

APUNTES DE LA CATEDRA

EXTRACCION L-L

OPERACIONES UNITARIAS

2019

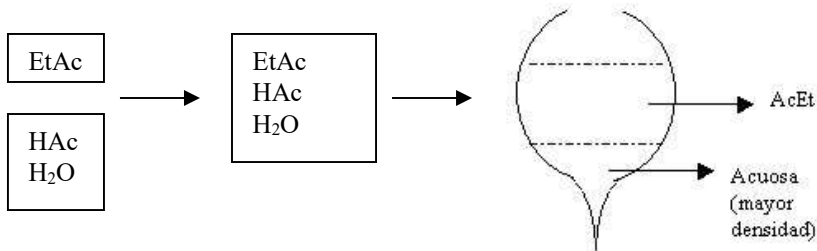
Ing. Alfredo A Caballero

1 INTRODUCCION

Definición: La extracción líquida consiste en la separación de los componentes de una solución líquida por contacto con otro líquido inmiscible. Los componentes de la solución original se distribuyen de manera distinta entre las dos fases de líquidos, logrando cierto grado de separación de los componentes que puede aumentarse utilizando contactos múltiples.

Ejemplo: una disolución de ácido acético en agua se pone en contacto con acetato de etilo (inmiscible).

Hay diferente densidad. Tiene lugar una separación de fases al cesar la agitación.

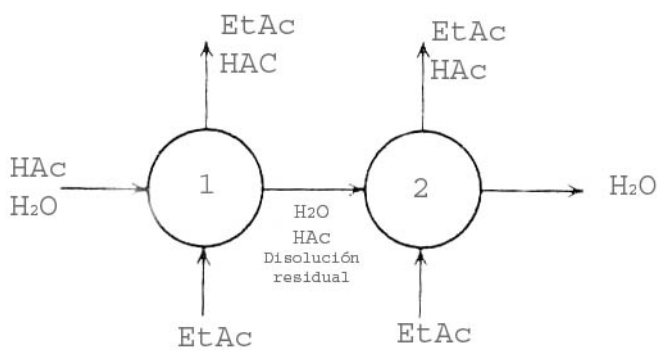


Dado que $\rho_{\text{agua}} > \rho_{\text{HAc}}$; entonces las disoluciones se separan.

En la parte de arriba queda la disolución del disolvente con el soluto (AcEt + HAc) y en la parte de abajo agua con lo que quede disuelto de HAc.

Si todavía queda algo de HAc se pone de nuevo en contacto con AcEt (**contacto múltiple** para favorecer la separación), se separa el HAc que todavía contenga la fase acuosa.

Contactos múltiples: corrientes cruzadas



Contacto en etapa \rightarrow disolución residual acuosa se pone en contacto con más acetato de etilo.

- **Equipo:** Contacto en contracorriente continua.
- **Alimentación** = disolución de partida de la cual queremos extraer el componente (HAc Acuoso)
- **Disolvente** = El líquido que se pone en contacto con la alimentación (solución Acetato de Etilo)
- **Extracto** = producto rico en disolvente
- **Refinado** = disolución residual de la que se ha extraído el soluto.

Extracción con doble disolvente o extracción fraccionada.

En algunos casos se añaden dos disolventes para extracciones líquido - líquido complejas.

Ejemplo: Separación de los ácidos O- y P- nitrobenzoico utilizando como disolventes: agua y cloroformo. Obtenemos dos fases líquidas:

- Agua disuelve preferentemente el ácido orto-nitrobenzoico.
- Cloroformo disuelve preferentemente el ácido para-nitrobenzoico.

APLICACIONES DE LA EXTRACCIÓN LÍQUIDO – LÍQUIDO

1. En competencia con otras operaciones de separación de transferencia de materia, se utilizará el método más barato.

Se lleva a cabo la técnica de extracción cuando suponga un menor coste económico.

Los principales inconvenientes:

- No obtenemos sustancias puras (en cambio con la evaporación y destilación → métodos directos de separación ya que permiten obtener productos prácticamente puros).
- Se obtienen nuevas disoluciones que posteriormente hay que separar: evaporación y destilación.

Ventajas:

- Va a ser útil cuando tengamos disoluciones acuosas de compuestos que estén muy diluidas, de modo que la separación con otros procesos sea la de evaporar todo el agua.

Como ejemplo: En una disolución de HAc en agua, el componente más volátil es el agua. O sea que si queremos evaporar todo el agua tendríamos que comunicar mucho calor, ya que la temperatura de ebullición del agua es 100 °C, y por tanto gastar mucha energía

Lo que haríamos es hacer una extracción líquido-líquido, obtendremos el disolvente orgánico + el componente que queremos obtener, y después tendríamos que evaporar el disolvente orgánico (por destilación por ejemplo).

El calor de vaporización de los disolventes orgánicos suele ser menor que el del agua.

$$\lambda_{\text{vapor de agua}} > \lambda_{\text{vapor de disolventes orgánicos}}$$

- Se utiliza como alternativa a la destilación a vacío.

Cuando disminuimos la presión la temperatura de ebullición disminuye. Por ello la destilación a vacío se utiliza cuando tenemos que trabajar a una temperatura más baja (debido por ejemplo a que los productos con los que estemos trabajado sean sensibles a la temperatura).

La destilación a vacío se lleva a cabo para separar ácidos grasos de cadena larga presentes en los aceites vegetales. Pero si hacemos la separación utilizando el método de la extracción líquido-líquido, utilizando propano líquido como disolvente, nos resulta más económico.

Como por ejemplo en la separación de ácidos grasos de cadena larga presentes en los aceites vegetales:

- destilación a vacío
- extracción con propano líquido (más económico)

La destilación se usa en procesos en los que la T_{ura} ebullición sea baja porque se puede producir una descomposición por T_{ura} .

Si disminuye la Presión, disminuye también la T_{ura} de vaporización.

2. Como sustituto de métodos químicos

Métodos químicos. Inconvenientes: $\left\{ \begin{array}{l} \text{Gasto reactivos} \\ \text{Generación de subproductos de costosa eliminación} \end{array} \right.$

Extracción líquida $\left\{ \begin{array}{l} \text{no hay gasto químico} \\ \text{Recuperación de subproductos menos costosa} \end{array} \right.$

Casos en los que se llevaría a cabo la extracción líquida:

- Separación de metales
 - Uranio - Vanadio
 - Hafrio - Zirconio
 - Tungsteno - Molibdeno
- Separación de productos de fisión en procesos de energía atómica.
- Purificación de metales. Ejemplo: Cu
- Purificación de sustancias químicas inorgánicas (ác. Bórico, ác. Fosfórico)
- En competencia con otras operaciones de transferencia de materia

3. Separaciones que no pueden realizarse por otros métodos

Únicamente se llevan a cabo por extracción líquido - líquido:

Ejemplo: Separación de hidrocarburos aromáticos (derivados del benceno) y parafínicos (alcanos) de Pm similares y Presiones de vapor muy próximas.

Si los Pm son casi iguales no se pueden separar por destilación.

Una opción es utilizar la extracción líquida utilizando como disolventes SO_2 (l) ó dietilenglicol

Ejemplo: productos farmacéuticos, como la penicilina se obtienen mezclas complejas, y mediante extracción líquido-líquido podemos separar ciertos componentes.

2 EQUILIBRIO QUÍMICO

Se trata de sistemas en los que al menos hay tres componentes.

En la mayoría de los casos los tres componentes están en las dos fases.

Esquema de notación:

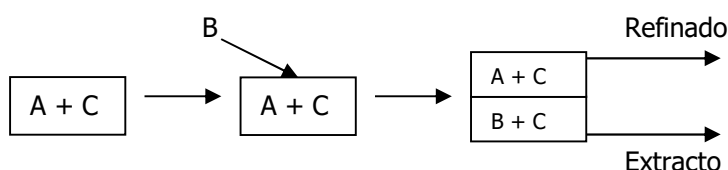
1. A y B \rightarrow líquidos puros prácticamente insolubles

C \rightarrow soluto que se distribuye en las dos fases (A y B)

Alimentación \rightarrow ..mezclas de A + C

Disolvente \rightarrow B

Diluyente \rightarrow A



Extracto →E (mezcla rica en disolvente B)

Refinado →R (mezcla rica en A)

2. Se denomina con la misma letra la cantidad de una disolución y su posición en el diagrama de fases.

Cantidades

masa - operaciones discontinuas → proceso llevado a cabo por cargas (mezclamos cantidades determinadas)

masa/tiempo - operaciones continuas → corrientes de alimentación y disolvente que entran continuamente y corriente de salida que sale continuamente

E: cantidad de extracto (fase rica en disolvente), se localiza en el diagrama de fases en el pto E

R: cantidad de refinado (fase rica en diluyente), se localiza en el diag. de fases en el pto R

B: cantidad de disolvente

3. Fracciones molares

x → fracción de peso de C en el refinado

y → fracción de peso de C en el extracto

x_3 → fracción de peso de C en el refinado de la etapa 3

x_M → fracción de peso de C en la mezcla M

y_E^* → fracción en peso de C en la mezcla E (Extracto) en el equilibrio

(*) el asterisco indica que se trata de condiciones de equilibrio

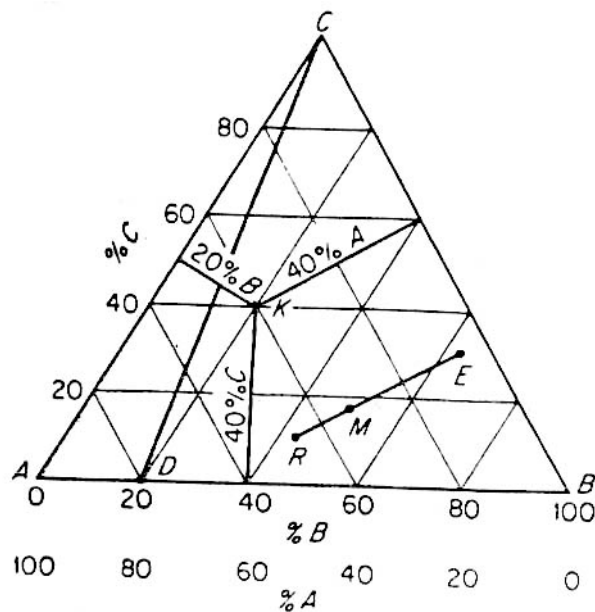
A + C	→ $x = \text{Kg C} / \text{Total}$ → REFINADO
B + C	→ $y = \text{Kg C} / \text{Total}$ → EXTRACTO

4. Mediante el análisis de equilibrio, balances de materia y los cálculos por etapas podemos transformar:

- fracciones molares → fracciones en peso
- relaciones molares → relaciones en peso
- Kmol → Kg

2.1 COORDENADAS TRIANGULARES EQUILÁTERAS

Sistema ternario → triángulo equilátero



A → líquido en el que tenemos inicialmente disuelto el soluto

B → disolvente

C → soluto

$K \rightarrow \%A + \%B + \%C = 100$

D → mezcla binaria A y B

Línea DC → mezclas de D añadiéndole C

R → kg de mezcla de composición R

E → kg de mezcla de composición E

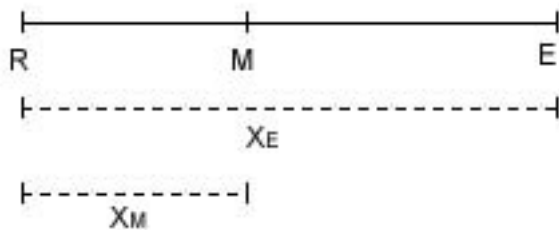
M → kg de mezcla resultante

f1 Coordenadas triangulares equilateras

Cuanto más próxima esta M (mezcla resultante) de R, más cantidad habrá de R).

Ley de la palanca

$$\frac{R}{E} = \frac{\text{Línea } ME}{\text{Línea } RM} = \frac{x_E - x_M}{x_M - x_R}$$



La composición de M se puede determinar mediante balances de materia.

2.2 SISTEMA DE TRES COMPONENTES

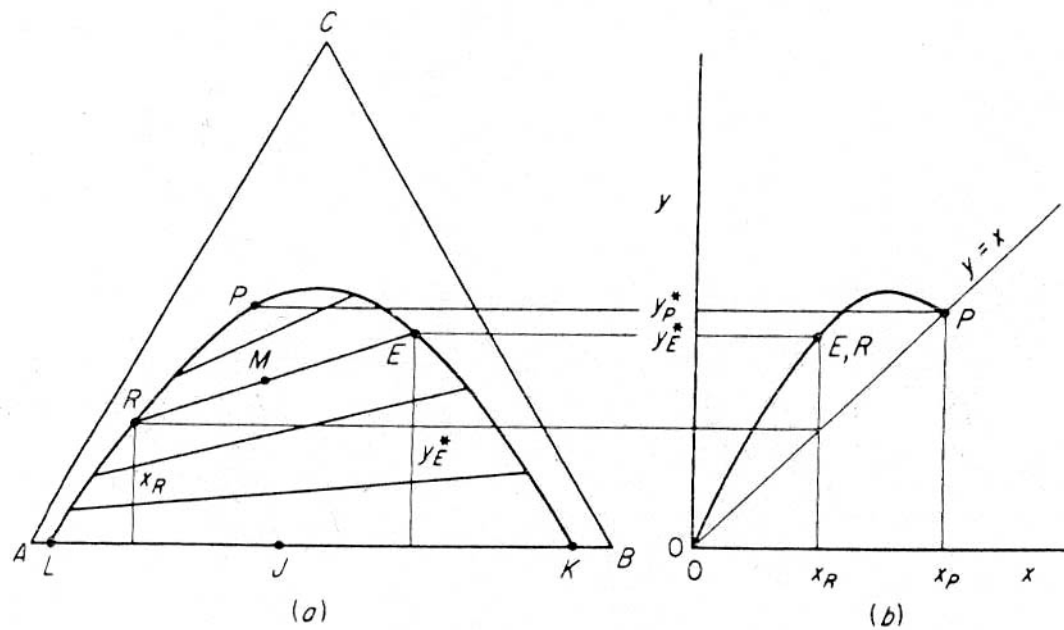
* Dos de ellos parcialmente solubles (más frecuente extracción líquida)

Ejemplos:

agua (A) - cloroformo (B) - acetona (C)

benceno (A) - agua (B) - ácido acético (C)

Cada representación gráfica es válida para una determinada temperatura



C es totalmente soluble en A y en B

A y B son dos líquidos parcialmente solubles.

K y L → disoluciones líquidas saturadas. Máximos de saturación de A y B.

Si mezclamos los líquidos A y B en composiciones inferiores a los límites A y L se nos separarían en dos fases.

Cuanto más cerca esté L y K de los vértices, más insolubles son.

J → dos mezclas saturadas de composición L y K. (Dos fases distintas)

Curva LRPEK → curva binodal de solubilidad

Fuera de la curva → 1 fase líquida

Para un punto dentro de la curva M, se nos separa en dos fases líquidas inmiscibles de composición E y R. Las dos disoluciones saturadas R (rica en A) y E (rica en B), están en equilibrio.

Línea RE → Línea de unión o línea de reparto → una composiciones en el equilibrio.

Normalmente las líneas de unión no son paralelas.

Sistema solutrópico → presenta una línea de unión horizontal.

Las líneas de unión confluyen en un punto (P) → punto de pliegue (representa la última línea de unión)

En este punto la composición del refinado y del extracto va a ser la misma. No coincide con el máximo de la curva de solubilidad.

En la curva de distribución representamos la fracción en peso de C en el extracto frente a la fracción en peso de C en el refinado.

Si Concentrac. de C en E > concentrac. de C en R



La distribución de C favorece a la fase rica en B (E) en el equilibrio

RECORDATORIO
 x → fracción en peso de C. en el refinado (fase rica en A)
 y → fracción en peso de C. en el extracto (fase rica en B)
 x_3 → fracción en peso de C. en el refinado de la etapa 3
 $*$ → condiciones de equilibrio
 y_E^* → fracción en peso de C en la mezcla E (extracto) en equilibrio

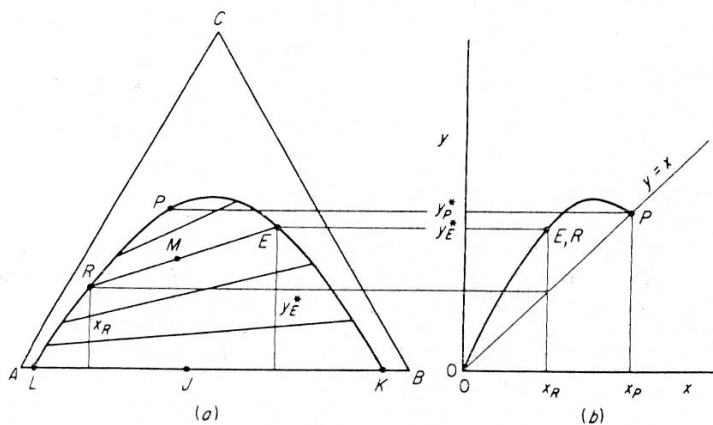
Por tanto:

Si $y_E^* > x_R$ → C favorece a E en el equilibrio

si $y_E^* < x_R$ → C favorece a R en el equilibrio

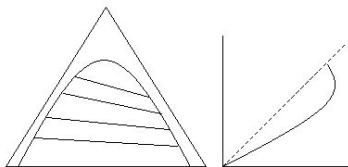
y^*/x → coeficiente de distribución

Curva de distribución y vs x

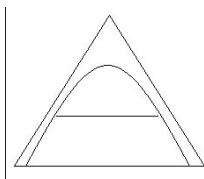


en este caso $y^*/x > 1$ → la distribución de C favorece a la fase rica en B (extracto)

en caso de que $y^*/x < 1$ → la distribución de C favorece a la fase rica en A (refinado):



Si $y^*/x = 1$, entonces la línea de reparto es horizontal y por tanto se trata de un sistema solutrópico:



Efecto de la Temperatura

A medida que aumenta la temperatura A y B son más solubles.

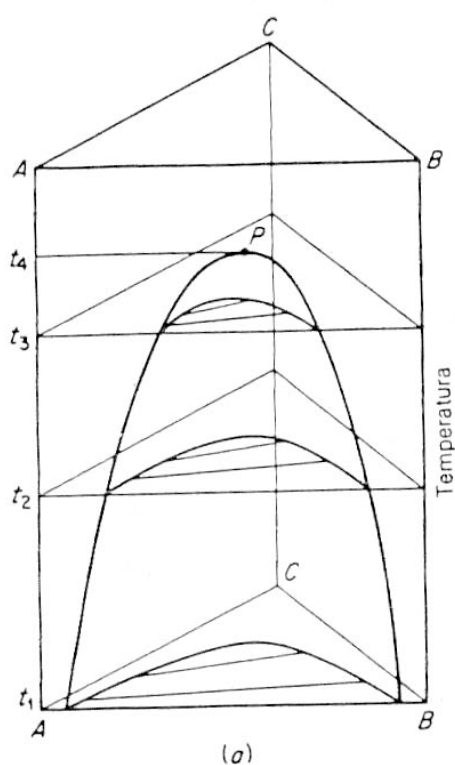
Llega un momento en que A y B son totalmente solubles:

$T_4 \rightarrow$ A y B son totalmente solubles. $T_4 \rightarrow$ **Temperatura crítica** de la disolución

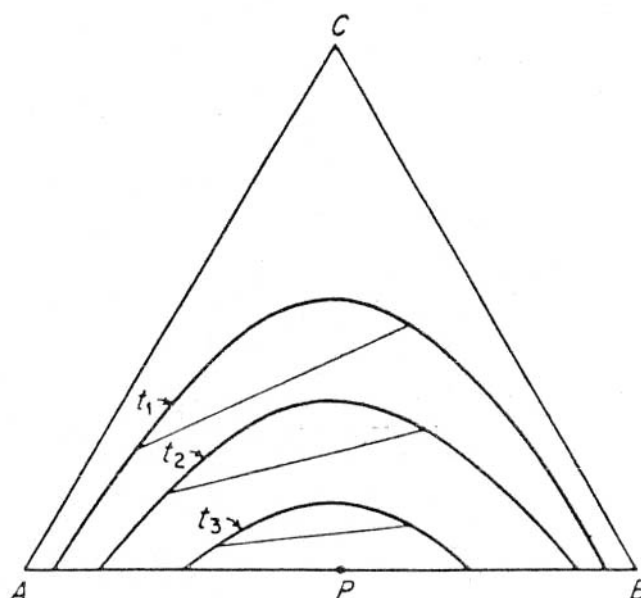
Para las extracciones líquido - líquido tenemos que trabajar con temperaturas menores que la Temperatura crítica, porque sino obtendríamos un único líquido (una sola fase con los tres componentes \rightarrow no se podrían separar)

$T < T_4 \rightarrow$ hay que trabajar a una temperatura menor que T_4 .

Conforme aumenta la temperatura la pendiente de las líneas de unión va variando (f3.b)



f3.a Efecto de la temperatura en los equilibrios ternarios



f3.b Efecto de la temperatura en los equilibrios ternarios

Efecto de la presión

Excepto para presiones muy elevadas, el efecto de la presión suele ignorarse.

Se trabaja a P lo suficientemente elevadas, el sistema está condensado (fase líquida).

2.3 ELECCIÓN DEL DISOLVENTE

Hay un amplia posibilidad de utilizar diferentes disolventes

Un disolvente, en general, no reúne todos los requisitos deseados.

Características a considerar

1. SELECTIVIDAD O FACTOR DE SEPARACIÓN

La selectividad nos indica la efectividad del disolvente para separar los componentes de la disolución de partida: A y C. Se representa por β .

Se expresa como la relación entre C y A en el extracto y la relación de C y A en el refinado.

$$\beta = \frac{\frac{\text{(Fracción en peso de C en E)}}{\text{(Fracción en peso de A en E)}}}{\frac{\text{(Fracción en peso de C en R)}}{\text{(Fracción en peso de A en R)}}} = \frac{y_E^* (\text{Fracción en peso de A en R})}{x_R (\text{Fracción en peso de A en E})}$$

las fases R y E están en equilibrio

Para que una separación pueda llevarse a cabo se tiene que cumplir que $\beta > 1$, cuanto mayor sea su valor mejor.

Si $\beta = 1$ la separación no se puede llevar a cabo.

2. COEFICIENTE DE DISTRIBUCIÓN y^*/x EN EL EQUILIBRIO

La composición del soluto en el extracto partido de la composición del soluto en el refinado y^*/x
→ no tiene porque ser mayor que 1

Cuanto mayor sea su valor menos cantidad de disolvente se requiere para llevar a cabo la separación.

3. INSOLUBILIDAD DEL DISOLVENTE

Interesa que los líquidos A y B (2 fases) sean cuanto más insolubles mejor y también que C sea altamente soluble en B (disolvente).

4. RECUPERABILIDAD DEL DISOLVENTE

Interesa que el disolvente sea recuperable.

Para la mayoría de los casos la recuperación del disolvente se lleva a cabo mediante destilación.

Interesa que:

- El disolvente y el soluto no formen azeótropo (un líquido pasa a gas y éste tiene la misma concentración y no lo podemos separar)
- Que la volatilidad relativa sea elevada.
- Que el componente más volátil esté en menor proporción en el extracto (normalmente se trata de C)
- Si hay que vaporizar el disolvente → Calor latente de vaporización ($\lambda_{\text{vaporización}}$) sea bajo (para que los costes de vaporización sean bajos)

5. DENSIDAD

Las disoluciones líquidas saturadas (extracto y refinado) deben tener distinta densidad para facilitar su separación.

$$\rho_E \neq \rho_R$$

6. TENSIÓN INTERFACIAL

Por una parte nos interesa que la t.i. sea alta para que las emulsiones de una fase en otra se nos separen con relativa facilidad. (Favorecer la coalescencia de emulsiones, o lo que es lo mismo favorecer la coalescencia de las emulsiones).

Pero esto dificulta la dispersión o mezclado de las fases.

Para conseguir un buen mezclado utilizaríamos métodos adicionales como la agitación.

7. REACTIVIDAD QUÍMICA

Interesa que el disolvente sea estable e inerte químicamente frente a los otros componentes y frente a los materiales comunes de construcción de los equipos.

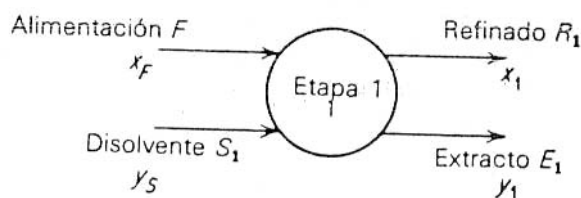
8. VISCOSIDAD, PRESIÓN DE VAPOR Y PTO. CONGELACIÓN BAJOS

Facilita el manejo y almacenamiento

9. NO TÓXICO, NO INFLAMABLE Y DE BAJO COSTE

3 MÉTODOS DE CÁLCULO

3.1 EXTRACCIÓN EN UNA SOLA ETAPA



f4.a Extracción en una sola etapa

Etapa teórica o ideal:

El extracto y el refinado están en equilibrio.

Etapa = mezclador + sedimentador

F → ... estará constituido por el líquido A y el soluto que tenga disuelto C.

x_F → ... fracción en peso de C en la alimentación

S. → ... disolvente, va a estar compuesto mayoritariamente por el compuesto B

y_S → ... fracción en peso de C en el disolvente. Si el disolvente es puro $y_S = 0$

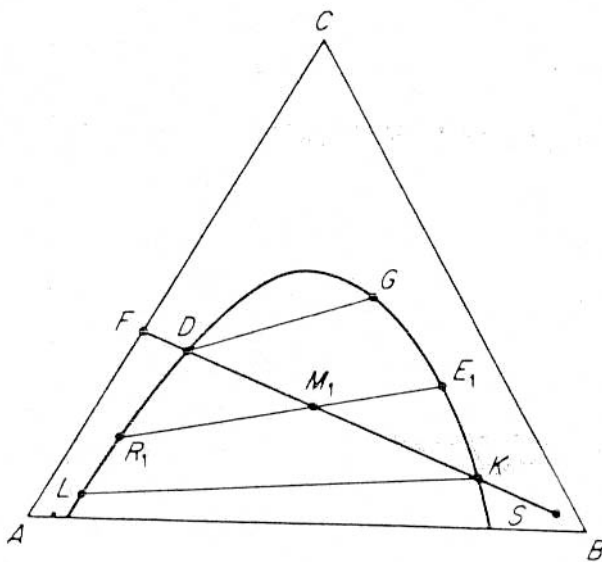
Mezclamos F y S, tiene lugar una transferencia de materia hasta el equilibrio \rightarrow parte va al refinado y parte al extracto.

$y_1, x_1 \rightarrow$ composiciones en el equilibrio, son los extremos de las líneas de unión o de reparto

$y_1 \rightarrow$ fracción en peso de C en E_1

$x_1 \rightarrow$ fracción en peso de C en R_1

Estamos considerando una etapa teórica o ideal porque las composiciones del refinado y del extracto están en equilibrio.



f4.b Extracción en una sola etapa

Localización de S:

Si el disolvente es puro
 $y_s = 0 \rightarrow$ vértice B

Si el disolvente es recuperado, puede tener pequeñas cantidades de A y C \rightarrow entonces situamos y en el interior del triángulo.

Trazamos una línea recta entre F y S.

M_1 representa la mezcla de la alimentación F y el disolvente S y se sitúa en la recta trazada (F-S).

M_1 se puede localizar aplicando la regla de la palanca y también mediante balances de materia.

R_1, E_1 unidas por una línea

Le damos el tiempo necesario para que el soluto se distribuya entre las dos fases y tengamos dos fases inmiscibles.

La línea de unión que pasa por M_1 , nos va a determinar R_1 y E_1 , que estarán situados en la curva binodal.

Las cantidades de R_1 y E_1 las podremos obtener aplicando la regla de la palanca.

Ecuación básica de un balance

$$E - S + G - D = A$$

E = entra

S = sale

G = genera

D = desaparece

A = acumula

Si no hay reacción química $G = 0$ y $D = 0$

En estado estacionario $A = 0$

Por tanto nos queda que $E = S$

Balances de materia

B.M. total $F + S = M_1 = E_1 + R_1$

B.M. ac $F x_F + S y_S = M_1 x_{M1} = E_1 y_1 + R_1 x_1$

Líquidos alimentación \nearrow
Kg C / Kg alimentación \nwarrow

Localización de M1:

- Regla de la palanca
- Balances de materia

$$\text{BM total } F + S = M_1$$

$$\text{BM aC } F x_F + S y_S = M_1 x_{M1}$$

$$x_{M1} = \frac{F \cdot x_F + S \cdot y_S}{M_1} = \frac{F \cdot x_F + S \cdot y_S}{F + S}$$

Si por ejemplo $x_{M1} = 0.25 \rightarrow 25\% \text{ C} \rightarrow$ se traza la horizontal entre la mezcla C y A y obtendremos el punto.

S ?? \rightarrow Para determinar la cantidad de disolvente que hay que añadir para situar el punto de mezcla en un lugar determinado: $F x_F + S y_S = (F + S) x_{M1}$

Dividimos la ecuación por F y nos queda:

$$x_F + \frac{S}{F} y_S = x_{M1} + \frac{S}{F} x_{M1}$$

$$x_F - x_{M1} = \frac{S}{F} x_{M1} - \frac{S}{F} y_S$$

$$\frac{S}{F} = \frac{x_F - x_{M1}}{x_{M1} - y_S}$$

Cantidades de E₁ y R₁

- Regla de la palanca
- Balances de materia.

$$\text{BM total } M_1 = E_1 + R_1 ; \quad R_1 = M_1 - E_1$$

$$\text{BM aC } M_1 x_{M1} = E_1 y_1 + (M_1 - E_1) x_1$$

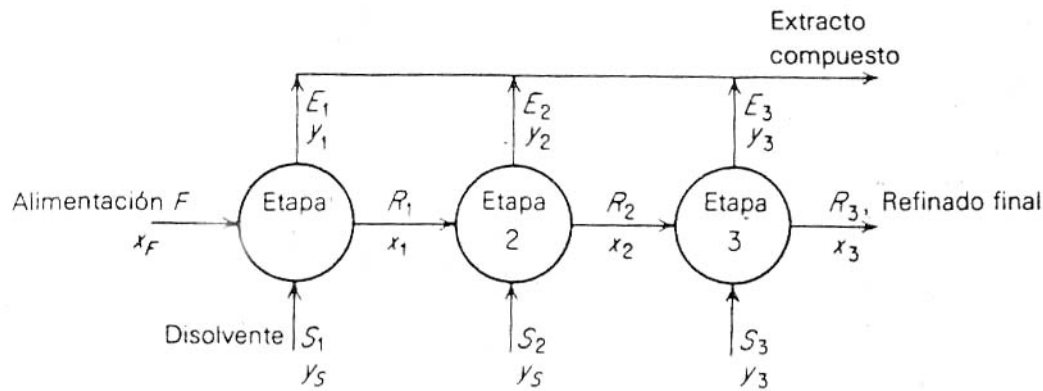
$$M_1 x_{M1} = E_1 y_1 + M_1 x_1 - E_1 x_1$$

$$M_1 (x_{M1} - x_1) = E_1 (y_1 - x_1)$$

$$E = \frac{M_1 (x_{M1} - x_1)}{(y_1 - x_1)}$$

(*) x_1, y_1 los sacaremos del gráfico

3.2 EXTRACCIÓN EN VARIAS ETAPAS A CORRIENTE CRUZADA

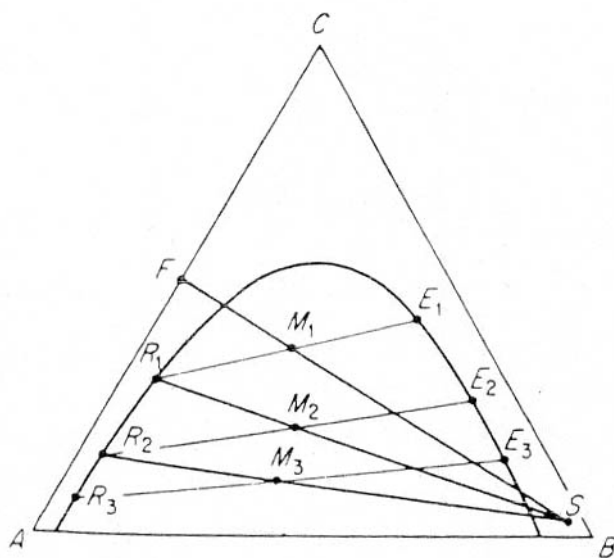


f5.a Extracción a corriente cruzada

Para una etapa n:

B. M. total $\rightarrow R_{n-1} + S_n = E_n + R_n = M_n$

B. M. ac $\rightarrow R_{n-1} \cdot x_{n-1} + S_n y_S = M_n x_{Mn} = E_n y_n + R_n x_n$



Extracción a corriente cruzada.

$R_1 \rightarrow$ fase rica en A

$R_3 \rightarrow$ refinado final

$E_1 \rightarrow$ fase rica en B

$E_3 \rightarrow$ Extracción del compuesto

En primer lugar hacemos un balance para saber donde tenemos que situar la composición de la mezcla.

$M_1 \rightarrow$ composición de la mezcla que da la etapa 1. Tenemos que interpolar la línea de unión que pasa por el punto M_1 . De sus extremos obtendremos la composición del extracto y del refinado.

Unimos el refinado R_1 con el disolvente. Según las características (calculando mediante balances de materia), situamos el punto M_2 . Interpolamos la línea de unión que pasa por M_2 y en sus extremos situamos el extracto E_2 y el refinado R_2 .

Unimos el refinado R_2 con el disolvente y en función de sus características situamos el punto M_3 . Interpolamos la línea de unión determinando las composiciones del extracto E_3 y del refinado R_3 .

Interpolación de las líneas de unión o de reparto

- ✓ Método de Teresenkow y Penlsen

- ✓ Método de Alders

- ✓ Método de Sherwood

- ✓ Curva de distribución

4 EQUIPO DE EXTRACCIÓN

EXTRACTORES POR ETAPAS

El equipo de extracción por etapas que se utiliza es de dos tipos principalmente:

- cascadas de mezclado-sedimentación de una y de varias etapas
- torres perforadas de varias etapas.

Mezclador-sedimentador

Un mezclador-sedimentador es un aparato de una etapa, que generalmente consiste en dos partes: un mezclador para poner en contacto las dos fases líquidas y lograr la transferencia de masa y un sedimentador para separarlas mecánicamente. La operación puede ser continua o por lotes.

MEZCLADORES

Los mezcladores son de dos tipos: mezcladores de flujo y tanques de mezclado:

- Los *mezcladores de flujo, ó mezcladores de línea*, son aparatos de volumen muy pequeño colocados en una línea de tubos, como una serie de orificios o boquillas de alimentación, a través de los cuales se bombean a corriente Paralela los dos líquidos que se van a poner en contacto. La pérdida de energía mecánica que corresponde a la caída de presión se utiliza parcialmente para que los líquidos se dispersen uno en el otro. Entonces, la dispersión resultante se pasa al sedimentador. Estos aparatos sólo son útiles para operación continua. Sus aplicaciones son limitadas: el grado de dispersión producida para cierto aparato depende del flujo; además, puede esperarse que la transferencia de masa sea muy pequeña, puesto que el área interfacial específica decae con rapidez al descender a corriente del mezclador y puesto que el tiempo de retención es muy corto.

- Tanques con agitación

Estos tanques son del tipo mostrado en el lado derecho de la figura 6.4b y en la figura 6.4c. Si hay una superficie gas-líquido, deben colocarse mamparas para evitar la formación de un vórtice. Pueden cubrirse, operarse llenos, en cuyo caso pueden o no tener mamparas. Para la operación continua, los líquidos que se van a poner en contacto pueden entrar en el fondo y salir por la parte superior; en algunos arreglos de cascadas, los líquidos ligeros y pesados entran a través de la pared lateral, cerca de la parte superior y del fondo del tanque, respectivamente, y salen a través de una salida en la pared opuesta al impulsor. Para la operación por lotes, el tanque de mezclado puede actuar como sedimentador después de que se detiene la agitación.

Los impulsores son, general mente, del tipo de turbina de hoja plana, figura 6.3b y c; están localizados ya en el centro del tanque, ya cerca de la entrada inferior de los líquidos. La relación impulsor/diámetro del tanque, d_i / T , comúnmente está en el rango de 0.25 a 0.33.

Dispersiones. La mezcla de los líquidos producida consiste en pequeñas gotas de un líquido disperso en un continuo del otro. Los diámetros de las gotas generalmente están en el rango de 0.1 a 1 mm de diámetro. No pueden ser demasiado pequeñas, porque sería difícil la sedimentación posterior. Generalmente, el líquido que fluye con el flujo volumétrico menor se dispersará en el otro, pero Se debe mantener cierto control. Para la operación continua, el tanque debe llenarse con el líquido que va a ser la fase continua; durante la agitación, se pueden introducir los dos líquidos en la relación deseada. Para la operación por lotes el líquido

en el cual está sumergido el impulsor, cuando está en reposo es de ordinario el continuo. Generalmente es difícil que la fracción volumen de la fase dispersa, mantenga valores mayores de 0.6 a 0.7; tratar de aumentarla por arriba de estos valores, con frecuencia provoca la inversión de la dispersión (la fase continua se vuelva dispersa).

Emulsiones y dispersiones

La mezcla de líquidos que salen de cualquier aparato de mezclado, una emulsión, está formada por gotas pequeñas de un líquido completamente disperso en un continuo del otro. La estabilidad, o permanencia, de la emulsión es de la máxima importancia en la extracción líquida, puesto que es necesaria para separar las fases en cada etapa de extracción. Las emulsiones estables, aquellas que no se sedimentan ni coalescen rápidamente, deben evitarse. Para que una emulsión se rompa", o para que sus fases se separen por completo, debe suceder tanto la sedimentación como la coalescencia de la fase dispersa.

La rapidez de sedimentación de una emulsión en reposo es mayor, si es grande (,-1 tamaño de las gotas, grande la diferencia de densidad entre los líquidos y pequeña la viscosidad de la fase continua. Las emulsiones estables, aquellas que se sedimentan sólo después de grandes períodos, se forman generalmente cuando el diámetro de las gotas dispersas es del orden de 1 a 1.5 μ ; por su parte, las dispersiones con diámetro de partícula de 1 mm o mayor se sedimentan generalmente con rapidez.

La coalescencia de las gotas sedimentadas es tanto más rápida cuanto mayor es la tensión interfacial. Por lo común, la tensión interfacial es baja para los líquidos de alta solubilidad mutua; disminuye en presencia de agentes emulsificantes o humectantes. Además, la viscosidad elevada de la fase continua impide la coalescencia al reducir la rapidez con la cual se separa la película residual entre las gotas. Las partículas de polvo que generalmente se acumulan en la interfase entre los líquidos, también impiden la coalescencia.

En el caso de una emulsión inestable, la mezcla se sedimenta y coalesce rápidamente en dos fases líquidas después de que la agitación se ha detenido, a menos que la viscosidad sea alta. Generalmente la aparición de una interfase muy bien definida entre las fases (ruptura primaria) es muy rápida, pero una de las fases --comúnmente, la que se encuentra en cantidad mayor permanece nublada por una fina niebla o neblina, una dispersión de la otra fase. Al final, la neblina se sedimentará y: la fase nublada quedará clara (ruptura secundaria), pero esto puede tomar bastante tiempo. La ruptura primaria de una emulsión inestable es generalmente tan rápida que para producirla basta con detener la agitación durante unos minutos. En una operación continua en varias etapas, generalmente ,no es práctico mantener la mezcla entre las etapas el tiempo suficiente para lograr la ruptura secundaria.

SEDIMENTADORES

En la extracción continua, la dispersión que sale del mezclador debe pasarse a un sedimentador o decantador, en donde ocurre cuando menos la ruptura primaria. Los arreglos típicos de sedimentadores por gravedad se muestran en la figura 10.40. El diseño más sencillo, el de la figura 10.40a, es tal vez el más común: para evitar que la dispersión entrante disturbe excesivamente el contenido del tanque, se usa la mampara de entrada del tipo de "cerca de estacas". De este modo, las gotas se sedimentan en la parte principal del tanque, en donde la velocidad debe ser lo suficientemente baja para prevenir turbulencias. A flujos mayores para un tanque dado, mayor espesor de la banda de dispersión; al final, por las salidas sale una dispersión no sedimentada, que por supuesto debe evitarse. Aunque se ha efectuado una gran cantidad de estudios fundamentales, los métodos de diseño todavía son empíricos y arbitrarios. Hay tres aproximaciones al diseño: (a) que haya el tiempo suficiente de residencia con base en las observaciones de laboratorio sobre la sedimentación, (b) el cálculo del flujo para producir un espesor adecuado de la banda de dispersión y (c) el cálculo del tiempo de asentamiento de las gotas individuales a través de un líquido claro por arriba y abajo de la banda de dispersión. Ninguno de estos métodos es muy seguro . Si no existen trabajos experimentales relativos a la dispersión por tratar, una primera estimación del tamaño del sedimentador puede hacerse mediante la expresión empíricas

$$T_s = 8.4(q_c + q_D)O^{0.5} \quad (10.72)$$

que se desarrolló con base en las rapidezces típicas de sedimentación de las gotas en la fase dispersa 1181 y en una relación longitud/diámetro para el tanque igual a 4.

Fig 10.40

Fig 10.40a

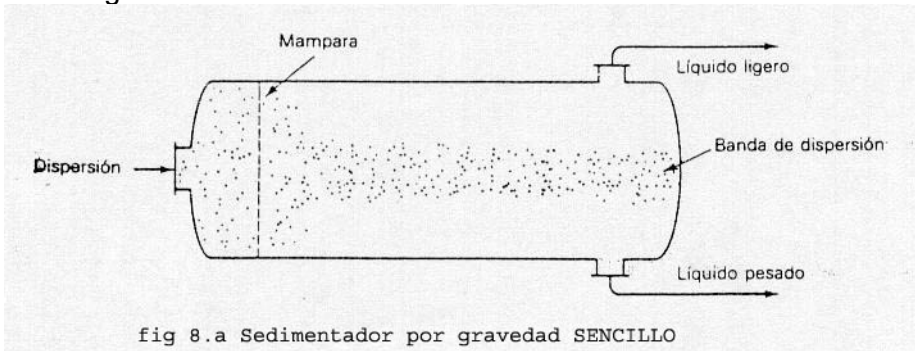


Fig 10.40b

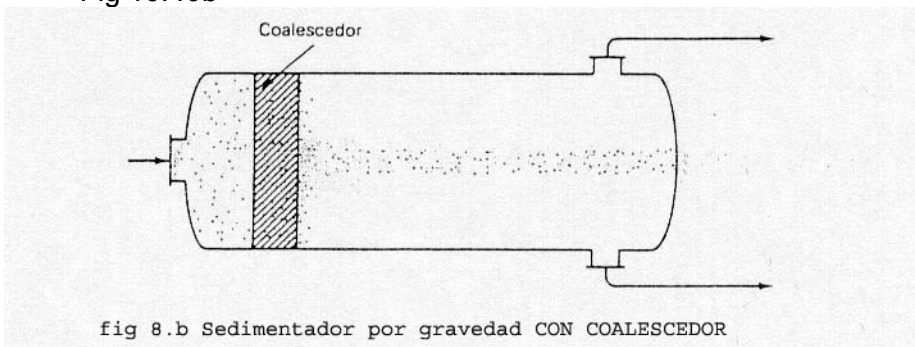
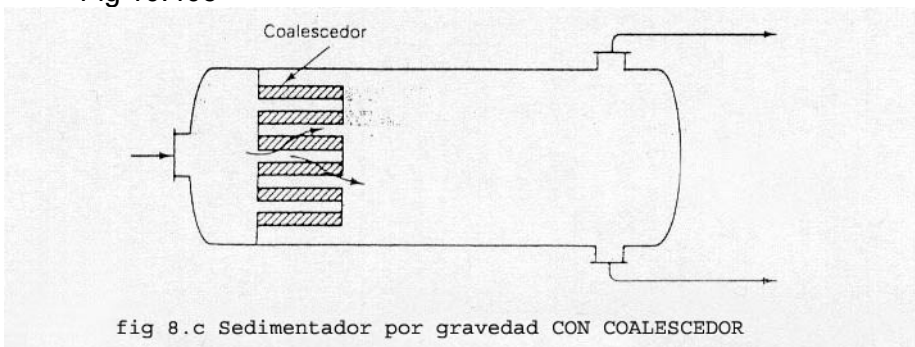


Fig 10.40c



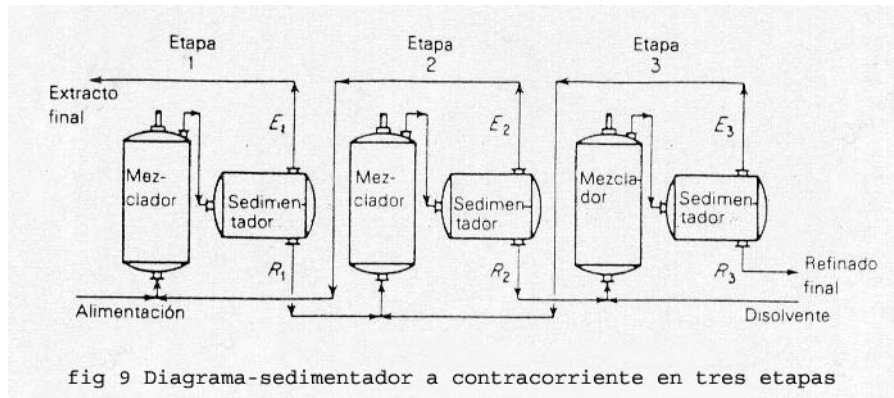
Auxiliares de la sedimentación La dispersión puede pasarse a través de un *coalescedor*, con el fin de aumentar el tamaño de las gotas y, por ende, su rapidez de sedimentación. Normalmente, los coalescedores son lechos relativamente estrechos de sustancias de superficie extendida y con huecos relativamente grandes, tal como aserrín (especial para coalescer las salmueras que acompañan al petróleo crudo), la lana de acero, fibra de vidrio, tela de polipropileno, anillos de Raschig y similares. Uno de los mejores coalescedores es una mezcla de fibras de algodón y lana de vidrio, o de fibras de algodón y de Dynel. En la figura 10.40b se muestra un arreglo sencillo; otro más elaborado, pero muy efectivo, se muestra en la figura 10.40c. *Las membranas de separación* son membranas porosas, humedecidas de preferencia con la fase continua, que previenen el paso de la fase dispersa no humedecedora a caídas bajas de presión, pero que dejan pasar libremente el líquido continuo. Pueden colocarse en la salida del decantador.

Cascadas de mezclador-sedimentador

Una planta de extracción continua en multietapas constará del número requerido de etapas arregladas de acuerdo con el diagrama de flujo deseado. Cada etapa estará formada, al menos, por un mezclador y un sedimentador, como en la planta a contracorriente de la figura 10.41. De ordinario, los líquidos se bombean de una etapa a la siguiente, pero a veces se puede arreglar el

flujo por gravedad si se posee suficiente espacio. Se han diseñado muchos arreglos para reducir la cantidad de tuberías entre las etapas y el costo correspondiente. La figura 10.42 es uno de ellos: los tanques de mezclado están sumergidos en los grandes tanques sedimentadores circulares, los líquidos pesados fluyen por gravedad, los líquidos ligeros por empuje del aire y la recirculación del líquido ligero sedimentado hacia el mezclador se logra por un sobreflujo. La figura 10.43 es típica de varios diseños de los llamados extractores de "caja", diseñados para evitar las tuberías intermedias. Los mezcladores y sedimentadores tienen una sección transversal rectangular; de ahí el nombre de "caja"; están arreglados en posiciones alternadas para las etapas adyacentes, como se muestra en la vista plana de la figura 10.43. Otro arreglo coloca las etapas una encima de la otra, en una pila vertical, con los impulsores de mezclado sobre una barra común; este rearrreglo utiliza a los impulsores no sólo como aparatos mezcladores, sino también como bombas.

Fig 10.41

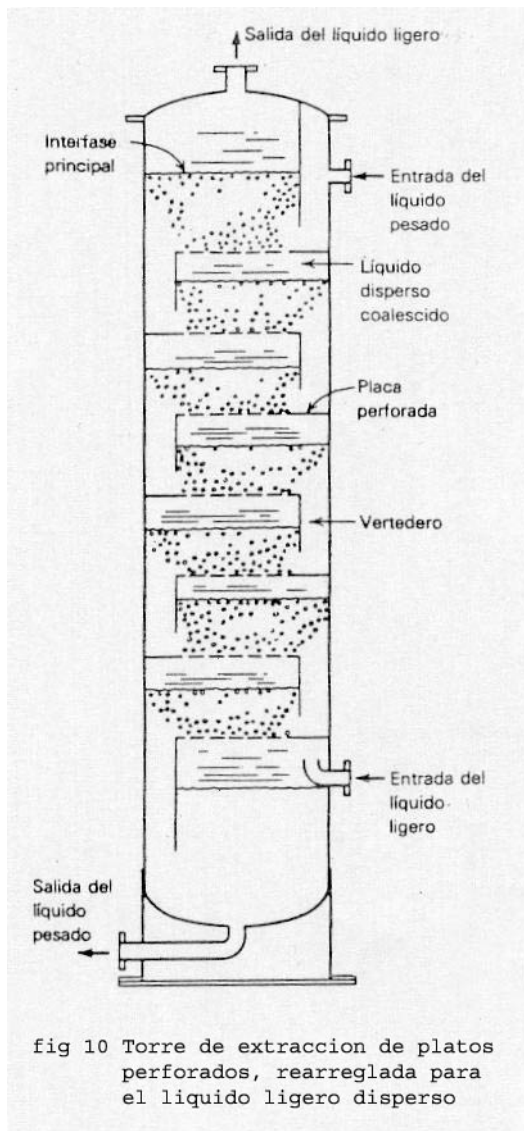


Torres de platos perforados

Estas torres de varias etapas a contracorriente, tanto con respecto a la capacidad de manejo del líquido como a la eficiencia en la extracción, son muy efectivas, en particular para sistemas de baja tensión interfacial que no requieren agitación mecánica para una buena dispersión. Su efectividad para la transferencia de masa se deriva de que (1) el mezclado axial de la fase continua está confinado a la región entre los platos y no se distribuye por toda la torre de etapa a etapa, y (2) las gotas de la fase dispersa coalescen y se vuelven a formar en cada plato, destruyendo así la tendencia a establecer gradientes de concentración dentro de las gotas, que persisten en toda la altura de la torre. En la figura 10.44 se muestra una torre de diseño sencillo, en donde el arreglo general de los platos y vertederos es muy similar a la torre de contacto gas-líquido, excepto que no se requiere de derramaderos. La figura muestra el arreglo para el líquido ligero disperso. Los líquidos ligeros pasan a través de las perforaciones y las burbujas ascienden a través de la fase continua pesada y coalescen en una capa, que se acumula entre cada plato. El líquido pesado fluye a través de cada plato a través de las gotas ascendentes y pasa a través de los vertederos hacia el plato inferior. Volteando la torre de cabeza, los vertederos se convierten en "tuberías de ascenso", que llevan al líquido ligero de plato en plato, mientras que el líquido pesado fluye a través de las perforaciones (...)

(...) do en una parte de la torre y el líquido ligero en la otra, mientras que la interfase principal se mantiene en la parte central de la torre. Los platos de flujo transversal de la figura 10.44 son adecuados para diámetros relativamente pequeños de la torre (hasta aproximadamente 2 m). Para torres mayores, se pueden colocar vertederos múltiples a intervalos a través del plato.

Fig 10.44



EXTRACTORES DIFERENCIALES DE CONTACTO CONTINUO)

Cuando los líquidos fluyen a contracorriente a través de una sola pieza del equipo, se puede tener el equivalente de todas las etapas ideales deseadas. En estos aparatos, el flujo a contracorriente se produce debido a la diferencia en las densidades de los líquidos; además, si la fuerza motriz es la fuerza de gravedad, el extractor generalmente adopta la forma de una torre vertical, en que el líquido ligero entra por el fondo y el pesado por la parte superior. Como alternativa, se puede generar una fuerza centrífuga grande haciendo que el extractor gire rápidamente; en este caso, el flujo a contracorriente es radial con respecto al eje de revolución.

Varias características comunes de los extractores a contracorriente tienen gran importancia con relación al diseño y el comportamiento. Es típico que sólo uno de los líquidos pueda bombearse a través del aparato al flujo deseado. El flujo máximo para el otro líquido dependerá, entre otras cosas, de la diferencia de densidad entre los líquidos. Si se trata de que el segundo líquido exceda este flujo, el extractor rechazará uno de los líquidos; se dice entonces que se ha *inundado*. Por supuesto, lo mismo es cierto para el equipo de contacto gas-líquido; empero, como la diferencia de densidad es mucho más pequeña que para un gas y un líquido, las velocidades de inundación de los extractores son mucho menores. Para determinado flujo volumétrico de los líquidos que se van a manejar, la sección transversal del extractor debe ser lo suficientemente grande para que no se alcancen las velocidades de inundación. Cuanto más abierta sea la sección transversal, mayores serán los flujos antes de que ocurra la inundación. Las estructuras internas, empaque, agitadores mecánicos y similares, generalmente reducen las velocidades a las cuales ocurre la inundación.

Torres aspersoras

Son éstas los aparatos más sencillos de contacto diferencial; consisten simplemente en una armazón vacía con provisión en los extremos para introducir y separar los líquidos. Como la armazón está vacía la libertad extrema de movimiento del líquido hace que estas torres sean las que peor se adecuen al mezclado axial; en efecto, con ellas es difícil obtener mucho más del equivalente a una sola etapa. No se recomienda su uso. Se han utilizado mamparas horizontales (tanto del tipo de segmento como del tipo de "disco y dona") para reducir el mezclado axial, pero apenas se consigue una mínima mejoría. Las torres aspersoras se han estudiado mucho con respecto al intercambio calorífico entre dos líquidos por contacto directo, pero los efectos perniciosos del mezclado axial son muy severos tanto en este caso como en la extracción.

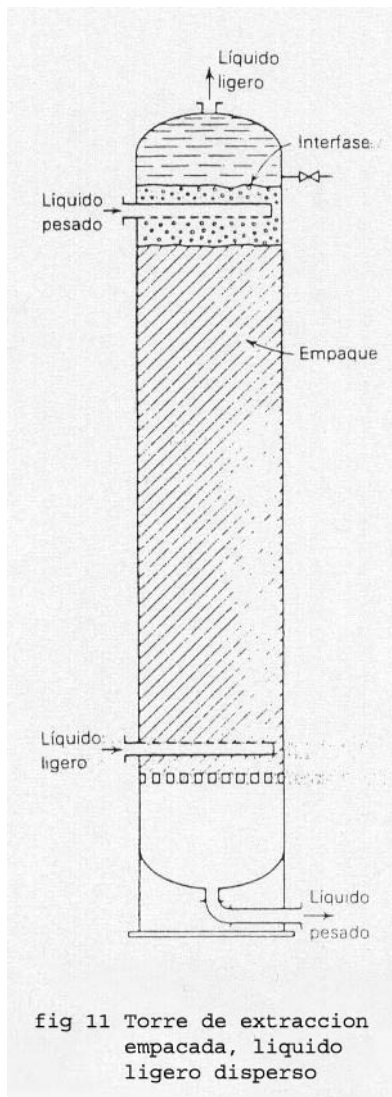
Torres empacadas

Como extractores líquidos se han utilizado torres llenas con los mismos empaques al azar empleados para el contacto gas-líquido (capítulo 6). El empaque sirve para reducir el mezclado axial ligeramente y para empujar y distorsionar las gotas de la fase dispersa. En la figura 10.51, se muestra esquemáticamente una torre empacada típica, arreglada para dispersar el líquido ligero. El espacio vacío en el empaque está bastante lleno con el líquido pesado, que fluye en forma descendente. El resto del espacio vacío está lleno con gotas del líquido ligero formadas en el distribuidor inferior, que ascienden a través del líquido pesado y coalescen en la parte superior en una sola capa; forman así una interfase, como se muestra. Para mantener la interfase en esta posición, la presión del líquido en la torre en el fondo debe balancearse con la presión correspondiente en la válvula de salida del fondo, controlada por una válvula de control. Si la caída de presión a través de esa válvula se reduce el peso del contenido de la torre se ajusta a un valor inferior, el líquido ligero se vuelve continuo, el líquido pesado se dispersa y la interfase cae abajo del distribuidor líquido-líquido. Las posiciones de la interfase se regulan mejor mediante un instrumento de control del nivel del líquido que activa la válvula de salida en el fondo. La válvula colocada justo arriba de la interfase en la figura 10.51 es para la eliminación periódica de desechos y partículas de polvo que se acumulan en la interfase.

La naturaleza del flujo del líquido en estas torres requiere que la elección del empaque y el arreglo del distribuidor de la fase dispersa se hagan con el mayor cuidado. Si el líquido disperso humedece preferentemente el empaque, pasará a través del empaque como riachuelos y no como gotas, y el área interfacial producida será pequeña. Por esta razón, el material del empaque debe humedecerse preferentemente con la fase continua. De ordinario, las cerámicas son humedecidas preferentemente por los líquidos acuosos, el carbón y los plásticos por líquidos orgánicos. El empaque debe ser lo suficientemente pequeño, no mayor de un octavo del diámetro de la torre, de forma que la densidad del empaque se desarrolle por completo; sin embargo, el empaque debe ser mayor de un cierto tamaño crítico (véase a continuación). Cuando el material del soporte del empaque no se humedece con las gotas dispersas y cuando el distribuidor se coloca fuera del empaque, las gotas tendrán dificultad para entrar en el empaque y se tendrá una inundación prematura. Por esta razón, siempre es deseable embeber el distribuidor de la fase dispersa en el empaque, como en la figura 10.51.

Existen correlaciones para calcular la rapidez de inundación; hay también datos de los coeficientes de transferencia de masa y de mezclado axial, los cuales se han resumido. Aunque el mezclado axial es menos severo que en las torres aspersoras, las rapideces de transferencia de masa son pequeñas. Se recomienda que las torres de platos perforados se utilicen para sistemas de baja tensión interfacial y los extractores agitados mecánicamente para los sistemas con alta tensión interfacial.

Fig 10.51

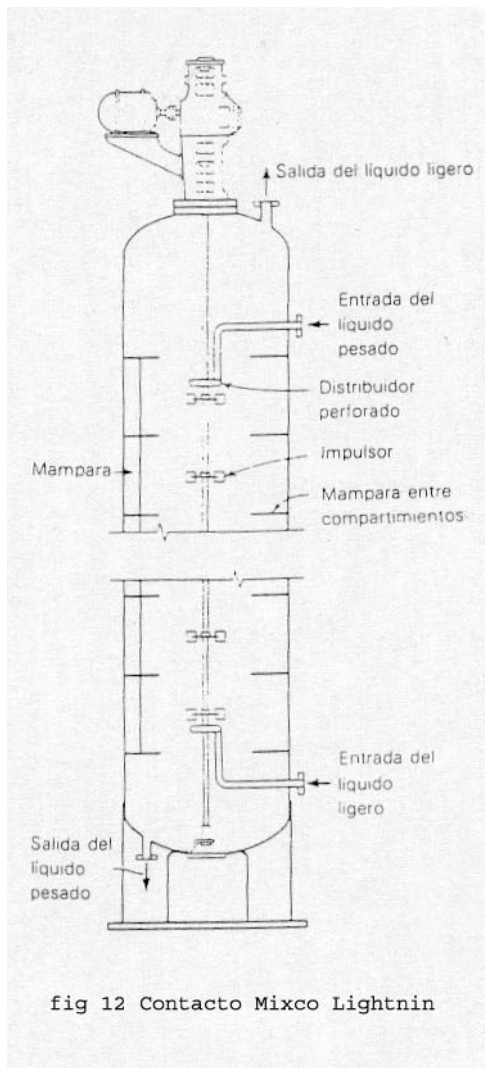


Extractores a contracorriente, agitados mecánicamente

Las torres de extracción que se acaban de describir son muy similares a las utilizadas en el contacto gas-líquido, en donde las diferencias de densidad entre el líquido y el gas son de unos 800 kg/m^3 ($50 \text{ lb}_m/\text{ft}^3$) o más proporcionan la energía para la buena dispersión de un fluido en el otro. En los extractores líquidos, en donde las diferencias de densidad son probablemente de un décimo o menores, la buena dispersión de los sistemas con alta tensión interfacial es imposible en estas torres; las rapidezces de transferencia de masa son pequeñas. Para estos sistemas, es mejor lograr la dispersión mediante la agitación mecánica de los líquidos, porque así se obtienen buenas rapidezces de transferencia de masa. A continuación se dan algunos ejemplos de estos extractores. Excepto por las columnas de pulso, son aparatos patentados; sus procedimientos de diseño no están disponibles al público; es mejor consultar a los fabricantes.

Equipo de contacto Mixco Lightnin CM (extractor de Oldshue-Rustiton) Obsérvese la figura 10.52. Este aparato utiliza impulsores de turbina de disco de hoja plana (figura 6.3c) para dispersar y mezclar los líquidos y platos con compartimientos horizontales para reducir el mezclado axial. Existen unos cuantos estudios acerca de la: transferencia de masa y algunos más acerca del mezclado axial.

Fig10.52



Equipo de contacto de disco giratorio (RDC) Figura 10.53. Este es un aparato bastante similar excepto que se omiten las mamparas verticales y la agitación se obtiene de los discos rotatorios, los cuales generalmente giran a velocidades bastante más altas, que los impulsores de tipo turbina.

Fig 10.53

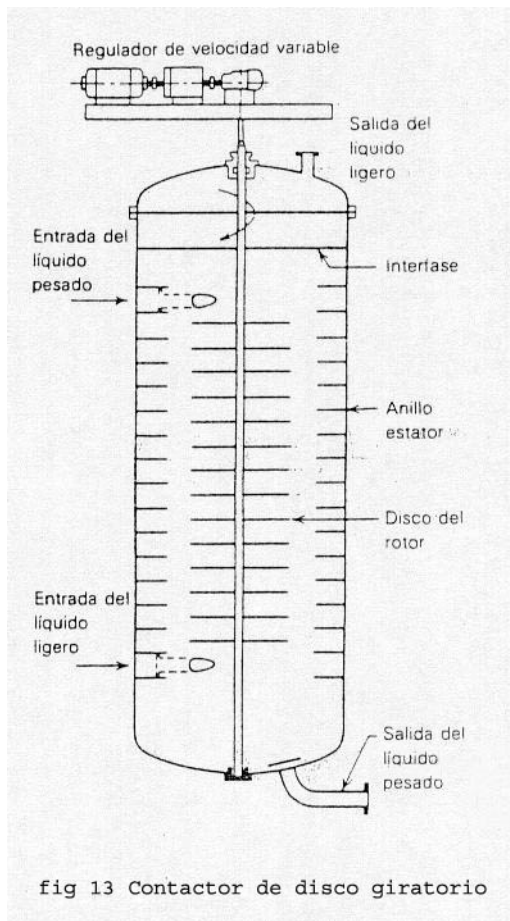


fig 13 Contactor de disco giratorio

Extractor de Scheibel Ha habido diversos diseños, el más reciente de los cuales se muestra en la figura 10.54. Los impulsores son del tipo de turbina y las mamparas que los rodean, del tipo de dona, están sujetos por aros verticales de unión, que no se muestran. Los diseños anteriores incluyen empaque de alambre entretrejido alternado con secciones que incluyen un impulsor.

Fig 10.54

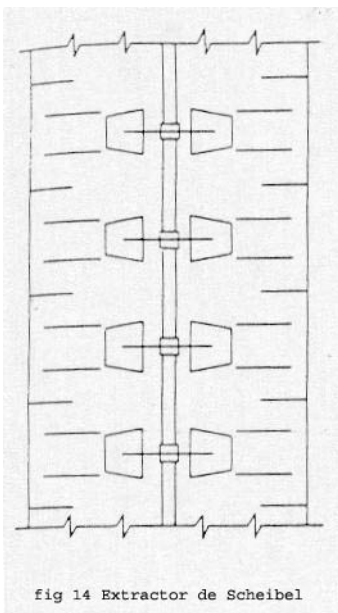
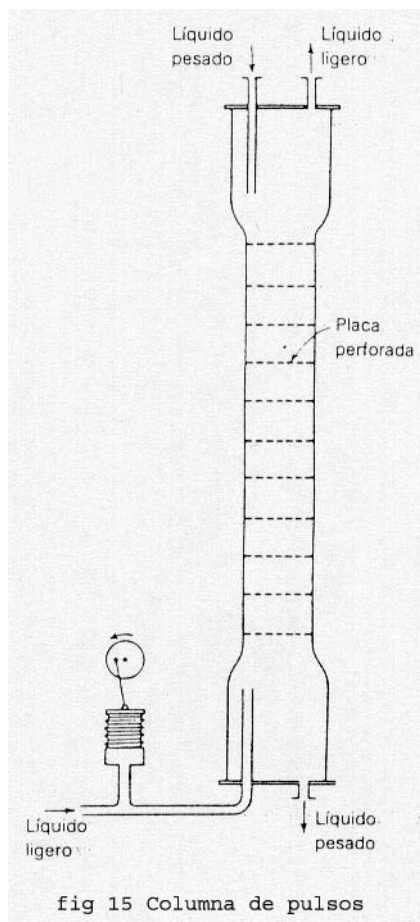


fig 14 Extractor de Scheibel

Extractor de platos recíprocos de Karr Este viene después de un diseño anterior de van Dijck quien sugirió que los platos de un extractor de platos perforados del tipo mostrado en la figura 10.55, se movieran hacia arriba y abajo. El diseño de Karr utiliza platos de área libre: mucho más

grande, poco ajustados en la armazón de la torre y unidos a un sostén central, vertical. Éstos se mueven en forma vertical, hacia arriba y hacia abajo, una distancia pequeña.

Fig 10.55



Extractor de Treybal Son en realidad una pila vertical de mezcladores-sedimentadores. Los mezcladores están en una línea vertical y los impulsores para las etapas sobre un eje común. Estos extractores no sólo mezclan, sino que también bombean, de forma que los flujos obtenidos son grandes. Como no hay mezclado axial, las rapidezces de transferencia de masa son elevadas.

Extractor de Graesser Este es un caparazón horizontal fijado con una serie de discos giratorios sobre un eje central horizontal. Unos recipientes en forma de C entre los discos lanzan los líquidos, de un recipiente al otro, mientras los líquidos fluyen a contracorriente y horizontalmente a través del extractor. Se ha utilizado especialmente en Europa.

Columnas con pulsaciones Una onda rápida (0.5 a 4/s) de amplitud corta (5 a 25 mm) se transmite hidráulicamente a los contenidos líquidos. Puesto que no hay partes móviles presentes dentro de los extractores, las columnas de pulsos se emplean mucho, y de modo exclusivo, cuando se procesan soluciones radiactivas en los trabajos de energía atómica, en donde pueden ponerse detrás de protecciones pesadas de radiación sin necesidad de mantenimiento. El arreglo más común es el de la figura 10.55; los platos perforados que no tienen vertederos tienen pequeños orificios, por lo que generalmente no habrá flujo. El pulso superimpuesto sobre los líquidos en forma alternativa hace que los líquidos ligeros y pesados pasen a través de las perforaciones. También pueden ser pulsadas las columnas empacadas -en realidad, puede pulsarse cualquier tipo de extractor-. Aunque las rapidezces de transferencia de masa se mejoran debido a los costos sustanciales de energía, las capacidades de flujo se reducen.

Extractores centrífugos El más importante de éstos es *el extractor de Podbielniak* figura 10.56. El tambor cilíndrico contiene un caparazón concéntrico, perforado; se gira rápidamente sobre un eje horizontal (30 a 85 rps). Los líquidos entran a través del eje: los líquidos pesados se llevan al

centro del tambor y los líquidos ligeros a la periferia. Los líquidos pesados fluyen radialmente hacia afuera y los dos se sacan a través del eje. Estos extractores son especialmente útiles para líquidos de diferencia de densidad muy pequeña y en donde los tiempos de residencia cortos son esenciales, como en algunas aplicaciones farmacéuticas (extracción de penicilina a partir del caldo nutritivo, por ejemplo).

El *extractor de Luwesta* y de *Rotqbel* giran alrededor de un eje vertical; se utilizan con mayor frecuencia en Europa que en Estados Unidos.

Fig 10.56

