

SISTEMA DE BIBLIOTECAS
Instituto de Investigación de Zonas
Desérticas, UASLP



Universidad Autónoma de San Luis Potosí

Escuela de Ciencias Químicas

EX-LIBRIS



Instalación y Operación de un
Extractor Sólido-Líquido Tipo Soxhlet

SISTEMA DE
BIBLIOTECAS

U. A. S. L. P.

Trabajo Recepcional

Que para obtener el título de:

Ingeniero Químico

P r e s e n t a n :

José Luis Leyva Contreras

Carlos Luna González

Jorge Antonio Miranda Alonso

Juan Manuel Ramírez Cázarez

A la memoria de mi padre,

Sr. José Leyva Leyva

A quien siempre recordaré con
cariño y admiración, por todo
aquello que en mí inculcó.

A mi madre, con cariño

Sra. Consuelo C. de Leyva

A quien tanto debo.

A mis hermanos,

Martha Armando

Maricela Ignacio

Verónica Héctor

Rocío Arturo

A mis tíos,

Un profundo agradecimiento por la
ayuda que siempre me han brindado.

A mi abuelo .

A Luz María, -con amor-

Que ha derramado en mí todo su
cariño y comprensión.

José Luis Leyva Contreras

DEDICO :

CON CARINO Y RESPETO A MIS PADRES

Sr. Carlos Luna Cortés , Sra. Juana Ma. González de Luna

A MIS HERMANOS

Juan Antonio

Ernesto

Ma. Guadalupe

Ma. del Rosario

Ma. del Carmen

Ma. Graciela

Ma. Dolores

A MI ABUELITA

A MIS TIOS

Carlos Luna González

A MIS PADRES

Martina Alonso de Miranda

Antonio Miranda Velázquez

A MI TIA

Guadalupe Miranda Velázquez

A MIS HERMANOS

Susana

Saúl

Edgar

Ariel

JORGE ANTONIO MIRANDA ALONSO

A mis padres

Sra. Gloria C. de Ramírez

Sr. Isaias Ramírez Galindo

Que han hecho posible este gran anhelo y a --
quien debo mi existencia

A mis hermanos

Isaias y Angelica

A Bertha

Con todo cariño a la compañera que ha sido par
te de mi vida

A mis abuelos y tíos

Con gran agradecimiento

Al maestro

Sr. Q.I. Enrique Díaz de León

Por sus valiosos consejos y ayuda

Juan Manuel Ramírez Cázares

" La imaginación, fuente inagotable de ideas,
no es virtud de ninguna máquina ".

También dedicamos el presente trabajo:

A nuestra querida escuela

a nuestros maestros

a nuestros compañeros y amigos

al pueblo de México

Agradecemos al Ing. José Nieves Maldonado la ayuda
y observaciones que nos brindó para la realización
de este trabajo.

C O N T E N I D O

INTRODUCCION

I.- GENERALIDADES

II.- UBICACION

III.- FUNCIONAMIENTO

IV.- SELECCION

V.- ANALISIS ECONOMICO

VI.- PRACTICAS

VII.- BIBLIOGRAFIA

INTRODUCCION

El presente trabajo consiste de una recopilación de información de los diferentes tratados sobre la extracción sólido-líquido, para el mejor aprovechamiento del equipo de lixiviación, del laboratorio de Ingeniería Química.

Teniendo como fin principal el didáctico, se hace un breve estudio sobre las posibilidades del aparato bajo las diferentes condiciones, que se establecen para la correcta aplicación de los principios de la lixiviación. Se tratará de proporcionar una idea más clara de esta operación, que no ha tenido la importancia que otras operaciones de extracción han recibido. Aún cuando una gran cantidad de industrias utilizan este proceso de valor inestimable, como la industria minera, en que hace posible la recuperación de diferentes metales en materiales de baja ley, la industria aceitera, la farmacéutica, la de perfumería, etc. que sin duda se verían muy restringidas en su producción si no se conociese esta operación.

La extracción por solvente ha sido usada por muchos años, y muchas de las técnicas de laboratorio no han encontrado amplia aplicación industrial, faltando mucho por hacer en este campo. El correcto entendimiento de tales técnicas será necesario para su desarrollo más efectivo en la práctica industrial. Aunque el aparato utilizado en nuestro estudio no corresponde a los más eficientes dentro de su rama de operación, expone claramente el proceso de extracción en corrientes concurrentes a escala de laboratorio.

Como ejemplo ilustrativo se lixivió cáscara de café, -

con el objeto de extraerle los sólidos solubles utilizando agua como solvente ; se obtuvieron los datos necesarios para la elaboración de calculos y conclusiones. Con esto se logra un doble entendimiento de la operación, tanto teórico como práctico.

GENERALIDADES.

Lixiviación es la disolución preferencial de uno o más — constituyentes de una mezcla sólida por contacto con un solvente líquido. Esta operación unitaria, una de las más antiguas en las industrias químicas ha recibido muchos — nombres dependiendo de alguna técnica en particular usada para efectuarla.

Deslave y lixiviación, ambos originalmente referidos a la percolación del líquido a través de un lecho fijo de sólido, el primero al menos es ahora usado para describir la operación generalmente sin importar el medio como esta — pueda ser llevada a cabo.

El término extracción es también ampliamente usado para — describir esta operación en particular, aunque es aplicada a todas las operaciones de separación si bien, están envueltas la transferencia de masa o métodos mecánicos.

Decocción se refiere específicamente al uso del solvente a su temperatura de ebullición.

Cuando el material soluble está ampliamente distribuido — sobre la superficie de un sólido insoluble y es meramente lavado por el solvente, la operación es llamada algunas — veces elución.

Las industrias metalúrgicas son quizá las que más común — mente usan las operaciones de lixiviación por que los —

minerales aprovechables generalmente se encuentran en mezclas con grandes proporciones de materiales indeseables y la lixiviación de las sustancias valiosas es un método - frecuentemente aplicable. Por ejemplo : los minerales de cobre son preferencialmente disueltos para la obtención - de ésta en ácido sulfúrico o soluciones amoniacales, el oro es separado de sus minerales con la ayuda de soluciones de cianuro de sodio.

La lixiviación similarmente juega un importante papel en los procesos metalúrgicos del aluminio, cobalto, manganeso, níquel y zinc.

Muchos productos orgánicos naturales son separados de sus estructuras orgánicas por lixiviación: por ejemplo : el - azúcar es lixiviado de la remolacha con agua caliente, - aceites vegetales son recobrados de sus semillas tales como cartamo, frijol soya y semilla de algodón con solventes orgánicos adecuados, el tanino es extraído de varias cortezas de árboles por lixiviación con agua y muchos productos farmacéuticos son similarmente recobrados de raíces de plantas y hojas. Té y café son preparados ambos domesticamente e industrialmente por operaciones de lixiviación, en suma los precipitados químicos son frecuentemente lavados de sus licores madres por técnicas y en equipo ampliamente similares a aquellos usados en verdaderas operaciones de lixiviación. Como en el lavado de la sosa caústica del precipitado de carbonato de calcio siguiendo a la reacción entre la soda y la caliza. En consecuencia de lo visto anteriormente se puede decir que la extrac -

ción sólido-líquido consiste en la disolución de un compo
nente (o grupo de componentes) que forman parte de un
sólido empleando un disolvente adecuado en el que es insol
uble el resto del sólido que denominaremos inerte.

Para este proceso es necesario :

- A) Contacto del disolvente con el sólido a tratar para di
solver al componente soluble.

- B) Separación de la disolución y el resto del sólido (-
con la disolución adherida al mismo).

La disolución separada se denomina flujo superior o ex -
tracto, recibiendo el nombre de refinado, flujo inferior
o lodos el sólido inerte acompañado de la solución rete-
nida por el mismo. Los dos apartados anteriores constitu-
yen un estadio, etapa o unidad ideal o teórica cuando la
disolución correspondiente al flujo superior tiene la mis
ma composición que la retenida por el sólido en el flujo
inferior.

En general las operaciones que comprenden el tratamiento
de sólidos por disolventes, incluyen cierto número de circ
unstancias distintas. El sólido suele consistir en una -
mezcla heterogénea de varios constituyentes, uno o más de
los cuales pueden ser líquidos o sólidos en disolución, o
pueda ser una mezcla homogénea tal como una solución sól
ida o una sal doble, los sólidos que se lixivian se hallan
en una diversidad de formas físicas y a menudo se requie-
re su desintegración para formar una gran superficie de -

contacto con el disolvente. Cuando ambos de los constituyentes a separar son solubles en el disolvente en grado elevado, la operación se clasifica adecuadamente como una lixiviación fraccionada.

Algunas de las aplicaciones de la lixiviación como en el tratamiento de minerales, comprenden una reacción química con un constituyente del disolvente por ejemplo: mineral de cobre es lixiviado con ácido sulfúrico diluido.

Posiblemente la clase más importante de las operaciones de lixiviación, es la eliminación del componente soluble del interior del sólido inerte efectuada por un proceso lento de difusión a través de una membrana vegetal o animal. Son ejemplos : La extracción de aceite de semillas, nueces y sustancias semejantes, los extractos medicinales la obtención de taninos y colofonia a partir de la madera de la clorofila a partir de la alfalfa, la extracción de azúcar de la remolacha por lixiviación con agua etc.

ELEMENTOS DE LAS OPERACIONES DE EXTRACCION.

Un proceso de extracción consta de las tres operaciones siguientes :

- 1o. Mezcla de la sustancia a extraer y puesta de ésta en íntimo contacto con el disolvente.
- 2o. Separar las fases o las capas resultantes.

30. Separación y recuperación del disolvente en cada una de las fases para volverlo a utilizar.

La mezcla y la sedimentación, son operaciones que constituyen un grupo o etapa de la extracción, el sistema puede ser de una sola etapa o de una serie de ellas, siendo lo último lo más frecuente en la práctica industrial. Una etapa en la que se alcanza el equilibrio entre las dos fases, se dice que es una etapa de extracción ideal o teórica ; el rendimiento de la etapa se mide por la aproximación con que se alcanza el equilibrio.

Los elementos esenciales de un proceso de extracción son la operación de poner en contacto los materiales y el grado de extracción o separación obtenido dependerá de como ello se realice. En algunos casos la separación y recuperación subsiguiente de cada fase de las restantes así como también la del disolvente de cada una de ellas, puede tener una importancia igual o mayor y determinar el éxito de un proceso de extracción, por ejemplo : La tendencia hacia la emulsificación de las fases puede acarrear dificultades insuperables en su separación despues de entrar en contacto, ademas el acercamiento de las dos fases a la misma densidad acarrea dificultades semejantes.

Casi siempre es necesaria la recuperación del disolvente de las capas de extracto y la de refino, el método empleado depende de las propiedades físicas de estos tres (disolvente, extracto y refino) ¿ cual será el primero o el último que se volatilice ? dependerá de sus volatilidades

relativas en las dos fases, es este un factor importante que decide a menudo la economía de un proceso de extracción aunque un disolvente determinado puede dar una excelente selectividad y una buena separación entre los dos componentes de la alimentación, su aplicación puede resultar imposible en la práctica por la dificultad de separarlo del extracto y del refino y solo se empleará cuando no sea posible ningún otro método de separación de los componentes de la alimentación. Para concretar este punto, en especial si el disolvente es más volátil, es tan importante la concentración del extracto en la capa del extracto o en la del disolvente, así como el calor de vaporización del disolvente y su selectividad.

En las operaciones de lixiviación en las que el agua es el disolvente más común no suele ser necesaria más recuperación del disolvente que la obtenida en la operación de separar las fases, especialmente por que los sólidos lixiviados suelen ser materiales de desecho. Cuando sea necesario se emplearan en esto evaporación y secado.

Los líquidos procedentes de la operación de lixiviación suelen estar a menudo suficientemente concentrados y constituyen el producto que se busca aunque a veces es necesario un tratamiento para quitarles el disolvente en etapas posteriores de la fabricación independientes de la extracción propiamente dicha.

VARIABLES DE OPERACION.

El éxito en la lixiviación y las técnicas a ser usadas, -
varian frecuentemente dependiendo en gran parte del trata-
miento previo que se ha dado al sólido, en algunos ejem-
plos, las pequeñas partículas del material soluble estan
completamente circundadas por un aglomerado de materia in-
soluble, el solvente deberá entonces difundir a través de
la masa y la resultante solución deberá difundir hacia a-
fuera antes de que una separación pueda resultar ; esta
es la situación en el caso de muchos materiales metalúrgi-
cos como sucede en los minerales cupríferos.

La trituración y molienda de grandes sólidos acelerará en
gran forma la operación de lixiviar, puesto que entonces
las porciones solubles quedan más accesibles al solvente.
Un cierto mineral de cobre, por ejemplo puede ser lixivia-
do efectivamente por soluciones de ácido sulfúrico, de 4
a 8 horas si el mineral pasa a través de una criba de 60
mallas, en 5 días si es molido a gránulos de un cuarto de
pulgada, y solamente de 4 a 6 años si los terrones trata-
dos son de 6 pulgadas. Puesto que el molido es caro, la
calidad del mineral tendrá mucho que ver con el tamaño -
del sólido a ser lixiviado, como en el caso de ciertos mi-
nerales de oro, por otro lado las pequeñas partículas me-
tálicas que estan distribuidas en un conglomerado de cuar-
cita la cual es tan impermeable a solvente de lixiviación
que hace necesaria una molienda tal que la roca deberá pa-
sar por una criba de 100 mallas, si es que se quiera que
la lixiviación ocurra completamente.

Cuando la sustancia soluble está más o menos uniformemen-

te distribuida a través del sólido u homogenizada en solu
ción sólida, la acción de lixiviación puede provocar cana
les para el paso del solvente fresco y la fina molienda -
puede no ser necesaria. El residuo de esqueleto insoluble
el cual permanece despues de que el soluto ha sido removi
do puede entonces presentar problemas.

Cuerpos vegetales y animales son celulares en su estructu
ra, y los productos naturales a ser lixiviados de estos
materiales son generalmente encontrados dentro de las cé-
lulas. Si las paredes de las células permanecen intactas
a la exposición de un solvente, entonces la acción de li-
xivación envuelve procesos de ósmosis del soluto a tra -
vés de las paredes de las células ; este puede ser un pro
ceso lento y es en todo caso impracticable y algunas ve -
ces indeseable puesto que es difícil moler los materiales
a un tamaño lo suficientemente pequeño para poner en li -
bertad al contenido de las células individualmente, de es
te modo, para obtener la azúcar de la remolacha, esta es
cortada en delgadas rebanadas llamadas cossettes antes de
lixiviar para reducir el tiempo requerido por el agua sol
vente para alcanzar a tratar las individuales células de
la planta.

Las células son deliberadamente dejadas intactas en todo
caso así que el azúcar pasará a través de las paredes se-
mipermeables, mientras que los materiales coloidales inda
seables y albuminosos en gran cantidad permaneceran den -
tro. En el caso de muchos productos farmacéuticos recobra
dos de raices de plantas, tallos y hojas, los materiales

de la planta son frecuentemente secados antes del tratamiento, esto ayuda a romper las paredes de las células y liberar el soluto para una acción directa del solvente. Las semillas vegetales y frijoles tales como soya, son generalmente rolados o hechos hojuelas para dar una partícula de un tamaño que varía o fluctúa entre 0.005 a 0.02 - pulgadas, las células son por supuesto más pequeñas que esto, pero ellas son ampliamente destruidas en el proceso de hojuelado y el aceite es entonces más fácilmente contactado por el solvente.

Cuando el soluto es adsorbido sobre la superficie de las partículas del sólido o meramente disuelto en solución adherente, no son necesarias las moliendas y particiones, y las partículas pueden ser lavadas directamente.

EFEECTO DE LA TEMPERATURA EN LA LIXIVIACION.

Es generalmente deseable lixiviar a una temperatura tan alta como sea posible, las altas temperaturas conducen a una alta solubilidad del soluto en el solvente y consecuentemente altas concentraciones en el licor de lixiviación son posibles, la viscosidad del líquido es más baja y las difusividades más altas que a bajas temperaturas, - esto nos lleva a un incremento en las velocidades de lixiviación, sin embargo, las temperaturas demasiado altas nos pueden llevar a una lixiviación con una excesiva cantidad de solutos indeseables o al deterioro químico del sólido. En algunos casos excepcionales, la solubilidad de algunos compuestos decrece al aumentar la temperatura, -

por otro lado, deberá de tenerse en cuenta el tipo de calefacción por que un empleo directo puede producir la pirólisis o cracking de los compuestos orgánicos tratados.

EFFECTOS DE LA PRESION.

Esta variable realmente tiene muy poca influencia sobre la lixiviación, ya que el soluto que pueda disolverse está limitado por la saturación de la disolución que variará muy poco con la presión y solamente es notable a presiones elevadas.

AGITACION.

El acanalamiento del solvente en percolación o lixiviación a presión en lechos fijos con su consecuencia lenta e incompleta extracción, puede ser evitado por la agitación del líquido y del sólido, aunque esto traerá como consecuencia que partículas finamente divididas puedan estar en suspensión con el solvente de lixiviación para lo cual despues de que la lixiviación ha sido completada, la agitación deberá ser detenida y el sólido se dejará sedimentar en el mismo recipiente o en uno por separado, y la solución clara deberá ser decantada por medio de un sifón sobre la parte superior del tanque o retirandola por tubos de descarga colocados en un apropiado nivel en los lados del tanque. Si los sólidos son finamente divididos y la sedimentación produce un lodo compresible, la cantidad de solución retenida en estos sólidos será considerable, la agitación y sedimentación en varios lotes de lavado de

solvente puede ser necesario para recobrar las últimas -
trazas de soluto y esto podrá ser efectuado en un sistema
en contracorriente, alternativamente el sólido puede ser
filtrado y lavado en la torta misma ; esto tendrá sus ven
tajas y sus desventajas ya que si un sólido en forma de
grandes terrones va a ser lixiviado, la decisión deberá -
ser frecuentemente hecha entre si se hará la molienda de
estos gruesos terrones y su lixiviación por percolación,
o si se efectuará una fina molienda y el producto se tra-
tará con agitación y sedimentación. No hay ninguna res -
puesta general dada a este problema, debiéndose a las di-
versas características de lixiviación, de la variedad de
sólidos y los valores de los solutos pero entre las consi
deraciones estan las siguientes :

A) La fina molienda es más costosa, pero provee más rápi-
do y posiblemente una más completa lixiviación, esto trae
como desventaja que el peso del líquido asociado con el
sólido sedimentado puede ser tan grande como el peso del
sólido o más, así que considerable cantidad de solvente -
es usada en el lavado de los sólidos lixivados libres de
soluto y la resultante solución es diluída. Por otro lado
terrones gruesos de partículas se lixivian más lenta y po
siblemente menos completa, pero su escurrimiento puede re
tener relativamente menos solución, requiere menos lavado
y de esta modo provee una más concentrada solución final.

VELOCIDAD DE LIXIVIACION.

Muchos de los diversos fenómenos encontrados en la prác -

tica de lixiviación, hacen imposible la aplicación de una simple teoría para explicar la acción de esta. Como se ha visto anteriormente, la lixiviación puede envolver a un simple lavado de la solución de la superficie de un sólido o la disolución de un soluto de una matriz de material insoluble (ósmosis) y posiblemente otros mecanismos ; - nuestro conocimiento de esto es muy limitado. El lavado de una solución de la superficie de partículas de sólidos impermeables, puede ser esperado que sea en forma muy rápida, requiriendo solamente la mezcla de la solución y solvente, y las eficiencias de la etapa son probablemente gobernadas enteramente por la separación mecánica del líquido del sólido. Por otro lado, la lixiviación de un soluto de las partes internas de un sólido, son relativamente bajas, los sólidos pueden permanecer dentro de la estructura o esqueleto de las sustancias insolubles con los poros impregnados con el soluto y pueden ser descritos en términos de factor de poro, este factor es una función - del sólido independiente de la naturaleza del soluto y - del solvente, y es una medida de la complejidad de la fase a través de la cual se difunde el soluto. En el caso de productos naturales como en el de plantas, la complejidad de la estructura puede hacer aplicaciones a estos difíciles métodos, en el caso de la remolacha en cossettes, por ejemplo, un quinto de las células es rota en el proceso de la formación de estos y la lixiviación de la - azúcar de estas células es probablemente un simple proceso de lavado, el sobrante del azúcar de estas células se extrae por un proceso de difusión.

Muchos mecanismos ha sido considerados como un ensayo para explicar tales observaciones, en otro ejemplo, la madera tendrá diferentes velocidades de lixiviación de un soluto impregnado, dependiendo de si la difusión está en dirección paralela a través de las fibras de la madera, o de si el soluto debe pasar a través de las paredes de las células por diálisis, pero este concepto no puede ser aplicado generalmente. Las velocidades de difusión del aceite de soya, de las hojuelas del frijol las cuales no permitirán una simple interpretación, han sido atribuidas a la presencia de constituyentes de baja disolución en el aceite. Las semillas no pueden ser lixiviadas íntegramente, el rolado y el hojuelado evidentemente rompen las paredes de las células y crean pasajes para la penetración del solvente por acción capilar, la realidad de que la velocidad de lixiviación se incrementa con un incremento de la tensión superficial de las soluciones solvente-aceite y el hecho de que normalmente para semillas en hojuelas hay un residuo de aceite inextractable que se incrementa con el grosor de las hojuelas comprueban este punto de vista. Los diferentes aceites lixiviados están compuestos de varias sustancias y es evidente las diferentes propiedades de aceites obtenidos después de cortos y largos tiempos de lixiviación. Métodos de tratamiento con los cuales diferentes sustancias son lixiviadas han sido sugeridos, pero estos ejemplos sirven al menos para indicar la complejidad de muchos procesos prácticos de lixiviación ; muy poco estudio ha sido dado a la mayoría de ellos.

Cuando los sólidos tales como aquellos descritos anteriormente, son inmergidos en solventes de lixiviación, es razonable suponer que la resistencia a la transferencia de masa dentro del sólido mismo, es probablemente la principal resistencia y que en el líquido circundando al sólido es bastante menor, en tales casos un incremento del movimiento de la velocidad del líquido que pasa a través de la superficie del sólido no influirá apreciablemente en la velocidad de lixiviación.

Por todo lo visto anteriormente, para sólidos orgánicos - la subdivisión del material resulta ineficaz debido al pequeño tamaño de las células, y por esa razón se utilizan partículas relativamente grandes y elevados tiempos de contacto. La resistencia a la difusión desde la interfase hacia la masa global de la solución es pequeña en relación con la correspondiente a la difusión del sólido y la concentración en la interfase se puede suponer que es igual a la masa global de la solución.

Operando en ciertas condiciones idealizadas, la eficacia de las etapas en la extracción de algunos (pero no todos -) materiales celulares se pueden estimar a partir de los datos experimentales de difusión obtenidos en las mismas condiciones de temperatura y agitación que se han de utilizar en la planta real. Las suposiciones que se hacen en esta idealización son :

1. La velocidad de difusión esta representada por la ec.

Ecuación.

$$\frac{\partial x}{\partial t} = D_v' \frac{\partial x}{\partial z}$$

Siendo D_v' la difusividad en unidades de longitud al cuadrado por unidad de tiempo, medida en dirección de difusión.

2. La difusividad es constante.

3. El sólido se puede considerar equivalente a láminas muy delgadas, de densidad, forma y tamaño constantes.

4. La concentración de la solución en contacto con el sólido es constante.

5. La concentración inicial en el sólido es uniforme a través del mismo.

Con estas suposiciones se puede integrar la ecuación anterior obteniéndose :

$$\frac{\bar{x} - x_1}{x_0 - x_1} = \frac{8}{\pi^2} \left(e^{-0.1\beta} + \frac{1}{9} e^{-9.01\beta} + \frac{1}{25} e^{-25.01\beta} + \dots \right) = \phi(\beta)$$

Esta ecuación es analoga a la ecuación para la conducción de calor en una lámina.

Siendo :

\bar{x} = concentración media del soluto en el sólido en el -

χ_0 = concentración constante de soluto en el sólido en el tiempo cero.

χ_1 = concentración de equilibrio del soluto en el sólido y en la masa global de la solución, en todo momento.

y $\beta = \frac{D_v t}{r_p^2}$, $\alpha_1 = \left(\frac{\pi}{2}\right)^2$ siendo $2r_p$ el espesor de la partícula.

Adaptando la ecuación anterior al caso de partículas esféricas y cilíndricas obtenemos las siguientes ecuaciones

$$\frac{\bar{\chi} - \chi_1}{\chi_0 - \chi_1} = 0.692 \mathcal{C}^{-57.8\beta} + 0.131 \mathcal{C}^{-30.5\beta} + 0.0534 \mathcal{C}^{-74.9\beta} + \dots$$

Siendo $\beta = \frac{\alpha t}{r_m^2}$ cilindro de longitud infinita y radio r_m

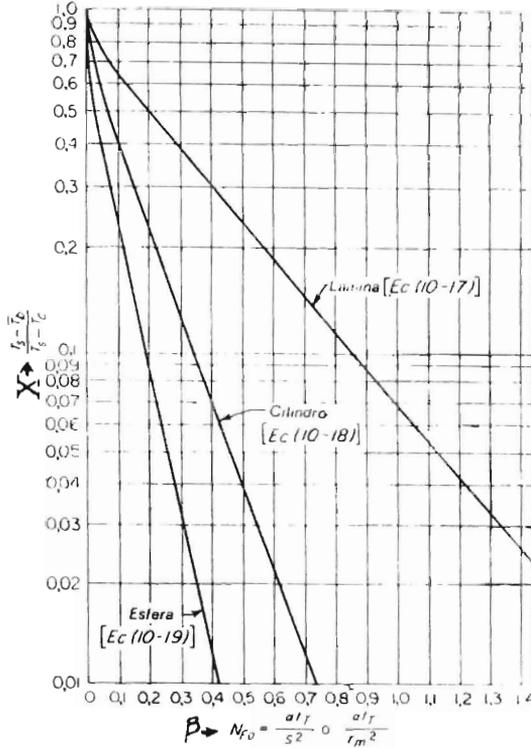
$$\text{y } \frac{\bar{\chi} - \chi_1}{\chi_0 - \chi_1} = 0.608 \mathcal{C}^{-9.87\beta} + 0.152 \mathcal{C}^{-39.5\beta} + 0.067 \mathcal{C}^{-88.0\beta} + \dots$$

Para una esfera de radio r_m

Por supuesto que también estas ecuaciones se obtuvieron por analogías con ecuaciones para transferencia de calor.

Para conducción de calor se pueden escribir ecuaciones análogas para partículas esféricas y para partículas cilíndricas de gran longitud. Estas ecuaciones para partículas laminares, esféricas y cilíndricas se representa en la figura 1 que puede conseguirse utilizarse en la solución de los problemas de difusión.

Figura 1.



Temperaturas medias durante el calentamiento o enfriamiento, en estado no estacionario, de una lamina grande, un cilindro de longitud infinita, o una esfera.

La eficacia de Murphree para una etapa de lixiviación viene dada por las ecuaciones : (A)

$$\eta_M = \frac{x_0 - \bar{x}}{x_0 - x_1} = 1 - \frac{\bar{x} - x_1}{x_0 - x_1} = 1 - \phi(\beta) = 1 - \phi\left(\frac{D_v t}{r_p^2}\right)$$

La ecuación (A) se deduce fácilmente teniendo en cuenta que $x_0 - \bar{x}$ es la variación real de concentración que se produce en la etapa, y $x_0 - x_1$ es la variación de concentración que se produciría si se alcanzase el equilibrio.

SISTEMAS DE FUNCIONAMIENTO.

Cualquiera de los métodos de funcionamiento por los cuales se conducen los procesos de transferencia de masa entre las fases, puede utilizarse teóricamente en la extracción por disolventes. En la práctica industrial lo más comúnmente empleado son el contacto continuo en contracorriente de múltiples etapas en una serie de mezcladores y sedimentadores o en una torre o en el contacto diferencial a contracorriente en una torre continua de los tipos rellena, rociadora y semejantes. En la práctica de laboratorio, la operación más común, es la intermitente de corrientes concurrentes o del mismo sentido por contacto único o simple en múltiples etapas.

UN SOLO CONTACTO.

El método de laboratorio más simple y común, consiste en poner en contacto todas las cantidades de disolvente y material a tratar de la manera más perfecta posible, una sola vez podemos recuperar el soluto y el disolvente sin hacer ninguna extracción posterior. Este método es el menos eficaz y rara vez es factible en escala industrial, tal como se practica suele llegarse bastante cerca del equilibrio, por consiguiente, la cantidad de sustancia disuelta extraída depende únicamente de las relaciones de equilibrio y la cantidad de disolvente usada, la relación del extracto es pequeña y está limitada por la cantidad de disolvente empleada. La concentración de la capa de extracto es baja, y el grado de separación entre los componen-

tes de la alimentación es poco satisfactorio. Las alimentaciones pueden ser intermitentes o continuas. Este método se considera análogo al de la destilación continua simple o a la evaporación instantánea.

CONTACTO SIMPLE EN MULTIPLES ETAPAS (Corrientes Concu - rrentes).

La cantidad total de disolvente utilizada se divide en varias porciones. La extracción consiste en tratar luego a la alimentación con cada una de estas porciones de disolvente nuevo en una serie de etapas o pasos sucesivos, esto es, el refino de la primera etapa de la extracción, se trata con un disolvente nuevo en una segunda etapa y así sucesivamente. A medida que aumenta el número de etapas, la cantidad de disolvente aumenta el porcentaje recuperado del componente extraído y si se emplea un número suficiente de etapas y la necesaria cantidad de disolvente, puede despojarse al refino del componente extraído hasta un alto grado, pero con una cantidad dada de disolvente, la eliminación del extracto tiende hacia un límite finito cuando el número de etapas se aproxima al infinito. Los resultados varían según las proporciones en que se divide el disolvente total entre las diversas etapas, si se verifica la ley de la distribución ideal, los mejores resultados se obtendrán con cantidades iguales de disolvente en cada etapa a menos que el disolvente de la alimentación sea muy inmiscible en el disolvente de la extracción. La separación entre los componentes a que ella tiende no obstante a ser poco satisfactoria, requiere una gran canti -

dad de disolvente para alcanzar un alto grado de extracción por este método.

La concentración del extracto en la capa del extracto es baja, la concentración de la capa del extracto se va diluyendo cada vez más en las sucesivas etapas y las capas combinadas son muy diluidas.

El método puede realizarse intermitentemente con un solo mezclador y un solo sedimentador o bien, continuamente con una serie de tales aparatos ; el conocido método de extracción de Soxhlet corresponde al de contacto simple en múltiples etapas con un número infinito de estas.

CONTACTO EN CONTRACORRIENTE EN MÚLTIPLES ETAPAS.

En la figura C se ilustra esquemáticamente el curso de los materiales en este método, todo el disolvente fresco y el material (alimentación) se envían a los terminales opuestos de una serie de etapas de extracción, las capas de extracto y refino pasan continuamente en contracorriente de una etapa a otra ; el disolvente que entra por la etapa n es la capa de extracto de la etapa $n - 1$ y la capa de refino que sale de la etapa n es la alimentación a tratar en la etapa $n - 1$ y las capas de extracto y refino acabadas de retirar continuamente en los extremos opuestos del mismo. Puede emplearse un número cualquiera de etapas siendo lo más usual de 3 a 6, este sistema se compone de una serie de mezcladores cada uno con su sedimentador independiente o puede emplearse algún siste-

ma continuo de columna de platos. Corresponde el método - al de destilación o absorción por columnas de platos para una cantidad dada de disolvente y un número fijo de etapas ; su eficiencia supera al método de contacto simple en múltiples etapas.

CONTACTO CONTINUO DIFERENCIAL A CONTRACORRIENTE.

La figura D ilustra este método. Si se subdivide una de las fases y se le permite pasar de una manera continua y en contracorriente a través de la otra sin que esta se disperse, se obtiene así un verdadero funcionamiento diferencial a contracorriente. En la lixiviación en la que se extrae una fase sólida es evidente que sea esta última la que hay que subdividir por necesidad.

EXTRACCION A CONTRACORRIENTE CON REFLUJO.

En la figura E se ilustra este sistema. El principio sobre el que se basa el reflujo en la extracción es análogo salvo algunas limitaciones al de la destilación, esto es que se da a la capa de extracto que sale la oportunidad de ponerse en equilibrio con un refino más rico.

EXTRACCION A CONTRACORRIENTE INTERMITENTE EN MULTIPLES ETAPAS.

Para simular en laboratorio la extracción continua en múltiples etapas puede emplearse un sistema como el ilustrado en el esquema de la figura 2.

APLICACION DE LOS METODOS ANTERIORES A LA LIXIVIACION.

Aunque cualquiera de los métodos anteriores expuestos podría aplicarse teóricamente a la lixiviación, son por lo general menos adaptables a esta operación por las dificultades que entraña la manipulación y el contacto del sólido y líquido, con todo, el principio de la extracción del contacto a contracorriente en múltiples etapas es muy empleado o imitado muy aproximadamente en la lixiviación.

EQUIPO DE LIXIVIACION.

El equipo de lixiviación es dividido en dos clases principales :

1. Aquellos en los cuales la lixiviación está acompañada por percolación.
2. Aquellos en los cuales las partículas sólidas están dispersadas en un líquido y subsecuentemente separadas de él.

Cada uno incluye unidades por lotes y continuas.

Los materiales los cuales se desintegran durante la lixiviación son tratados en equipo secundario.

Unos pocos diseños de máquinas continuas caen fuera de esta clasificación.

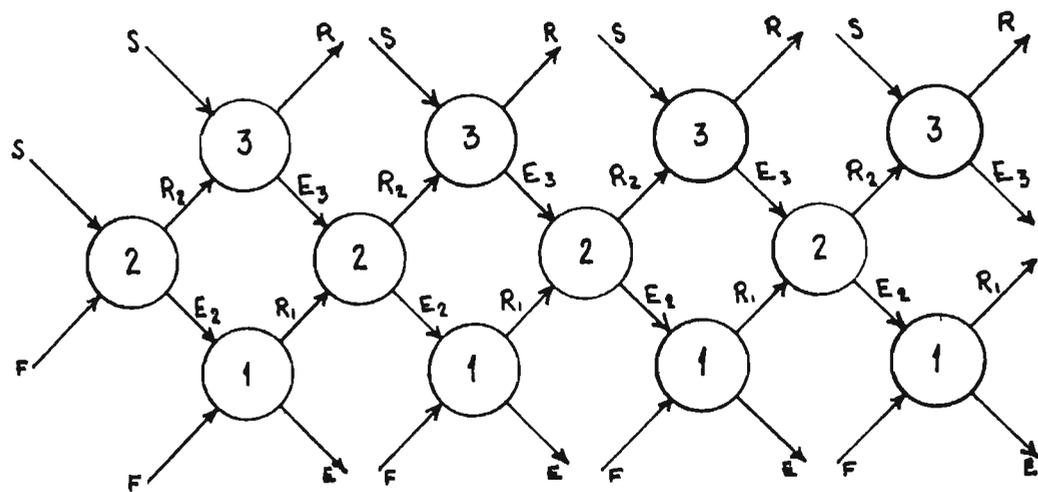
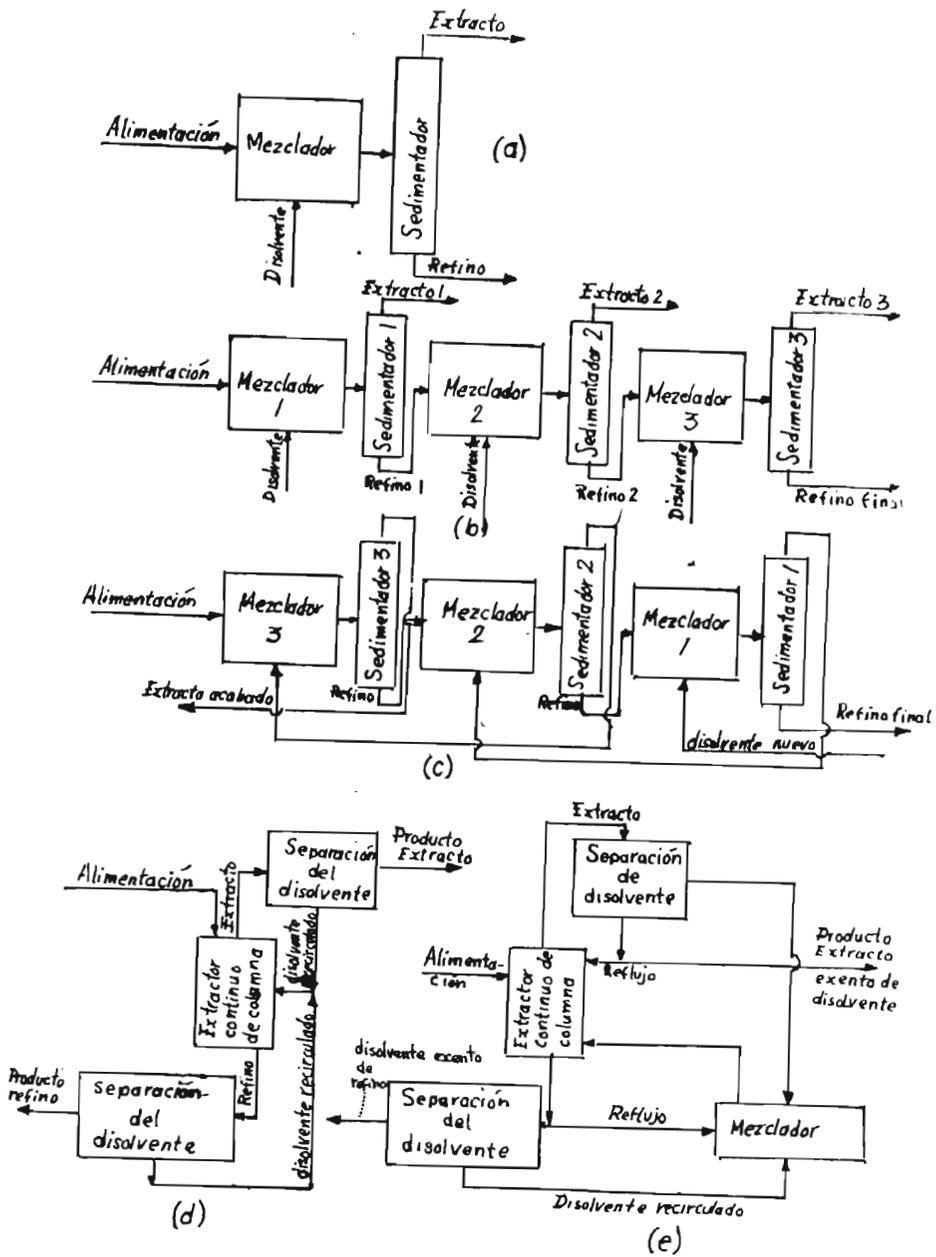


Fig. 2 Diagrama esquemático de circulación para una extracción intermitente a contracorriente de laboratorio en tres etapas. S=Disolvente nuevo; F= Alimentación en la que se realiza la extracción; R= Refino; E= Extracto.

Diagramas esquemáticos de circulación



LIXIVIACION EN VIVO.

Esto se refiere a la lixiviación por percolación de minerales en el mismo lugar de la mina, por circulación del solvente sobre y a través del cuerpo de minerales, esto ha sido aplicado a la lixiviación de minerales de cobre con baja ley conteniendo menos del 0.5 % de cobre cuyos valores fueron demasiado bajos para garantizar el éxito de los procesos de minería.

Esto también es regularmente usado en la extracción de sal de depósitos abajo de la superficie de la tierra por disolución de la sal con agua la cual es bombeada hacia los depósitos.

LIXIVIACION DE MINERALES APILADOS.

Minerales de baja ley, cuyos valores minerales no garantizan las operaciones de quebrado y molido, pueden ser lixiviados de forma tal como salen de la mina, construyendo enormes pilas sobre materiales impermeables, el licor de lixiviación es entonces bombeado sobre el mineral y coleccionado tal y como escurre de la pila.

DEPOSITOS ABIERTOS.

Cuando se utiliza un lecho fijo o estacionario, el tipo de aparato más sencillo consiste en un depósito abierto, construido de madera, cemento o acero, con un revestimiento protector adecuado si la disolución es corrosiva. El

depósito (tal como el representado en la figura 3) puede llevar falsos fondos que sirven de soporte al lecho de materias sólidas, permitiendo el paso del disolvente o de la disolución. El sólido a tratar se dispone en el depósito en forma tal que se evite la segregación o distribución no uniforme de las partículas sólidas ; el disolvente se introduce por la parte superior o por la inferior del depósito.

Según uno de los métodos de trabajo, el disolvente o la disolución se bombea al depósito hasta que el lecho quede cubierto, y el líquido se deja en contacto con el sólido durante un tiempo dado, que puede ser tan breve que solo una fracción mínima del soluto resulte disuelta o separada de la fase sólida, o tan dilatada que la concentración del soluto alcance un valor máximo. El líquido se escurre después y se separa del sólido por el falso fondo. Este ciclo pueda repetirse con nuevas cantidades de disolvente puro, si bien suelen utilizarse disoluciones de concentraciones decrecientes hasta que, finalmente, el sólido agotado, después de escurrido, se descarga del depósito.

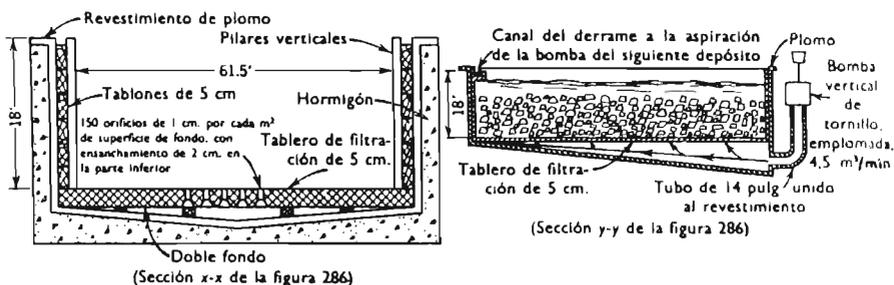


Figura 3.

Otra de las técnicas consiste en bombear el disolvente o la disolución de un modo continuo hasta el depósito, y separar también continuamente la disolución formada. La concentración del soluto en el desagüe del depósito tiende a ser cada vez menor, conforme progresa la extracción. Montando varios extractores en batería, es frecuente, en la explotación continua, enviar a un extractor el desagüe del extractor precedente en carga ; las concentraciones de las disoluciones en la alimentación y desagüe varían continuamente durante el proceso de extracción.

TANQUES ABIERTOS.

Sólido de tamaño intermedio puede ser convenientemente - lixiviado por métodos de percolación en tanques abiertos, la construcción de estos tanques varía grandemente dependiendo de la naturaleza del sólido y el líquido a ser manejados y el tamaño de la operación, pero ellos son relativamente baratos.

Tanques pequeños son frecuentemente hechos de madera previendo que este material no es atacado químicamente por el líquido de lixiviación. Las partículas de sólidos a ser lixiviasadas descansan sobre un falso fondo el cual es el más simple de los casos de construcción consiste de una rejilla de tiras de madera acomodadas paralelamente una a la otra y suficientemente juntas para soportar al sólido.

Pequeños tanques también pueden ser hechos completamente

de metal con falsos fondos perforados sobre los cuales un filtro de tela es colocado como en la lixiviación de productos farmacéuticos de plantas. Los tanques deberán ser llenados con sólidos de un tamaño uniforme puesto que entonces el porcentaje de vacíos será grande y la caída de presión requerida para el flujo del líquido de lixivia - ción menor. Esto también nos lleva a una uniformidad de extensión en la lixiviación individual de las partículas de sólidos y disminuye la dificultad con el acanalamiento del líquido a través de un limitado número de pasos a través del lecho del sólido. La operación de tal tanque puede seguir cualquiera de los siguientes procedimientos, - después de que el tanque ha sido llenado con el sólido, - un lote de solvente suficientemente completo para inmergir el sólido, puede ser bombeado dentro del tanque y la masa completa ser dejada remojando por un período de tiempo prescrito, durante este período el lote del líquido - puede o no ser circulado por el sólido por bombeo, el líquido puede ser entonces drenado del sólido por escurrimiento a través del falso fondo del tanque, esta operación representa entonces un paso simple, la repetición de este procedimiento eventualmente disolverá todo el soluto al único soluto entonces retenido es aquel disuelto en la solución que queda humedeciendo al sólido drenado, este puede ser entonces lavado llenando al tanque con solvente fresco y repitiendo la operación tantas veces como sea necesario.

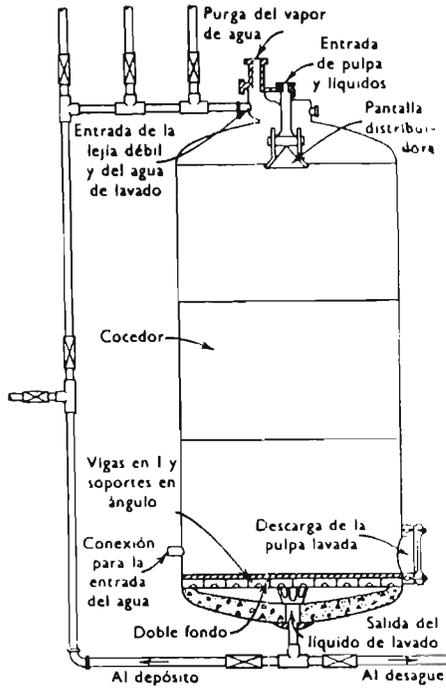
TANQUES O DEPOSITOS CERRADOS.

Para trabajar con disolventes volátiles, tales como las disoluciones de amoníaco aplicadas a la extracción de minerales de cobre, o con agua caliente resulta necesario operar a presiones superiores a la atmosférica, y se emplean extractores cerrados. En general, estos recipientes están ~~construidos~~ de chapa de acero y provistos de las aberturas adecuadas para la carga y descarga de los sólidos.

La pulpa digerida, obtenida en el proceso de pasta de papel al sulfato, se lava en un depósito cerrado como el representado en la figura 4. La mezcla de pulpa y lejía caliente y a presión procedente del digestor, se lleva al depósito por el orificio de carga. El vapor formado al disminuir la presión, juntamente con la lejía y la pulpa arrastradas, escapan por el orificio de purga situado en la parte superior. La pantalla en forma de cono, colocada bajo el tubo por el cual la pulpa se hace entrar en el depósito, sirve para distribuir ésta y para proteger el fondo del recipiente contra el choque del material que entra. El falso fondo está montado sobre vigas de sección en I o en doble T y sobre hierros en ángulo, colocados y sujetos al borde de la caldera. El espacio por debajo del falso fondo se encuentra parcialmente ocupado por el cemento que soporta a las vigas de sección en I y que contribuye también a disminuir el espacio libre.

La lejía débil y el agua usadas para el lavado de la pulpa se introducen por la parte superior y desplazan gradualmente a la lejía existente entre la pulpa, forzándole

a pasar a través del falso fondo y por el orificio de salida. La pulpa lavada se descarga por un orificio que está protegido por una armadura, generalmente de acero fundido, con tapa atornillable. En el lado opuesto al orificio de descarga se dispone la entrada de una tubería que inyecta agua a gran velocidad para ayudar a la descarga de la pulpa.



Esquema de un depósito cerrado para lavar pulpa cocida, en el proceso de obtención de pasta de papel por el método al sulfato. (18)

Figura 4.

LIXIVIACION EN FILTROS PRENSA.

Sólidos finamente divididos, demasiado finos para el tra-

tamiento por percolación en tanques de perforación relativamente profundos, pueden ser filtrados y lixiviados en los filtros prensa, por bombeo del solvente a través de la torta, esto es por supuesto una práctica común en el lavado de líquidos madres de precipitados los cuales han sido filtrados.

LECHO MOVIL DE SOLIDOS.

En algunos casos, desde el punto de vista de la manipulación de los sólidos, resulta ventajoso imprimir movimiento al lecho sólido.

Algunos aparatos de este tipo son : el extractor Bollman, el Hildebrandt, el Kennedy, Rotocel, etc.

El extractor para semillas de soja de Bollman o molino - Hansa (figura 5) se parece mucho a un elevador de canchales, y está constituido por una serie de grandes cestas perforadas, suspendidas por un par de cadenas sin fin, - que mueven unas ruedas dentadas. Sobre la cesta superior del lado de las cestas ascendentes (que contienen las semillas de soja trituradas y casi agotadas de aceite) se pulveriza el disolvente. De este modo se provocan una serie de contactos ~~en~~ contracorriente, hasta que la disolución aceitosa cae al fondo del aparato del cual se extrae por el correspondiente orificio de descarga A, enviándola mediante una bomba, a un tanque intermedio de reserva, en el que se reúne el líquido llamado " semimiscela " (se denomina miscela a la solución de máxima concentración -

final, que contiene pequeñas partículas sólidas en suspensión). En el otro lado del aparato, en el que las cestas se mueven hacia abajo, se cargan en cada una de ellas, - cantidades fijas de semillas trituradas en copos desde - una tolva alimentadora.

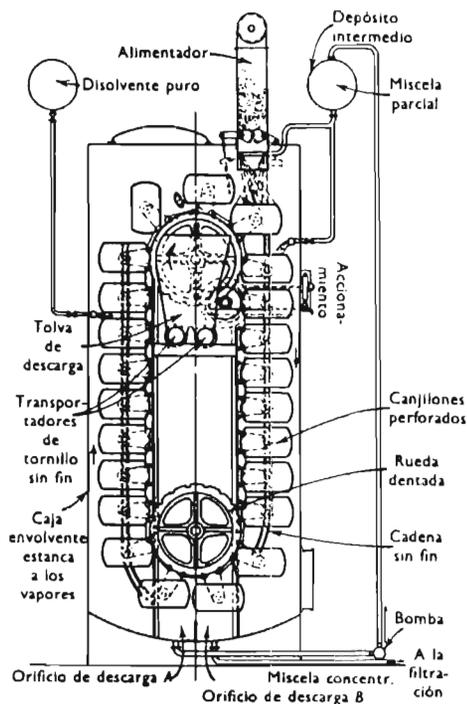


FIG. 288. Esquema de un extractor continuo de copos móviles, sistema Bollman. (*)

Figura 5.

La disolución del citado depósito intermedio se pulveriza sobre la parte superior de las cestas recién cargadas y - así este lado del sistema corresponde a una operación de múltiples contactos en paralelo. La disolución concentra-

da, obtenida en esta parte de aparato se recoge por el orificio de descarga B y se envía, mediante una bomba, a los filtros y después a los depósitos de almacenaje. Cuando una cesta alcanza la parte superior de la unidad de extracción, resulta automáticamente invertida, y los copos de soja, ya agotados, caen en la tolva de descarga desde la cual se envían a los desecadores por transportadores de tornillo sin fin. El conjunto del aparato va encerrado en una coraza hermética para impedir las fugas de vapores de disolvente.

El extractor Hildabrandt que se representa en la figura 6 consiste en una carcasa en forma de U, provista de tres transportadores de tornillo sin fin. Los tornillos sin fin giran a velocidades diferentes, con el fin de comprimir adecuadamente los sólidos en la sección horizontal. Los sólidos se introducen por la rama derecha de la U y el disolvente por la izquierda, con el fin de realizar la operación en contracorriente.

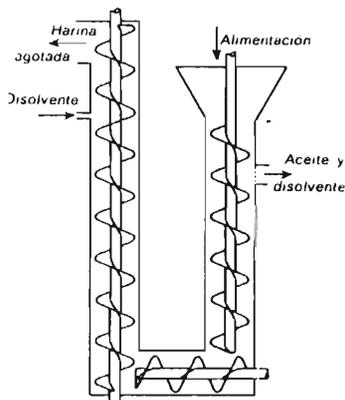
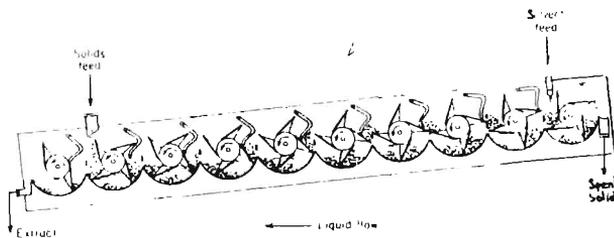


Figura 6.

El extractor Kennedy es un moderno arreglo el cual es indicado en la figura 7, es otro aparato por etapas el cual ha estado en uso desde 1927 usado originalmente para la lixiviación de taninos para el curtido. Este es ahora usado para la extracción de aceite de semillas y otras operaciones químicas de lixiviación. Los sólidos son lixiviados en una serie de tubos y son empujados de uno a otro en la cascada por paletas, mientras que el solvente fluye en contracorriente. Las perforaciones entre las paletas permiten un drenaje del sólido entre las etapas, y los sólidos son desechados por cada paleta como se muestra. Tanto tubos pueden ser colocados en una cascada como estos sean requeridos.

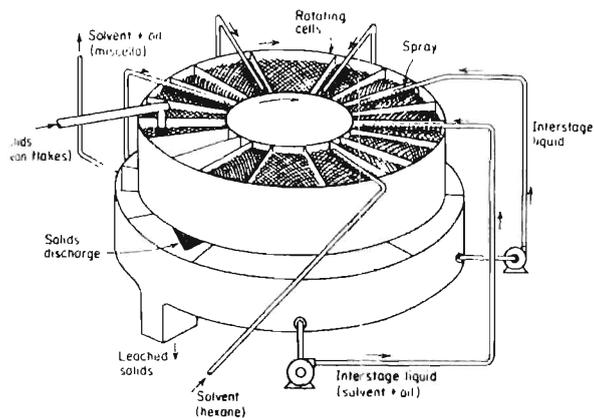


Kennedy extractor. (The Vulcan Copper and Supply Co.)

Figura 7.

Extractor MIAG rueda, es una máquina del tipo de contacto continuo, fué una de las primeras máquinas Alemanas desarrolladas, la cual es aún usada extensamente en Europa y Sudamérica. Como la rueda revuelve dentro de la carcasa, las semillas son empujadas por platos perforados en contracorriente al solvente, transportadores de gusano también son usados en muchos equipos para acarrear al sólido

ROTOCEL. Es esencialmente una modificación del sistema - SHANKS y dentro del mismo los tanques de lixiviación son continuamente movidos de tal forma, que permite la continua introducción y descarga del sólido. Las siguientes figuras son una representación esquemática del aparato simplificado para mostrar el principio de trabajo y la otra es la del proceso SHANKS.



Schematic arrangement of the Rotocel.

Figura 8a.

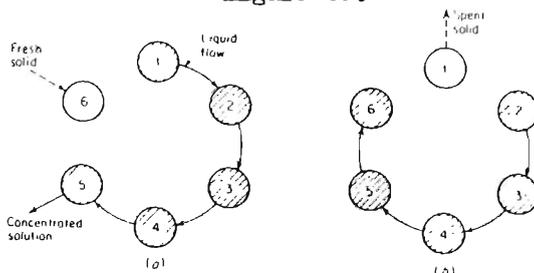


Figura 8b.

Un rotor circular conteniendo 18 células cada una acoplada con unas mallas articuladas en el fondo para soportar

los sólidos, lentamente revuelve arriba un tanque estacionario de compartimientos, conforme el rotor revuelve, cada célula pasa en torno y bajo un aparato especial para alimentar las semillas preparadas, y entonces bajo una serie de rociadores por los cuales cada una es periódicamente mojada con solvente para lixiviación, inmediatamente después de una revolución, los contenidos lixiviados de cada celda son automáticamente vaciados dentro de un recipiente estacionario debajo, desde los cuales ellos son continuamente transportados lejos. El solvente de cada rociador percola hacia abajo a través del sólido y la malla soportante dentro del compartimiento apropiado del tanque más bajo, del cual es continuamente bombeado a la próxima esprea. La lixiviación es en contracorriente y la solución más concentrada es tomada de las semillas más frescas.

LIXIVIACION DE SOLIDOS DISPERSOS.

Los sólidos que forman lechos impermeables, antes o durante la lixiviación, se tratan dispersándolos en el disolvente mediante agitación mecánica en el tanque o en un agitador de flujo. Posteriormente se separa el residuo lixiviado de la solución concentrada por sedimentación o filtración.

El equipo para lixiviación de sólidos finos por dispersión y separación, incluye los tanques agitados por lote por impulsores rotativos o por aire y una variedad de aparatos como los citados a continuación :

TANQUES AGITADOS POR LOTE.

Los tanques agitados por un propulsor coaxial (turbinas, paletas o propelas) son comunmente usados para la disolución de sólidos en líquidos generalmente, y pueden ser usados para la lixiviación de sólidos finos.

La gran función del agitador es la de suplir al solvente-exhausto a las partículas, mientras ellas residen a lo largo del tanque lo suficiente para que el proceso de difusividad sea completado. El agitador hace esto más eficiente, si la circulación es suave los sólidos cruzan el fondo del tanque o simplemente quedan suspendidos en la parte superior de este.

Después de que el proceso de lixiviación tiene el grado deseado, los sólidos pueden ser separados por asentamiento y decantación del extracto sobrenadante o por filtros externos, centrífugas o espesadores. La dificultad de la separación del sólido del extracto y la acción que esta provoca (un equilibrio simple) es la mayor de las desventajas de los tanques por lotes agitados.

Se utilizan un gran número de aparatos en los que las partículas sólidas están dispersas en un disolvente durante la extracción. Los productos que no son lo suficientemente finos para permanecer suspendidos en el disolvente pueden manipularse en los clasificadores de rastrillo, compuestos de varias unidades como la representada en la figura 10. Se emplea flujo en contracorriente con las par-

tículas sólidas en movimiento hacia arriba sobre la cubierta inclinada y el líquido deslizándose hacia abajo sobre la misma. El escurrido, que tiene lugar en la parte superior de la cubierta inclinada, separa la mayor parte de la disolución adherida a las partículas sólidas, antes de que pasen al piso inmediato en el que toman contacto con una disolución menos concentrada.

Pero si los sólidos son de tamaño suficientemente fino para que se mantengan en suspensión por agitación, pueden utilizarse los agitadores, los espesadores o una combinación de ambos. Si se emplean los dos, agitadores y espesadores, los primeros sirven para establecer el contacto íntimo entre el sólido y el líquido y disolver las materias solubles contenidas en aquéllos, mientras que los espesadores se utilizan para efectuar la separación de los sólidos agitados y la disolución.

En algunos casos la agitación y la disolución pueden efectuarse simplemente haciendo fluir juntas por un tubo las materias sólidas y la solución, en lugar de por agitación en un depósito. Si la operación es discontinua y en pequeña escala, la agitación y la separación (sedimentación) puede realizarse en el mismo recipiente. Solo se utilizan los espesadores en la separación y lavado de los precipitados.

Existe un gran número de tipos de aparatos en los que los sólidos se mueven en contracorriente con el líquido por medio de un transportador de hélice, por rastrillos o por

otros dispositivos mecánicos. Un progreso de interés lo constituye el extractor de aceite de soja, mostrado en la figura 9, que está constituido por un recipiente cilíndrico vertical que lleva una serie de platillos circulares horizontales, igualmente espaciados y fijos sobre un árbol central que gira lentamente por medio de un motor. Por la parte superior llega la alimentación continua de los copos de semilla de soja, mediante un transportador, y el disolvente llega también ininterrumpidamente por bombeo a través del fondo.

Los copos cargados en la parte superior son distribuidos con uniformidad por las paletas distribuidoras montadas sobre el árbol central giratorio. Los brazos rascadores fijos montados sobre la cubierta rastrean la superficie de cada uno de los platillos perforados, de modo que los copos son barridos a través de las rendijas por los citados brazos fijos. Las rendijas están dispuestas de modo que los copos siguen un recorrido helicoidal en su movimiento descendente por el aparato. Al llegar los copos a la base del aparato de extracción se descarga mediante un transportador totalmente cerrado, que eleva el material a una altura suficiente por encima del nivel del disolvente para permitir su escurrido antes de descargarlo en los secadores. El líquido fluye hacia arriba a través del extractor, en contracorriente con los copos de soja. Sobre el platillo superior que actúa a modo de lecho filtrante para retener a las partículas finas desprendidas en las partes inferiores del aparato, y arrastradas hacia arriba por la corriente líquida, se mantiene una gruesa capa de

copos frescos. La disolución de aceite en el disolvente - junto con el sólido arrastrado, pasa por un tamiz situado en la parte superior y abandona el extractor.

Una variante de este aparato consiste en montar los brazos raspadores sobre el árbol central, y dejar fijos los platillos.

En general, el extractor de lecho sólido fijo, exige un mínimo de manipulación y se utiliza, con frecuencia, en los casos en que se manejan grandes cantidades, o cuando las características de las partículas sólidas son tales que no resulta conveniente su movimiento continuo. Las mezclas de partículas sólidas que forman un lecho de escasa porosidad, tanto originariamente como durante la extracción, suelen tratarse en estado de dispersión mejor que en lecho quieto. Ya que la porosidad depende más de la distribución por tamaños de las partículas sólidas que de su tamaño medio, podrá mejorarse el proceso extractivo mediante una clasificación previa de los sólidos. Esto se ha aplicado en los casos del tratamiento de menas metálicas.

Minerales de oro, uranio y otros metales son frecuentemente lixiviados en baches en largas vasijas agitadas por aire conocidas como TANQUES PACHUCA. Figura 11.

Un tanque típico es un cilindro vertical con un fondo de una sección cónica, generalmente con unos 60 grados, 22.5 pies de diámetro incluido el ángulo del cono y 45 pies de

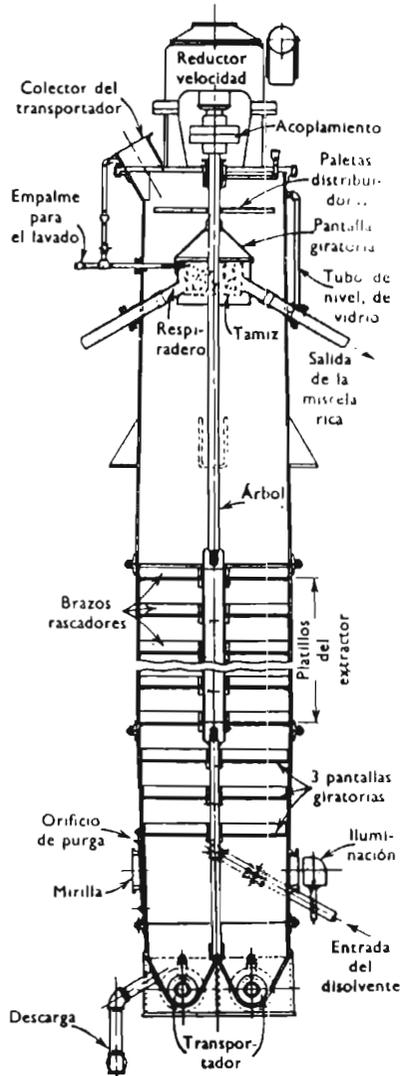
altura total. En algunos diseños el aire es admitido desde un tubo abierto cerca del fondo del cono pero mas comunmente un tubo central vertical de escasas 18 pulgadas de diámetro se extiende desde el fondo del tanque hasta casi la superficie del líquido, el aire es admitido por el fondo de este tubo, empuja la suspensión sólido-líquido hacia arriba a través del tubo con considerable velocidad, el aire desemboca sobre la superficie del líquido, la suspensión agitada encuentra su camino hacia abajo en la otra parte del tanque y eventualmente vuelve a entrar al fondo del tubo central.

Por lo que se ha visto anteriormente, los sólidos que forman lechos impermeables, antes o durante la lixiviación, se tratan dispersandolos en el disolvente por agitación mecánica en un tanque o en un agitador de flujo. Posteriormente se separa el residuo lixiviado de la solución concentrada por sedimentación o filtración.

De esta forma se pueden lixiviar pequeñas cantidades en un tanque agitado, provisto de una cámara inferior para recoger el producto sedimentado. La lixiviación continua en contracorriente se puede obtener con varios espesadores, como el que se representa en la figura 12, conectados en serie o bien, cuando el contacto con el espesador no resulta adecuado colocando un tanque con agitación entre cada dos espesadores. Cuando los sólidos demasiado finos para sedimentar por gravedad, el residuo conteniendo una elevada proporción de miscela pasa de forma continua a una separadora centrífuga. Se han diseñado muchos otros

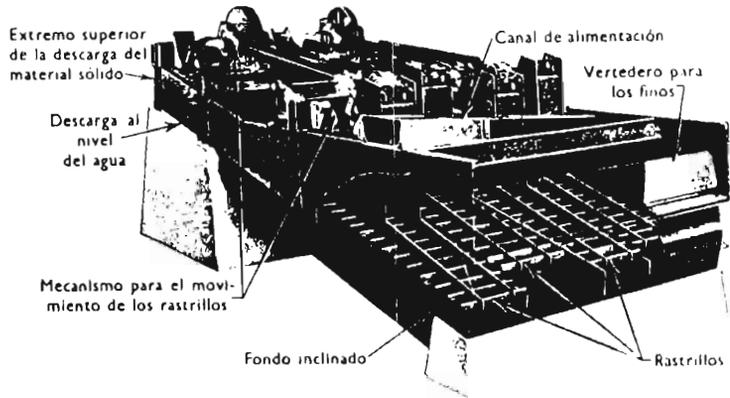
tipos de aparatos de lixiviación para fines especiales, -
tales como la extracción con disolventes de diversos acei
tes de semillas. Las características de diseño vienen da-
das en cada caso por la propiedades del disolvente y del
sólido. El material disuelto o soluto, se recupera gene -
ralmente por cristalización o evaporación.

Figura 9.



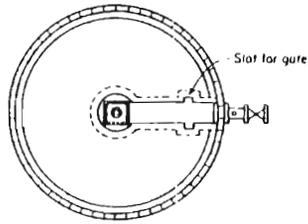
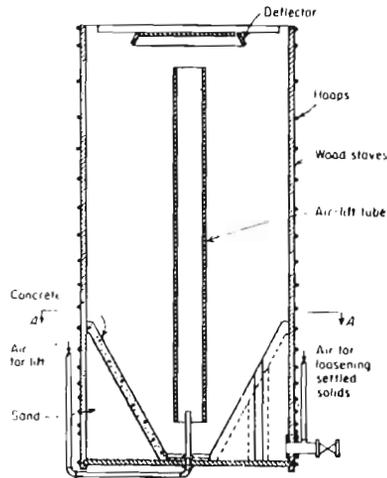
Esquema de un extractor de platillos giratorios, funcionando en contracorriente. (99)

Figura 10.



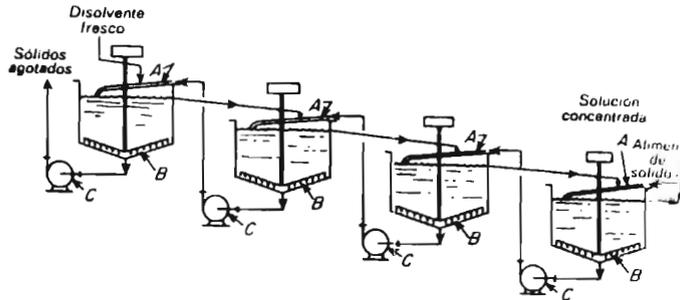
Corte parcial de la carcasa de un clasificador de rastrillos. (Dorr Co.)

Figura 11.



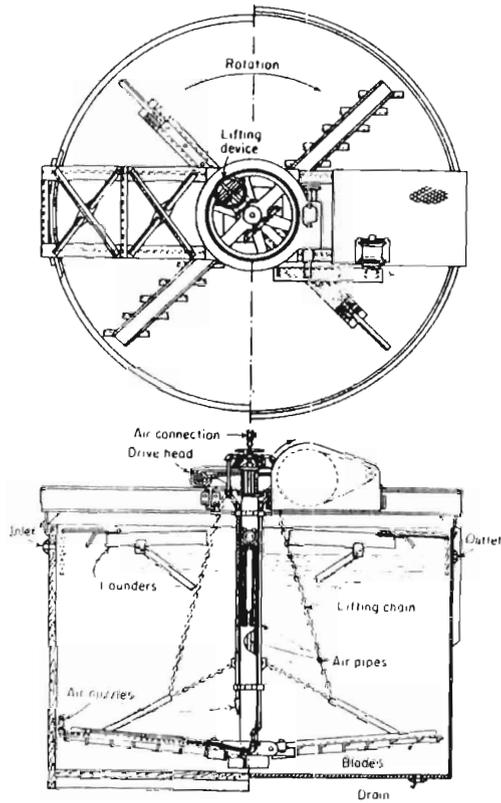
Section A-A

Figura 12.



Planta de lixiviación en contracorriente: A, lavadero, B, castrillo, C, bombas, lodos.

Figura 13.



METODOS DE CALCULO.

Como en otras operaciones de transferencia de masa, los calculos de la lixiviación son basados en el concepto del equilibrio ideal, ó etapa ideal, que se define como una etapa donde la solución resultante saliendo, es de la misma composición de la solución retenida por el sólido saliendo de la misma. En realidad, en lixiviación el equilibrio entre la solución y el soluto es rara vez alcanzado, por el inadecuado tiempo de contacto entre el soluto y el disolvente. Por otro lado, también es impracticable hacer una separación perfecta de los sólidos de la disolución y por lo tanto se necesita un factor práctico global de eficiencia de etapa en adición al número de etapas ideales, para obtener el número actual de etapas necesarias para dar una operación completa de lixiviación.

Pero es mas simple hacer uso de los datos prácticos de equilibrio, donde está ya añadido la eficiencia de las etapas pudiendose encontrar directamente el número de estas.

PROCEDIMIENTOS DE CALCULO.- Para propósitos de cálculo se toman en cuenta tres componentes, nombrados :

- 1).- Inerte o sólidos insolubles.
- 2).- Un soluto simple, que pueda ser sólido ó líquido.
- 3).- Un solvente.

La solubilidad de inertes y la absorción de soluto por el sólido inerte pueden ser determinados por cálculo.

Si los datos de las concentraciones son conocidos, -

entonces los calculos del número de etapas ideales se podrá hacer por un balance de material, conociendo por supuesto la cantidad de solución retenida por el sólido inerte, que es a lo que se llama curva de retención, y además teniendo en cuenta la definición de etapa ideal. A esto es llamado método algebraico, aunque es también muy parecido al método gráfico, los cuales describiremos con más amplitud en los parrafos siguientes. Para algunos casos especiales, como veremos a continuación, es más recomendable otro método llamado : método analítico.

Método Algebraico.- Este método comienza con el cálculo de las cantidades y composiciones de todas las corrientes terminales, para tomarlas como base del cálculo. El balance de material y las composiciones de las corrientes son entonces computados, (teniendo en cuenta la definición de etapa ideal), para uno u otro extremo de una batería de extracción, usando los datos de equilibrio y los de retención de solución. Los calculos son entonces repetidos para cada etapa ideal sucesivamente desde una terminal del sistema hasta la otra mientras se alcanza una etapa ideal, la cual corresponda a las condiciones deseadas.

Cualquier problema de extracción sólido-líquido puede ser resuelto por este método, pero es tedioso, especialmente cuando estan envueltas un gran número de etapas, lo cual aumenta el número de calculos.

Método Gráfico.- Este método de cálculo, es simplemente una representación gráfica de balances de material, y datos de equilibrio, por lo que es teóricamente equivalente al método algebraico. Su principal ventaja es que —

simplifica los calculos grandemente y además permite la visualización de las variables del proceso así como sus efectos sobre la operación.

A continuación, hacemos un breve estudio de los diagramas más importantes empleados en esta operación.

Triángulo rectángulo.- En este diagrama se representa en el vértice del ángulo recto el componente inerte I, en el de la derecha el componente a extraer o soluto S, y en el superior el disolvente D. En consecuencia, en el lado IS estarán localizadas las mezclas binarias de soluto-sólido inerte, en el lado ID se encuentran las distintas proporciones de inerte y disolvente, que como son totalmente inmiscibles estarán separadas en dos fases; en la hipotenusa DS estarán localizadas las mezclas de soluto y disolvente, que si son miscibles en todas proporciones corresponderán a sistemas de una sola fase líquida. Los puntos del interior del triángulo representarán mezclas ternarias.

En la extracción sólido-líquido, la cantidad de soluto que puede disolverse estará limitada por la saturación de la disolución, que será función de la temperatura y de la presión.

Prescindiendo del efecto de la presión, solo apreciable a presiones elevadas, el diagrama se puede dividir en dos zonas (para una temperatura determinada): Una de saturación y otra de no saturación. En la primera, los sólidos contenidos en el sistema serán la suma de la sustancia inerte y la parte no disuelta del sólido a extraer; evidentemente, en la segunda el sólido presente es solo el material inerte.

Sobre el diagrama triangular Figura 15 el punto y_{sat} representa la concentración de la disolución saturada, y sobre la recta Iy_{sat} estarán las mezclas de sólido inerte y disolución saturada.

A la izquierda de esta línea estarán las disoluciones no saturadas y a la derecha la disolución saturada acompañada de sólido inerte y soluto no disuelto. Cualquier mezcla de la zona no saturada, tal como la representada por el punto N, puede considerarse formada por el sólido inerte y



FIG. 15

la disolución de composición y_1 ; para la zona saturada, cualquier mezcla representada por un punto tal como P puede considerarse constituida por una disolución saturada de composición y_{sat} , soluto no disuelto y sólido inerte de composición dada por x_2 .

Cuando el soluto está originalmente en fase líquida — puede ocurrir que el soluto y el disolvente sea miscibles en todas proporciones, en cuyo caso todos los puntos de la hipotenusa representarán sistemas de una sola fase líquida y el interior del triángulo representará una zona no saturada, ya que el punto y_{sat} corresponderá al vértice S. Si no son miscibles en todas proporciones pueden aparecer sobre la hipotenusa dos puntos: $(y_1)_s$ y el $(y_2)_s$, que corresponderán a disolución saturada del disolvente. En este caso el triángulo puede dividirse en tres zonas.—
Figura 16.

Las zonas I y III estarán -
 constituidas por una fase líquida no saturada y un sólido inerte, y dos fases líquidas de composición $(y_1)_s$ e $(y_2)_s$, además, de sólido inerte forman parte -
 de el área II.

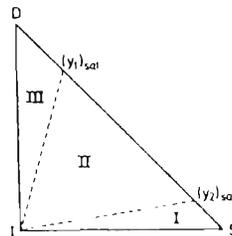


FIG. 16

Para el cálculo de los procesos de extracción ha de conocerse la cantidad de disolución retenida por los sólidos inertes. La disolución retenida por los sólidos inertes. La disolución retenida por unidad de sólido inerte viene representada por una curva, KG y ha de determinarse experimentalmente Figura 17 si se supone que la disolución retenida por unidad de sólido inerte es constante e independiente de la concentración, - el lugar geométrico de las mezclas de sólidos inertes y disolución retenida vendrá dado por la recta KH paralela a la hipotenusa. Si lo que permanece constante es la relación disolvente/sólido inerte, D/I, el lugar geométrico de las mezclas de sólido inerte y disolución retenida viene dado por la recta KS.

En el caso de que la disolución retenida por el sólido inerte tenga la misma composición que la disolución correspondiente al flujo superior, la composición x_1 (punto B) puede considerarse constituida por sólido inerte y disolución de composición y_1 . La cantidad de disolución retenida por el sólido inerte vendrá por la relación de distancias, $\overline{IB}/\overline{BA}$. Las rectas tales como AB, CD, etc., - representarán las líneas de reparto en el equilibrio ideal, que pasarán por el vértice I (Figura 17). Si no al-

canza la misma concentración para el flujo superior y para la disolución retenida en el flujo inferior, estas rectas de reparto no pasarán por el vértice I, sino que los puntos B, D, etc., estarán desplazados hacia la derecha (B', C', etc.) cuando la concentración del flujo superior sea menor que la disolución del flujo inferior.

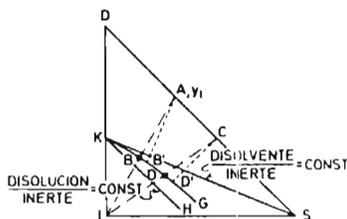


FIG. 17

Diagrama rectangular.- Debido a que en el diagrama triangular los datos suelen agruparse hacia un extremo, resultando incómodas las lecturas, es preferible usar un diagrama rectangular en el que se representa en ordenadas - kilogramo de soluto/kilogramo de disolución, $S/(D+S)$. En este diagrama, para la sustancia a tratar exenta de disolvente, la ordenada será I/S y la abscisa valdrá la unidad. El disolvente puro tendrá valor cero de abscisa y ordenada (Figura 18).

Considerando el sólido inerte (del que se ha extraído todo el soluto) en contacto con la disolución (soluto y disolvente), el punto representativo del sistema en este diagrama será M_1 . Si se deja sedimentar el sistema, la disolución que se puede separar vendrá representada por un punto E_1 y los sedimentos o lodos que contienen al sólido

inerte y la disolución retenida vendrá representado por un punto R_1 la recta E_1R_1 será una recta de reparto que une los puntos representativos de la disolución del flujo superior y de los lodos o flujo inferior. Si el sistema no ha sedimentado tiempo suficiente para que pueda separarse una disolución clara o si el sólido inerte se disuelve parcialmente, las disoluciones correspondientes a los flujos superiores estarán representadas por puntos tales como el E_1 y los lodos o flujo inferior por puntos tales como el R_1 .

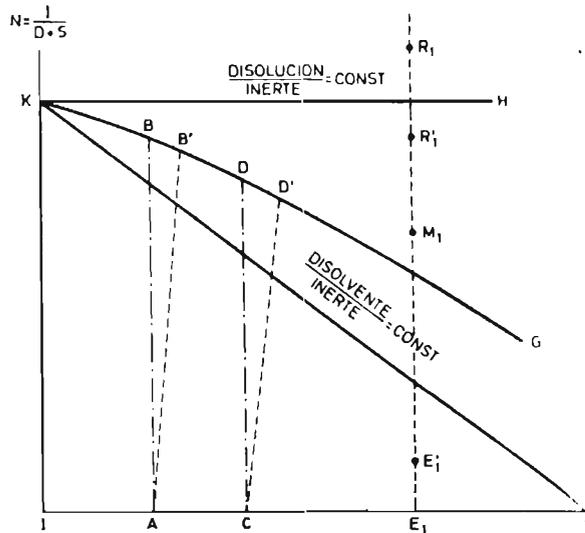


Figura 18. $x, y = \frac{S}{D \cdot S}$

La disolución retenida por unidad de sólido inerte vendrá representada por la curva KG que ha de determinarse experimentalmente. Si la disolución retenida por unidad de sólido inerte es constante e independiente de la concentración, el lugar geométrico de las mezclas sólido inerte y disolución retenida será una recta paralela al —

eje de las abscisas (recta KH). Si lo que permanece — constante es la relación disolvente/sólido inerte, el lugar geométrico de las mezclas sólido inerte- disolución - retenida vendrá dado por la recta KS, que pasa por el punto cuya abscisa representa la composición de la disolu — ción retenida por el sólido inerte.

Cuando todo el soluto está en disolución y la disolu — ción retenida por el sólido inerte tiene la misma composi — ción que la disolución del flujo superior, las rectas ta — les como AB; CD, etc., representarán rectas ideales de re — parto que serán perpendiculares al eje de las abscisas. — Cuando no se alcanzan esas condiciones, las rectas de re — parto serán AB' , CD' , etc. en la que los puntos B' , D' etc., estarán a la derecha de B, D, etc.

MÉTODOS ANALÍTICOS.— Como antes hemos mencionado, los mé — todos analíticos se aplican en casos especiales, que des — cribiremos adelante.

El método seguido por Baker (chem. met. Eng., 42, 669 1935) y por McCabe Smith, fueron desarrollados para la — lixiviación en contracorriente en múltiples etapas usando el concepto de etapa ideal. Esto asume que las soluciones adheridas a los sólidos inertes en el flujo inferior en — una etapa dada, tiene la misma composición que la disolu — ción del flujo superior de esta etapa dada. Esto también implica que la velocidad del flujo inferior entre las eta — pas es constante o que la razón solvente -inerte es cons — tante entre las etapas. Estas ecuaciones no pueden ser u — sadas para la cascada enteramente, si en la corriente in — ferior que alimenta a la primera etapa no es la misma —

que L_n la corriente inferior dentro del sistema. Las ecuaciones que han sido derivadas para esta situación (Baker Trans. Am. Inst. Chem. Engrs., 32, 62 (1936)). Grosberg, Ind. Chem. Eng., 42, 154 (1950)). Pero es más fácil usando balances de materia, que llevando a cabo en la primera etapa separadamente y entonces aplicar estas ecuaciones para las etapas restantes en la cascada. El método de Baker es particularmente útil para el cálculo de concentraciones terminales si es que es conocido el número de etapas directamente por el uso de las soluciones de concentración conocida.

Método de Baker.- Este autor propone el empleo de la ecuación siguiente :

$$\frac{1}{f} = 1 + a_n \sum_{i=1}^n a^{n-i} - \frac{W_D^*}{W_E^*} \left(1 + a_n \sum_{i=2}^n a^{n-i} \right)$$

siendo :

f = Solute en el refinado R_n /solute en la alimentación

a = Extracto que sale de la última etapa E_n /disolución retenida.

a_n = Extracto obtenido E_1 /solución retenida por el sólido.

W_D^* = Peso del soluto en el disolvente.

W_E^* = Peso del soluto en el refinado R_n .

En el caso particular en que el disolvente no contenga soluto ($W_D^* = 0$), la ecuación se transforma en :

$$\frac{1}{f} = 1 + a_n a^{n-1}$$

En el caso de que el refinado permanezca constante en lo que respecta a la relación disolvente/sólido inerte (em-lugar de solución retenida/sólido inerte), se emplean - las mismas ecuaciones pero sustituyendo a por a' y a_n por a'_n que vendrá dado en :

a' = disolvente que sale en el extracto E_n/disolvente-retenido.

a'_n = disolvente que sale en el extracto/disolvente retenido por el sólido.

Método de McCabe Smith.- Este método permite calcular el número de etapas a partir de las concentraciones de las disoluciones.

Si es constante la relación disolución retenida/sólido inerte :

$$n-1 = \frac{\log \left(\left(\frac{x_n - y_{n-1}}{x_1 - y_f} \right) \right)}{\log \left(\left(\frac{x_n - x_1}{y_{n-1} - y_f} \right) \right)}$$

Siendo y_f la composición de la alimentación; x₁ y x_n las composiciones del refinado en la primera y última etapa, respectivamente; y_{n-1} la composición del extracto en la penúltima etapa. Todas las composiciones están expresadas en kilogramo de soluto por kilogramo de disolvente.

Para el caso de corriente inferior variable, una modificación del método de Baker ha sido desarrollada por Grosger en algunos casos el flujo inferior es variable, pero la disolución retenida por inertes es tal que el recíproco de las soluciones retenidas es línea con respecto a la

concentración de la solución. Si los datos muestran una ligera curvatura entonces pueden ser tratados como si fueran una línea recta. Si la relación entre las líneas rectas está representado por : $1/F_n = A + Bx_n$, que representa la ecuación de Chem que tiene la siguiente notación.

$$\frac{x_1 + b + B_1}{x_1 + b + B_1} = \frac{y_{n+1} + b + B_2}{y_{n+1} + b + B_1} \frac{(B_2)^n}{(B_1)^n}$$

Donde :

$$a = - \frac{A + B y_{n+1} r_1}{B (r_1 - 1)}$$

$$b = \frac{A r_1 + B x_n}{B (r_1 - 1)}$$

$$c = \frac{A (x_1 - r_1 y_{n+1})}{B (r_1 - 1)}$$

$$r_1 = W_{n+1} / F_1 I$$

Las diferentes soluciones, dependen de los valores tomados por B_1 y B_2 , que vienen dados por las raíces de la ecuación :

$$B = \frac{(a - b) \pm \sqrt{(a + b)^2 - 4c}}{2}$$

Calculos de sistemas en contracorriente de multiples etapas por lotes.

Hawley y Ravenscroft han mostrado que N_b , el número de lotes en este tipo de sistemas, está relacionado con N_c - el número de unidades de contacto en equilibrio en un sistema en contracorriente continuo, por la ecuación :

Ec.

$$N_D = \frac{N_C + 1}{2}$$

de esta forma el número de unidades en un sistema a contracorriente por lote, puede ser obtenido primero calculando el número de etapas de equilibrio requerido para un sistema contracorriente continuo equivalente, que fué descrito anteriormente, y posteriormente se aplica la ecuación antes descrita.

UBICACION DEL EQUIPO.

Con el propósito de dar una mejor situación de lo que es el equipo con el cual contamos, debemos establecer, o más bien, de ubicar la forma como trabaja el equipo dentro de los diferentes métodos de operación.

El equipo es un extractor tipo soxhlet y funciona de la siguiente manera :

Al calentar el solvente en el matraz, se evapora aquel pasando a través del tubo de conducción de vapores que lo lleva directamente a la parte superior del equipo; en esta parte se encuentra el condensador sobre el cual se condensan los vapores de solvente puro. El condensado cae sobre el sólido a lixiviar obteniéndose una disolución que irá llenando poco a poco la cápsula donde se encuentra el sólido. Cuando el volumen de disolución llega a un determinado nivel, que es donde se forma un sifón; por medio de este la disolución pasa de nueva cuenta al matraz. A este proceso se le denomina una etapa; cuando se repite varias veces, se dice que es un contacto en múltiples etapas.

Como la disolución cae dentro del matraz después de cada etapa, el solvente, que es mucho más volátil que el soluto, se evapora nuevamente debido al calor de la canastilla; es decir, el solvente puro vuelve a subir por evaporación hasta el condensador de donde nuevamente cae sobre los sólidos, produciéndose una nueva disolución, diferente de concentración que la anterior, después de lo cual ...

volverá a caer al matraz mediante el sifón, y así sucesivamente hasta completar el número de etapas necesarias.

Como hemos descrito, en cada etapa entra solvente puro a ponerse en contacto con los sólidos, cada vez más agotados, por lo que el aparato cae dentro del tipo de operación nombrado: sistema de múltiples etapas de corrientes paralelas, o bien, sistema de múltiples etapas de corrientes concurrentes; este sistema ya ha sido descrito anteriormente.

FUNCIONAMIENTO DEL EQUIPO.

El extractor sólido-líquido consta básicamente de las siguientes partes :

1.- Un matraz balón con capacidad para cuatro litros de solvente, de junta esmerilada.

2.- Un tubo envolvente de vidrio de 84 cm. de altura — por 10 cm. de diámetro, abierto en sus extremos siendo el inferior de ellos una junta esmerilada de diámetro menor al del extremo superior y sirve de punto de unión con la boca del matraz. Un tubo de vidrio de diámetro cinco veces menor y soldado a tres centímetros del extremo esmerilado recorre paralelamente al tubo envolvente hasta llegar a 30 centímetros de su extremo superior, permitiendo el paso de los vapores del solvente producidos en el matraz, hasta la cámara de condensación. Diametralmente opuesto a este tubo se encuentra otro de diámetro aún menor, denominado tubo de sifón, el cual debe ser separado del cuerpo pues está unido mediante dos juntas de teflón con su correspondiente tapón roscado a dos tomas construidas para este fin. Esta parte del equipo permite el paso (llegado el momento), de la disolución acumulada en la cámara de extracción al matraz donde se encuentra el disolvente. Una llave de teflón que se encuentra situada en la parte inferior de la cámara de extracción, puede permitir la salida de la disolución cuando se desee, ya sea para tomar muestras de la disolución, o para impedir que — llegue al matraz.

3.- Un condensador tipo Hopkins colocado en la parte superior del equipo, está formado por una cabeza hemisférica de diámetro mayor al del cilindro de fondo cónico con -

que se encuentra unida, una entrada y una salida para agua colocadas en la cabeza del condensador; la entrada del agua está conectada a un tubo recto de 1 cm. de diámetro, que atraviesa el cuerpo del condensador a todo lo largo por la parte central terminando a cinco centímetros del fondo cónico de este. La salida del agua se efectúa después de que ésta ha recorrido el cuerpo del condensador, a través del orificio de la parte superior antes mencionado; el condensador permanece suspendido de la cabeza con el extremo superior del tubo envolvente, de manera que se forme un espacio anular entre la pared exterior del tubo cilíndrico del condensador y la pared interior del tubo envolvente.

4.- Un cartucho cilíndrico de vidrio con una altura de 36cm. y un diámetro de 9cm., con un vidrio poroso como fondo, el cual permitirá sólo el paso de disolución reteniendo los sólidos dentro del cartucho, que está suspendido del vértice del fondo cónico del condensador mediante una varilla de acero inoxidable.

5.- Una canastilla eléctrica de 120 volts y 700 watts con un control de zonas y un control de intensidad de calor.

6.- Como un aditamento, fue colocado un tanque enfriador del agua de condensación, lo cual se logra mediante hielo en contacto con una espiral formada con tubo de cobre y por la que pasa el agua interiormente. El tanque está aislado por la parte interna con una lámina de media pulgada de espesor de espuma de poliuretano; por último una válvula en el fondo del tanque sirve de desagüe del mismo.

La línea general de agua está conectada a la parte infe

rior de la espiral, y la parte superior de esta va a dar a la entrada del condensador.

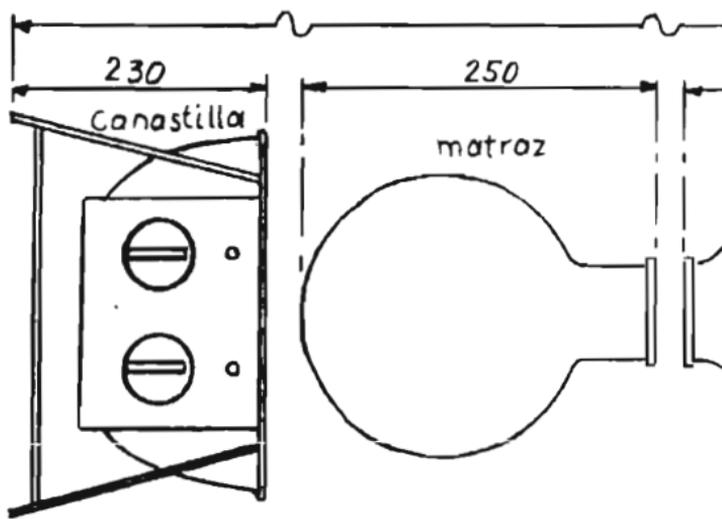
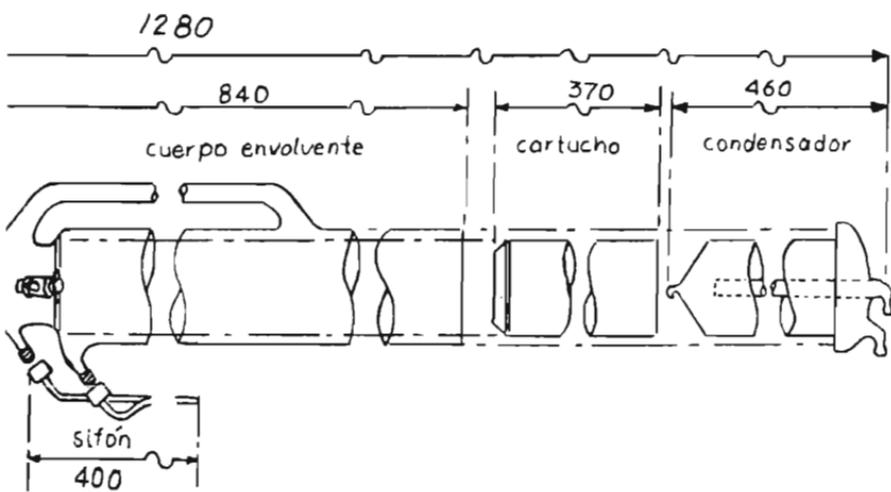


Figura 14.



FUNCIONAMIENTO DEL EQUIPO.

ESTRUCTURA.-

Consta de una torre rectangular de 1.80 mts. de altura, base cuadrada de 50 x 50 cms. y dividida en cuatro secciones, la primera de las cuales se encuentra delimitada por cuatro tramos de ángulo de 50 cm. de longitud que la bordean por la parte interna y se encuentran a una altura de 60 cm. tomando como referencia el piso al cual se encuentra anclada mediante cuatro tornillos.

Esta primera sección viene a determinar la base del equipo la cual consta de un cuadro de madera triplay de 50 x 50 cm. y 1 cm. de grueso, al que está unida la canastilla eléctrica mediante abrazaderas de uña; del lado izquierdo de este se encuentra un mango o jaladera cuyo fin se explicará más adelante.

Las otras tres secciones de la torre también están delimitadas por tramos de ángulo de forma igual a la sección inicial, solo que con una separación de 50 cm. cada una de ellas; el objeto de estas es la de dar forma y reforzar la torre.

No necesita ser cuidadosa la observación para darse cuenta que la segunda sección en la parte frontal de la torre está incompleta, pues le falta uno de los cuatro tramos de ángulo, esto es debido a que algunas veces se hará necesario sacar el equipo de la estructura, y por lo tanto esta medida lo facilitará.

La cuarta sección corresponde a la parte superior o terminal de la estructura en la que se encuentran 2 tramos de ángulo de 50 cm. paralelos a los tramos laterales integrantes de la torre y cuya separación sirve para sostener una

junta de madera constituida de dos partes unidas mediante dos tornillos largos por medio de los cuales se le puede dar la abertura necesaria; el objeto de esta brida es la de fijar en la parte central al condensador, de la base del cual colgará, mediante una varilla de acero inoxidable, el cartucho para carga de sólidos. El tubo envolvente de este par (condensador y cartucho) está sostenido mediante dos abrazaderas forradas de fieltro, deslizantes y unidas por un casquillo metálico torneado de 20 cm. de longitud, el cual corre por una varilla lisa, vertical, cilíndrica, de 1.20 mt. de longitud y 3/8" de diámetro, situada en la parte central del lado izquierdo y por el interior de la estructura, y unida desde la base de esta situada a una altura de 60 cm. sobre el nivel del piso hasta el límite superior de la torre a la cual queda unida mediante un tornillo.

El casquillo tiene en su parte central un orificio en el que va un prisionero mediante el cual y con un apretón moderado con la llave Allen se puede sostener de la varilla guía al tubo envolvente a la altura deseada; es claro que el límite para los movimientos ascendente y descendente será:

a).- El superior, al pegar con la cabeza del condensador.

b).- El inferior, a 10 cm. del piso, de manera de que si alguna persona, al estar manipulando el equipo, este se le resbale, no llegue a pegar en el piso.

En la parte lateral derecha, y soldada a la segunda sección, que está a 1.10 mts. del piso, se encuentra una saliente semicircular reforzada por un tramo de solera que -

queda en forma oblicua unida de la parte central del ángulo lateral derecho de la primera sección a la parte más lejana del semicírculo y el objeto de este es el de sostener al enfriador.

Como se mencionó anteriormente, la tabla que sirve de base para la canastilla eléctrica, tiene un mango atornillado en el lado izquierdo de esta cuyo fin es de facilitar el acto de jalar la tabla para hacer que esta se deslice sobre un par de tramos de ángulo, más grueso que el de la estructura, los cuales hacen la función de rieles o de guías; están unidos a la primera sección de la torre y corren paralelos al piso; la medida de estos es tal que van desde el extremo derecho de aquella hasta 40 cm. después del extremo izquierdo, es decir, son una saliente y por lo tanto conducirán a la canastilla con el matraz a la parte exterior de la estructura, dejando así el hueco que ocupaba la base dentro de ella. Una vez que se deja libre ese espacio, podrá procederse a hacer descender verticalmente el tubo envolvente hasta dejar libres al condensador y al cartucho de carga.

APARATO TOTALMENTE ARMADO

El aparato totalmente armado, dentro de la torre y partiendo de la base de madera situada a 60 cm. del piso queda de la siguiente manera:

La canastilla eléctrica, que está sobre la base de madera, tiene en su interior el matraz balón, el cual va unido por su junta esmerilada a la junta también esmerilada de la parte inferior del tubo envolvente mediante una brida de plástico termoestable; esta brida se asegura con 3 -

tornillos. Dentro del tubo envolvente quedan el cuerpo del condensador y el cartucho para carga de sólido; este cuelga de la base de aquel. El condensador es la terminal de la parte más alta del aparato.

El tubo envolvente queda sostenido mediante las abrazaderas a la varilla guía.

La línea de agua, que es una derivación de la línea general, desciende por la derecha de la torre a la cual se une por medio de una saliente de esta formada por un pequeño tramo de solera; el control del flujo de agua se logra mediante una válvula de globo situada en la parte terminal de la línea, a una distancia de 1.35 mts. del piso.

Las conexiones para agua y desagüe están dispuestas de la siguiente manera: Después de que se ha controlado el flujo de agua mediante la válvula de globo, esta pasa por un tubo de látex que sirve para conducirla al serpentín de cobre del enfriador, entrando por la parte inferior del mismo; luego sale por la parte superior, pasando de ahí a la entrada de agua del condensador mediante otro tubo de látex. Cuando el agua ha recorrido el cuerpo del condensador, sale para dirigirse al desagüe, siendo otro tubo de látex el conductor. La línea de desagüe llega también una línea que sale del fondo del enfriador y que tiene por objeto la eliminación del agua formada al fundirse el hielo; esta línea es también un tubo de látex.

FORMA DE UTILIZAR EL EQUIPO

Partiendo del equipo totalmente armado:

I.- Cargar el equipo con los materiales.

a) SOLVENTE.- Para cargar el solvente:

1) Quitar la brida que une al matraz balón con el tubo envolvente.

2) Deslizar por los ángulos que sirven de rieles, hacia fuera de la torre, a la canastilla conteniendo el matraz - balón; esto se logra jalando del mango y hacia el lado izquierdo a la tabla que sirve de base, previa revisión de que el envolvente se encuentre bien fijo.

b) SOLIDO.- Para cargar el sólido:

1) Aflojar el prisionero que une al casquillo de las abrazaderas con la varilla guía y cuidadosamente hacer descender verticalmente al tubo envolvente, hasta que quede libre el extremo inferior del cartucho de carga de sólidos.

2) Quitar el cartucho cuidadosamente para evitar que golpee la base cónica del condensador y cargarlo con el sólido cuyo tamaño de partícula deberá ser uniforme (cuidar de que este no quede demasiado apretado); una vez lleno el cartucho hasta el límite, se pone en su sitio, y se coloca nuevamente y con mucho cuidado el tubo envolvente; se aprieta el prisionero del casquillo hasta que aquel quede firme. Luego se empuja hacia dentro de la torre la base de madera que lleva la canastilla y el matraz balón, al cual se habrá ya adicionado una cantidad medida de disolvente que normalmente deberá de ser de 3.0 a 3.5 lts. Una vez que el matraz y la canastilla esten en línea con el tubo envolvente, aflojar de nueva cuenta el prisionero de las abrazaderas y así lograr que el envolvente baje hasta que quede perfectamente acoplada la junta esmerilada del -

matraz con la del envolvente; hecho esto, se coloca la bri
da que asegura la unión de las ya mencionadas juntas.

II.- Asegurarse de que el sifón este bien ajustado.

III.- Encender la canastilla eléctrica cuya posición de
controles dependerá del nivel y punto de ebullición del -
solvente en el matraz.

IV.- Observar cuidadosamente y cuando este a punto de -
ebullir el solvente, poner a funcionar el condensador; para
esto primero hay que abrir lentamente la válvula de globo,
pues si se abre de manera violenta, la excesiva presión -
del agua podría romper la varilla central que lleva el -
agua al condensador. Una vez lleno y si se requiere, puede
darse mayor abertura a la válvula.

V.- Abrir el BY PASS para evitar un excesivo calenta-
miento de la bomba.

Podría pensarse en alguna complicación debida a los in-
condensables, pero estos tienen escape por el espacio anu-
lar que hay entre el tubo envolvente y la cabeza del con-
densador.

Si la práctica lo requiere, se carga el enfriador con -
hielo, antes de poner a funcionar el condensador.

Si el nivel del solvente durante el funcionamiento del
aparato baja mucho, apagar la canastilla, dejar funcionan-
do el condensador, desamar el aparato y añadir más solven-
te en el matraz.

SELECCION DEL EQUIPO

En general, el diseño variará grandemente dependiendo de la naturaleza del sólido y líquido que van a manejarse, como también del tamaño de la operación. Como nuestro caso el fin es meramente didáctico, se eligió como material de construcción el vidrio pyrex, sin tener en cuenta el costo con respecto a otros materiales más baratos.

Debido a que nuestro aparato es a nivel de laboratorio, el volumen del matraz se eligió de 4 lts., con lo cual el costo de operación no es muy elevado.

Partiendo de las elecciones anteriores, se procede al cálculo de cada uno de los componentes necesarios:

FUENTE DE CALOR.- Flamas directas ofrecen poca seguridad, y los cobertores eléctricos de inmersión no son fácilmente introducidos en los matraces; además, a menos que la superficie entera del matraz sea totalmente calentada o aislada, habrá excesiva pérdida de calor por condensación de vapores en la pared del matraz. Por lo anterior, las canastillas eléctricas son las que presentan mejores condiciones, ya que son construídas con el fin de acoplar cómodamente con matraces de reacción o destilación; por otro lado, estas tienen un control de calor muy conveniente y seguro, ya que un excesivo calentamiento produciría una rápida ebullición que podría dañar el equipo, mientras que una lenta adición de calor hará una lenta evaporación, lo que retardará mucho la operación.

La canastilla que fue elegida tiene las siguientes especificaciones y características:

Es una canastilla marca "PILZ" tipo D2E 500, 120 volts, 700 watts; con esto obtenemos los siguientes datos teóricos:

$$700 \text{ watts} = 602070 \text{ cal/hr}$$

Teniendo en cuenta que el agua, a la temperatura de 92.5°C que es la temperatura de ebullición de ella en San Luis Potosí, tiene un calor latente de 543.4 cal/gr, la canastilla daría una velocidad de evaporación de 1107.97 gr/hr de agua; es decir que cada etapa duraría aproximadamente una hora. Todo esto es sin tomar en cuenta las pérdidas de calor por radiación hacia el medio ambiente, o sea, trabajando al 100% de eficiencia. Sin embargo después de varios experimentos, hemos observado que el calor realmente aprovechado es solamente el 34% aprox. del calor teórico calculado; el resto se pierde por radiación pues el aparato carece de aislante.

Todos los cálculos fueron basados en el agua, ya que es el solvente con mayor calor latente de vaporización por lo que da una buena idea de las posibilidades de la canastilla.

BRIDA.- Como la construcción del matraz y del cuerpo del extractor es más fácil y segura que los dos se unan mediante una junta esmerilada plana, se hizo necesario añadir una brida de plástico termoestable con el fin de mantener en su posición a las partes antes citadas. Esta brida debe de desarmarse cada vez que se va a cargar el matraz, por lo que se diseñó de manera tal que el procedimiento sea rápido y seguro (ver plano); consta de dos partes que se aseguran por medio de tres tornillos.

TUBO DE CONDUCCION DE VAPORES.- El diámetro de este tubo debe ser de tales dimensiones, que permita el paso de vapores a una velocidad moderada, pero evitando ser demasiado grande para que no ofrezca un área en contacto con el medio ambiente muy grande, ya que esto provocaría mayor pérdida de calor debido a la condensación de vapores en la pared del tubo. Se ha encontrado que existe una relación entre el diámetro del cuerpo del extractor con el de este tubo, que cumple los requisitos antes descritos; la relación es de 5/1 en diámetros, por lo que el diámetro del tubo será de 2.0 cm., ya que el del cuerpo del extractor es de 10.0 cm.

TUBO DE SIFON.- El diámetro de este tubo es particularmente importante, pues deberá ser lo suficientemente grande para drenar la disolución en el menor tiempo posible, y a la vez no tanto, pues un tubo de gran diámetro es aparentemente inadecuado para proporcionar la acción del sifón, pues el solvente se vierte tan rápido como condensa.

El diámetro óptimo parece depender de algunas variables de operación como son la velocidad de destilación y la temperatura del condensado; también el que el dobléz del tubo sea agudo es importante pues esto facilita el sifón.

CONDENSADOR.- Un condensador tipo Hopkins fue elegido, tomando en cuenta las características del aparato; en primer lugar reduce el tamaño del mismo, y segundo, tiene una gran eficiencia debido a que va dentro del aparato, lo que nos da una unidad más compacta, aparte de que ofrece una gran superficie de contacto que repercute en una alta capa

cidad de condensación y una alta eficiencia.

Las dimensiones de este condensador estan en función de las del aparato, por lo que estableciendo las de este, se podrán establecer las del condensador.

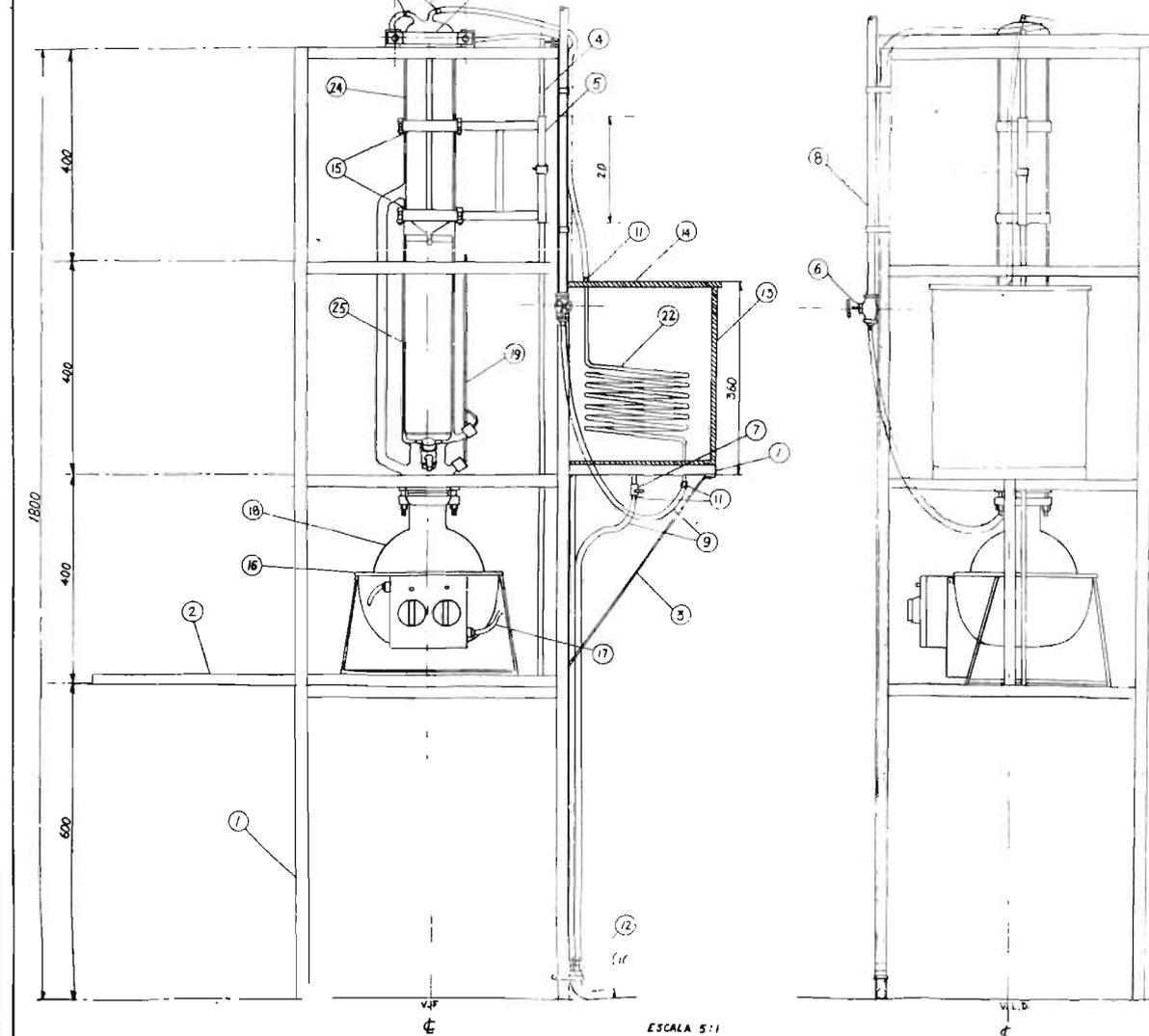
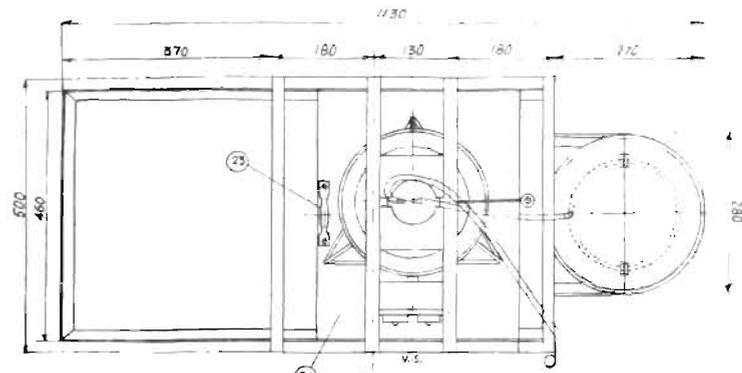
$$\text{AREA DE CONDENSACION} = 1.050.65 \text{ cm}^2.$$

RECIPIENTE PARA SOPORTAR LA MUESTRA.- Tomando en cuenta que el matraz es de 4.0 lts., el recipiente deberá ser menor que el volumen del matraz y a la vez resistente para soportar la muestra que se cargue. Para los aparatos tipo soxhlet se ha encontrado una relación de volúmenes entre el soporte y el matraz, que es de 2/1, por lo que el recipiente deberá tener un volumen de 2.0 lts., pues como se mencionó anteriormente, el del matraz es de 4.0 lts.

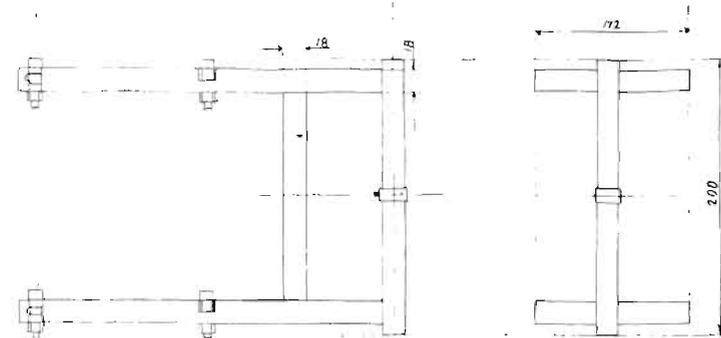
El fondo del recipiente o cartucho de carga tiene como fondo un vidrio poroso cuyo objeto es el de dejar pasar la disolución al momento de formarse el sifón, y a la vez evitar el paso de partículas sólidas.

ENFRIADOR.- Los disolventes de alta volatilidad presentaron dificultades para condensarlos, pues una parte de ellos se escapaba; esto ocurrió al usar agua a temperatura ambiente en el condensador, por lo que fue necesario el empleo de un enfriador para que el agua, al entrar al condensador, lo hiciera a una temperatura más baja. Esto facilita la condensación y por lo tanto mejora la eficiencia del condensador.

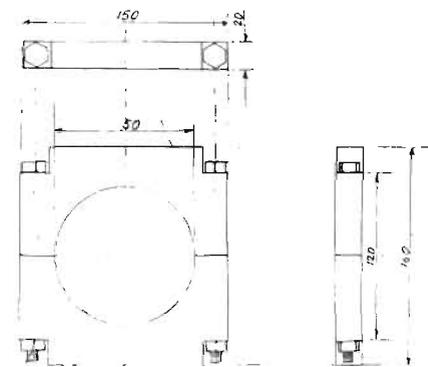
La construcción del enfriador fue hecha con el propósito de dar una alta capacidad de enfriamiento durante el mayor tiempo posible; para esto se cuenta con una cubeta -



ESCALA 5:1



ESCALA 2:1



ESCALA 2:1

- 1 Angulo de 1 x 1/8
- 2 Angulo de 1 x 3/16
- 3 Solera de 1 x 3/16
- 4 Varilla "cola ratón" de 3/8
- 5 Pinzas
- 6 Válvula de globo de 3/8
- 7 Válvula de bola de 1/4
- 8 Tubería de 3/8
- 9 Manguera latex de 1/2
- 10 Manguera latex de 3/4
- 11 Abrazadera N° 2
- 12 Abrazadera N° 16
- 13 Tongue refrigerante
- 14 Aislamiento de poliuretano
- 15 Forro de fieltro
- 16 Canastilla eléctrica
- 17 Cable de conexión a la línea de 110V
- 18 Matraz balón de 4 litros
- 19 Tubo de sifón
- 20 Fijador del condensador
- 21 Tabla corrediza
- 22 Serpentin de cobre de 3/8
- 23 Jaladera
- 24 Condensador
- 25 Cartucho

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ		ESCUELA DE CIENCIAS QUÍMICAS LABORATORIO DE INGENIERÍA QUÍMICA	
Diseño: L y MUSA Cálculo: L y MUSA Dibujo: JAMA		Revisó: Aprobó:	Acabamientos en mm. / escala. Fecha: 4 Junio 1975
		Extracción Sólido-Líquido Mano N°	
Registro de copias		Alfabetizadas	

Impresiones "ARIES"

Colombia 2 altos 2 5-26-04-72

México 1. D. F.