horizontales: suelen tener placas perforadas.

✓ Tanques agitadores: mezcladores combinados con decantadores que se colocan a continuación.

### **Columnas pulsadas horizontales:**

La redispersión de las gotas de líquido se puede realizar por medio de platos perforados transversales. Estas perforaciones en una torre de extracción son de 11/2 a 41/2 mm de diámetro. El espaciado entre los platos varía de 150 a 600 mm (de 6 a 24 in.). Por lo general el líquido ligero es la fase dispersa y los conductos de descenso permiten el paso de la fase continua de un plato a otro.

En una operación de extracción líquido-líquido se denomina alimentación a la disolución cuyos componentes se pretenden separar, disolvente de extracción al líquido que se va a utilizar para separar el componente deseado, refinado a la alimentación ya tratada y extracto a la disolución con el soluto recuperado.

### **Relación de la Extracción líquido-líquido con otros procesos.**

Al igual que la absorción y la destilación, las dos fases de la extracción líquido-líquido se ponen en contacto íntimo con un alto

grado de turbulencia, para lograr velocidades de transferencia de masa más elevadas. Después de este contacto ambas fases se separan.

En procesos como absorción y destilación, esta separación es rápida y fácil; debido a la gran diferencia de densidades entre la fase gaseosa (vapor) y la líquida. En la extracción con disolvente, la diferencia de densidades entre las dos fases es muy pequeña y la separación es muy complicada.

En cualquier proceso de extracción se requieren:

- ✓ Contacto entre la solución líquida original y con el disolvente.
- ✓ Separación de las fases líquidas formadas (Extracto y Refinado).
- ✓ Recuperación del disolvente.

Estos tres apartados, constituye lo que se denomina estado o unidad de extracción, que recibe el nombre de ideal o teórico, cuando el contacto entre la disolución líquida y el disolvente ha sido lo suficientemente íntimo, para que las fases líquidas separadas tengan las concentraciones correspondientes a las condiciones de equilibrio.

En 90% de los casos de extracción la alimentación del proceso, es la fase pasada o continua es decir aquella que tiene mayor densidad y que generalmente moja las paredes del equipo siendo en la mayoría de los casos una fase acuosa, por lo

general las bibliografías se refieren al solvente como la fase dispersa o ligera, utilizando los términos refinado para la fase acuosa y extracto para la fase orgánica. Sin embargo existen excepciones donde la alimentación del proceso es la fase ligera y la transferencia de masa se da de la fase dispersa a la fase continua llamándose técnicamente a este proceso como "Lavado".

### Elección del disolvente.

Por lo común se tiene la amplia posibilidad de elegir entre los líquidos que se van a utilizar como disolventes para las operaciones de extracción. Es poco probable que cualquier líquido particular exhiba todas las propiedades que se consideran deseables para la extracción; generalmente se tiene que llegar a un cierto acuerdo. Las siguientes características son las que deben considerarse antes de tomar una decisión:

- ✓ Selectividad. La efectividad del disolvente B para separar los componentes de una solución de A y C, se mide comparando la relación entre C y A en la fase, rica en B con esa relación en la fase rica en A en el equilibrio. La reciprocidad de las relaciones, el factor de separación, o selectividad B, es análoga a la volatilidad relativa en la destilación. Si  $E$  y  $R$  son las fases en el equilibrio.

$$\beta = \frac{(\text{fracción peso de C en } E)/(\text{fracción peso de A en } E)}{(\text{fracción peso de C en } R)/(\text{fracción peso de A en } R)}$$

$$\frac{y_E^* \text{ (fracción peso de A en R)}}{x_R \text{ (fracción peso de A en E)}}$$

✓ Para todas las operaciones de extracción útiles la selectividad debe ser mayor de uno, cuanto más mejor. Si la selectividad es uno, la separación no es posible. Generalmente, la selectividad varía considerablemente con la concentración del soluto; será 1 en el punto de flexión. En algunos sistemas, pasa de valores grandes a través de la unidad a valores fraccionarios; éstos son análogos a los sistemas azeotrópicos en la destilación.

**Coefficiente de distribución.** Este coeficiente es la relación  $y^*/x$  en el equilibrio. Mientras que no es necesario que el coeficiente de distribución sea mayor de 1 los valores más grandes resultan más adecuados, puesto que se requerirá menos disolvente para la extracción.

✓ Insolubilidad del disolvente. Para los dos sistemas que se muestran, sólo las mezclas A-C entre D y A se pueden separar mediante el uso de los disolventes B o B', puesto que las mezclas más ricas en C no forman dos fases líquidas con los disolventes. Es claro que el disolvente en la figura 7, el más insoluble de los dos, será el más útil. En los sistemas de otro tipo, si la solubilidad de C en B es pequeña (punto L cerca del vértice B), la capacidad del disolvente B para

extraer C es pequeña, y se requerirán grandes cantidades de disolvente.

✓ Densidad. Es necesaria una diferencia en las densidades de las fases líquidas saturadas, tanto para la operación con equipo por etapas como de contacto continuo. Cuanto mayor sea la diferencia tanto mejor. En algunos sistemas, la diferencia en la densidad de las fases en el equilibrio se volverá menor al ir creciendo la concentración de C y será cero en el punto de pliegue. Puede cambiar de signo antes de alcanzar el punto de pliegue; en este caso, el equipo de contacto continuo no puede especificarse para que opere en las concentraciones en las cuales la diferencia de densidad pasa a través de cero.

✓ Reactividad química. El disolvente debe ser estable e inerte químicamente frente a los demás componentes del sistema y frente a los materiales comunes de construcción.

✓ Viscosidad, presión de vapor y punto de congelamiento. Deben ser bajos, para facilitar el manejo y almacenamiento.

- ✓ El disolvente debe ser no tóxico, no inflamable y de bajo costo.
- ✓ Tensión superficial. Cuanto mayor sea la tensión interfacial, más rápidamente ocurrirá la coalescencia de las emulsiones, pero será mayor la dificultad para la dispersión de un líquido en el otro. Generalmente, la coalescencia es muy importante; por lo tanto, la tensión interfacial deber ser alta. La tensión interfacial entre fases en el equilibrio, cae a cero en el punto de pliegue.

La tensión interfacial de los líquidos alcanza gran importancia en la determinación de los caudales de operación, a través de la frecuencia de amplitud de las oscilaciones.

Para evitar que se produzca inundación los caudales de fases dispersas (alimentación)  $V_d$  y fase continua (disolvente)  $V_c$ , deberán guardar la siguiente relación.

$$V_c + V_d \leq W \cdot F$$

Donde:

W: amplitud

F: frecuencia o pulsaciones

### **PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:**

#### **Preparación de la alimentación.**

- ✓ Disolver (X) gramos de ácido benzoico en agua moderadamente caliente,

agitando constantemente, no permitir que la temperatura de la solución exceda de 60 °C, porque a esa temperatura el ácido benzoico tiende a descomponerse, por ser un compuesto orgánico.

- ✓ Agregar agua a temperatura ambiente hasta completar (Y) litros de solución deseada.
- ✓ Mezclar 10 cc de la solución preparada con 50 cc de agua y titular con una solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0,01 N, determinar la concentración de la solución preparada.

#### **Composición inicial del solvente**

- ✓ Mezclar en un embudo de decantación 50 cc de kerosén y 50 cc de agua.
- ✓ Agitar vigorosamente y dejar reposar unos minutos hasta que las fases se encuentren definidas.
- ✓ Separar la capa inferior que corresponde a la fase acuosa.
- ✓ Tomar 10 cc de la fase acuosa separada y diluir con 50 cc de agua. Titular con NaOH 0,01 N para determinar la concentración de la fase acuosa.

#### **Proceso de Extracción.**

- ✓ Asegúrese que todas las válvulas del equipo se encuentren cerradas.
- ✓ Coloque la alimentación (solución acuosa) y disolvente (20 Litros de kerosén aproximadamente) en los depósitos respectivos para la fase pesada y la fase liviana.

- ✓ Presurizar los balones de solvente y alimentación, con 20 psia respectivamente.
- ✓ Llene toda la columna de platos, se recomienda abrir lentamente la válvula de rotámetro del disolvente hasta el máximo (10 cm antes del tope).
- ✓ Al concluir el llenado, cierre completamente la válvula del rotámetro de kerosén y abra la válvula del rotámetro del balón de alimentación, hasta que la interfase formada en el fondo de la columna alcance un nivel aproximado de 5 a 8 cm para abrir la válvula del sifón.
- ✓ Comience a abrir la válvula de descarga del refinado hasta que el líquido llegue a su nivel más alto, teniendo cuidado de que no se pierda el nivel de la interfase. Este nivel debe permanecer más o menos constante en su punto de referencia. A través de todo el proceso (estado estacionario).
- ✓ Establezca el flujo de kerosén y alimentación a la columna de extracción, ajustando el caudal en cada rotámetro.
- ✓ Durante el paso anterior, el nivel de la interfase se desplazará en alguna dirección.
- ✓ Cuando el nivel de la interfase, se mantenga constante, deje transcurrir 5 minutos, y luego tome muestras del refinado para determinar su composición, por titulación NaOH 0,01 N.
- ✓ Repetir cada 5 minutos (toma de muestras), hasta agotar completamente la alimentación para granear concentración vs

tiempo en refinado, al no tener diferencia en más de 5% se considera válida la corrida.

**Nota: debe de seleccionar en el panel de control la frecuencia de pulsaciones requeridas en ciclos por minutos (10, 20, 30, 40,...., etc.).**

#### **Marcha analítica.**

- ✓ Colocar 10 ml de la muestra en un Beaker.
- ✓ Adicionar 50 ml de agua.
- ✓ Tomar 25 ml, de esta disolución.
- ✓ Agregar 3-4 gotas de fenolftaleína.
- ✓ Titular con NaOH 0,01 N.

#### **ECUACIONES**

- **Fracción másica de ácido benzoico en la alimentación ( $X_a$ ).**

$$x_a = \frac{[NaOH] * V_{NaOH} * PM_{NaOH}}{\rho_a * V_{muestra}}$$

Donde:

$\rho_a$  = Densidad del agua. (1 g/ml)

$V_{muestra}$  = L

$P_m$  = Ácido Benzoico (122)

- **Fracción másica de ácido benzoico en el solvente ( $Y_s$ )**

$$x_{ac} = \frac{[NaOH] * V_{NaOH} * PM_{NaOH}}{\rho_a * V_{muestra}}$$

$$x_{Rprom} = \frac{\sum \text{Muestrasto madas}}{\text{numerodemu estratomadas}}$$

Donde:

$\rho_{fa}$  = Densidad fase acuosa. (1 g/L)

$V_{fa}$  = Volumen fase acuosa (25 ml)

Con los datos de equilibrio del sistema kerosén - agua - ácido benzoico y la **X** (acuosa), se determina **Y** (orgánica).

Entonces:

$$y_s = \frac{(X_{Ac} * \rho_a * V_{muestra}) + (y_{Org} * \rho_s * V_{muestra})}{(\rho_s * V_{muestra})}$$

$X_{ac}$ : Fracción másica de ácido benzoico en fase acuosa,

$\rho_s$ : Densidad del solvente (0,79 g/cm<sup>3</sup>)

$\rho_{acuosa}$ : Densidad de la fase acuosa (1g/ml)

- **Fracción másica de ácido benzoico en el refinado (X<sub>r</sub>).**

$$x_{Rn} = \frac{PM_{NaOH} * VMuestra * [NaOH]}{\rho_a * Vmuestra}$$

$\rho_r$  = Densidad del refinado = Densidad del agua (1 g/ ml)

**Nota: se debe calcular un valor promedio.**

- **Masa de solvente (m<sub>s</sub>)**

$$V_{Solvente} * \frac{1000ml}{L} * \frac{\rho_s}{1000g} = m_s$$

- **Masa de alimentación (m<sub>f</sub>)**

$$V_{solucion} * \frac{1000ml}{L} * \frac{1g}{ml} * \frac{1kg}{1000g} = m_f$$

- **Fracción Molar de ácido benzoico en la alimentación (X<sub>a</sub>).**

$$x_a = \frac{V_{NaOH} * [NaOH]}{V_{muestra}}$$

Donde:

$V_{NaOH}$  = ml

Luego, se procede a transformar la fracción molar en la alimentación, a kg para determinar la masa de agua.

$$x_a * V_{solucion} * \frac{P_{mAcido}}{1mol} * \frac{1Kg}{1000gr}$$

- **Masa de agua (m<sub>H<sub>2</sub>O</sub>)**

$$m_{H_2O} = Kg_{Solucion} - Fraccionmolar(Kg)$$



- **Cálculo de la pendiente**

$$-m = \frac{m_{H_2O}}{m_s}$$

$$Y = -m * (X_f) - y_s$$

donde:

Wr = Flujo másico del refinado

S = Sección transversal de la columna

D: 40 mm

- **Fracción másica del extracto (Ye)**

$$Ye = \frac{Wr_s * X_a - X_R + y_s}{We}$$

- **Cálculo del porcentaje de rendimiento**

$$\% r = [(X_a - X_r) / X_a] * 100$$

- **Flujo másico del Extracto**

$$We = \frac{\text{masa extracto}}{\text{top}}$$

- **Flujo másico del refinado**

$$We = \frac{\text{masa refinado}}{\text{top}}$$

- **Flujo másico del refinado por sección transversal de la columna.**

$$R = Wr / S$$

- **Cálculo de área**

$$S = \pi \times D^2 / 4$$

**EL INFORME DEBE INCLUIR**

- ✓ Fracción másica de ácido benzoico en la alimentación ( $X_a$ ).
- ✓ Masa del ácido benzoico en la alimentación.
- ✓ Fracción másica de ácido benzoico en el disolvente ( $Y_s$ ).
- ✓ Fracción másica de ácido benzoico en el refinado ( $X_r$ ).
- ✓ Masa del ácido benzoico en el refinado.
- ✓ Masa de ácido benzoico separado en el proceso.
- ✓ Flujo másico de extracto y refinado. ( $W_e - W_r$ ).
- ✓ Flujo másico de refinado por sección transversal ( $R$ ).
- ✓ Flujo másico del extracto ( $Y_e'$ ).
- ✓ N° de etapas por los diferentes métodos.
- ✓ Gráfico con la variación del  $X_r$  en el tiempo.
- ✓ Gráfico con el número de etapas.

**Datos de equilibrio del sistema Acido benzoico - Kerosén Temperatura Ambiente**

FRACCIONES MÁSCICA DE ACIDO BENZOICO	
FASE ACUOSA(X)	FASE ORGÁNICA (Y)
0,0002	0,00015
0,0004	0,00047
0,0006	0,00090
0,0008	0,00145
0,0010	0,00212
0,0012	0,00288
0,0014	0,00377
0,0016	0,00477
0,0018	0,00612

$$n = \frac{\log(x'_n/x'_F)}{\log(1 + Bm/A)}$$

$$n = \frac{\log \frac{x'_F - y'_S/m}{x'_n - y'_S/m}}{\log(1 + Bm/A)}$$

$$L' \left( \frac{x_0}{1-x_0} \right) + V' \left( \frac{y_{N+1}}{1-y_{N+1}} \right) = L' \left( \frac{x_N}{1-x_N} \right) + V' \left( \frac{y_1}{1-y_1} \right)$$

