



EXTRACCIÓN SÓLIDO-LÍQUIDO Y RECUPERACIÓN DEL DISOLVENTE: OBTENCIÓN DE ACEITE DE GIRASOL

FUNDAMENTO TEÓRICO

En el proceso industrial de extracción pueden considerarse las siguientes etapas:

- Disolución de los constituyentes solubles y separación del sólido inerte.
- Recuperación del disolvente, si es económicamente viable.
- Lavado del sólido inerte para recuperar mayor cantidad de soluto.

La extracción S/L es una operación básica o unitaria mediante la cual se separan uno o varios constituyentes solubles contenidos en un sólido inerte mediante la utilización de un disolvente adecuado.

En un proceso de extracción S/L las operaciones implicadas son:

- Cambio de fase del soluto. Esta etapa se considera prácticamente instantánea.
- Difusión del soluto a través del disolvente contenido en los poros del sólido inerte.
- Transferencia del soluto desde las inmediaciones de la interfase S/L hasta el seno de la masa principal de disolvente.

En consecuencia, los factores más importantes que influyen sobre la velocidad de extracción son:

- Tamaño de las partículas sólidas.** Evidentemente cuanto más pequeñas sean, mayor es la superficie interfacial y más corta la longitud de los poros. Por tanto mayor es la velocidad de transferencia. Sin embargo, tamaños excesivamente pequeños pueden hacer que las partículas se apelmacen dificultando la extracción.
- Tipo de disolvente.** El disolvente debe ser lo más selectivo posible y se recomienda de baja viscosidad.
- Temperatura.** Un aumento de la temperatura favorece la solubilidad y aumentan los coeficientes de transferencia de materia. El límite superior se fija atendiendo a criterios de calidad del producto, criterios económicos y de seguridad con respecto al disolvente.



- d) **Agitación del disolvente-soluto.** Favorece la transferencia por aumento de coeficientes de transferencia de materia en la interfase S/L. Además se evita la sedimentación y apelmazamiento de las partículas sólidas.

Por otro lado, la destilación es una operación básica mediante la cual se separan dos o más compuestos de una mezcla líquida empleando calor (agente energético de separación) para generar una fase vapor enriquecida en los compuestos más volátiles, quedando la fase líquida enriquecida en los compuestos menos volátiles. Las fases líquida y vapor generadas se encuentran en equilibrio termodinámico, de tal forma que la composición de ambas fases dependerá de las diferencias entre las presiones de vapor de los componentes puros. Cuanto más diferentes sean las presiones de vapor de los compuestos puros más fácilmente se separan los compuestos puesto que presentarán puntos de ebullición más diferentes, quedando pues los componentes más volátiles contenidos mayoritariamente en la fase vapor. La fase vapor generada posteriormente se llevará a un condensador para obtener un producto destilado final en forma líquida. Esta operación de destilación permitirá separar el soluto del disolvente, permitiendo la reutilización del disolvente recuperado.

OBJETIVOS DE LA PRÁCTICA

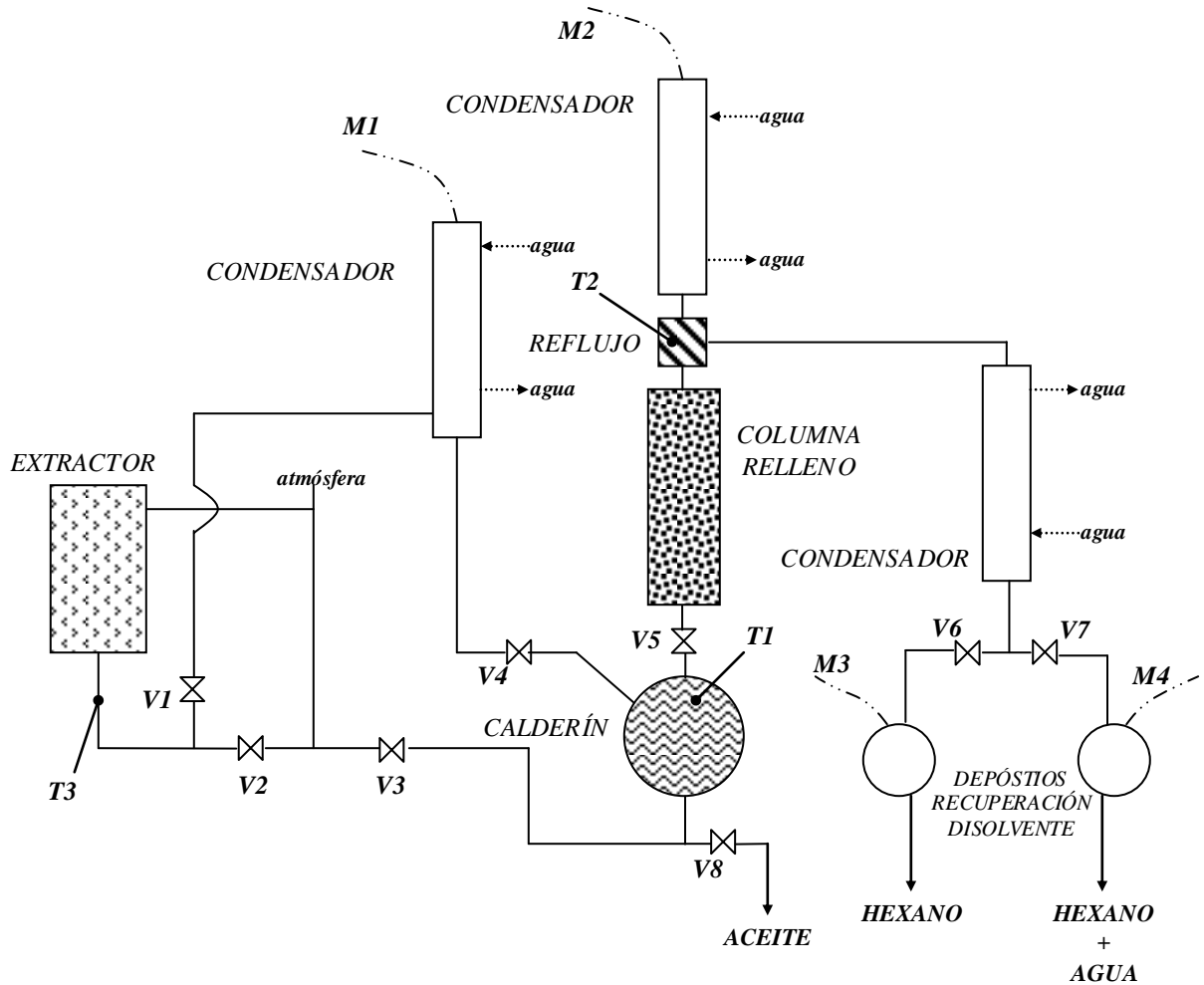
Se obtendrá aceite de semillas de girasol mediante extracción con hexano y posterior destilación de la mezcla aceite-disolvente. El disolvente se recupera para extracciones posteriores.

MATERIALES NECESARIOS

- Semillas de girasol, 2 kg
- Hexano, 15 L
- Agua, 9 L
- Embudo de decantación, 1 L
- Vaso de precipitado, 500 mL
- Matraz erlenmeyer, 500 mL
- Matraz erlenmeyer, 5L



- Balanza
- Tanque de 25L con agua para recuperación de hexano ocluido en semillas.
- Planta Piloto para Extracción:
 - Extractor Sólido-Líquido
 - Columna de Destilación/Rectificación





METODOLOGÍA

1. Cargar el extractor por inmersión con aproximadamente 2 kg de semillas de girasol, previamente trituradas y homogeneizadas. Las semillas deben estar contenidas en el saco de fibra dispuesto al efecto.
2. Abrir el paso de agua al condensador del extractor y cargar a continuación el calderín con 15 litros de hexano y activar la resistencia inferior de la manta eléctrica.
3. Extraer durante 1 h contando el tiempo a partir del momento en que se establece el ciclo de retorno del hexano al calderín.
4. Transcurrido este tiempo se procede a la destilación de la mezcla aceite-disolvente. A continuación se procede a enfriar el calderín, se carga con agua y se realiza una destilación mediante arrastre con vapor.
5. Recoger el aceite en un matraz previamente tarado, secar en estufa para eliminar las trazas de disolvente y pesar.

DESARROLLO DE LA PRÁCTICA

1. Cargar el extractor por inmersión con aproximadamente 2 kg de semillas de girasol, previamente trituradas y homogeneizadas. Las semillas deben estar contenidas en el saco de fibra dispuesto al efecto.
2. Abrir el paso de agua al condensador del extractor y cargar el calderín con 15 litros de hexano.
3. Comprobar que las válvulas V1, V3 y V4 están abiertas. Todas las restantes deben estar cerradas.



4. Activar la resistencia inferior e intermedia (full, $T \approx 200-250$ °C) del calderín y comprobar que las mangueras M1 y M2 están sumergidas en recipiente con 0.5 L de agua a fin de evitar escapes de hexano (sello hidráulico).
5. Activar la resistencia eléctrica externa fijando $T_{\text{máx}} = 50$ °C (medida por T3).
6. Extraer durante 1 h contando el tiempo a partir del momento en que se establece el ciclo de retorno del hexano al calderín (se puede realizar una extracción parcial la mañana previa a fin de aligerar la práctica por la tarde).
7. Cortar resistencia eléctrica del calderín, sacar M1 y M2 del agua (para evitar aspiraciones de agua por vacío), abrir válvula V5.
8. Abrir V2 para llevar la mezcla hexano-aceite del extractor al calderín.
9. Dejar escurrir el saco de semillas, a continuación extraerlo y llevarlo a tanque con agua para recuperar el hexano ocluido en las semillas, aproximadamente 3L (se decanta al día siguiente).
10. Abrir el paso de agua al condensador del destilador y a continuación cerrar el del condensador del extractor.
11. Abrir V3 e introducir aproximadamente 12 litros de agua templada (aproximadamente 60 °C) a través de la tapa superior del extractor (inicialmente hacerlo lentamente para evitar cambios bruscos de temperatura).
12. Cerrar V3 y V4 y conectar la regulación del reflujo en modo destilado total.



13. Conectar resistencias inferior (full, $T \approx 200-250$ °C), intermedia (full, $T \approx 200-250$ °C) y superior (posición 3-4, $T = 150$ °C) del calderín. Sumergir M1 y M2 en recipiente con agua (sello hidráulico).
14. Abrir V6 y sacar M3 del agua para permitir el flujo de hexano hacia el depósito de recogida.
15. Vigilar el nivel del calderín durante la destilación para ir apagando progresivamente las resistencias cuando el nivel del líquido esté por debajo de ellas.
16. Cuando T1 comience a superar 80-85°C abrir V7 (se habrán recogido aproximadamente 8-10 litros de hexano), sacar M4 del agua y cerrar V6. Sumergir M3 en el agua (para evitar pérdidas de hexano).
17. Continuar la destilación hasta que $T1 = 100$ °C y $T2 = 95$ °C.
18. Apagar resistencia inferior del calderín y sacar M1 y M2 del agua.
19. Abrir V8 para recoger la mezcla agua-aceite del calderín y cerrar nuevamente V8. Llevar la mezcla al decantador y separar aceite del agua.
20. Cerrar V7 y sumergir M4 (para evitar pérdidas de hexano). Al día siguiente recuperar el hexano de los depósitos de recuperación de disolvente. En el depósito de agua-hexano eliminar previamente el agua por decantación.



CUESTIONARIO PARA LOS ALUMNOS

1. Quién es más volátil, el aceite de girasol o el hexano.
2. ¿Cuál es la temperatura de ebullición del hexano?
3. ¿Para que sirve la resistencia eléctrica externa alrededor del extractor?
4. ¿Por qué se molturan las semillas de girasol?
5. ¿Cuál es la función y como actúan los “sellos hidráulicos”?
6. ¿Qué diferencia hay entre destilación y rectificación?
7. ¿Qué parámetro controla la composición y la cantidad de destilado obtenido en una rectificación?
8. ¿Para que se añade agua en medio del proceso de destilación?
9. ¿Qué es una destilación con arrastre de vapor de agua?
10. ¿Cómo se observa visualmente el comienzo de la evaporación del agua?
11. Durante la etapa de recuperación del disolvente anotar la temperatura de ebullición de la mezcla ternaria agua-aceite-hexano frente al volumen de hexano recogido para cada litro de hexano recuperado. Representar la temperatura de ebullición frente a la fracción másica de hexano en el calderín; justifique descriptivamente la evolución de ésta temperatura. Para poder calcular la fracción másica de hexano considere lo siguientes datos:
 - a. Volumen inicial de hexano en el calderín al comienzo de la destilación: 12 L (se considera que de los 15 L iniciales 3 L se han quedado ocluidos en las semillas tras la extracción).
 - b. Densidad del hexano a 25 °C: 660.6 kg/m^3 .
 - c. Volumen de agua añadida al comienzo de la destilación: 12L.
 - d. Densidad del agua a 60 °C: 983.2 kg/m^3 .



12. Los calores latentes de vaporización del agua y del hexano a sus temperaturas de ebullición son 40.65 y 28.85 kJ/mol respectivamente, ¿cuál de los dos compuestos se vaporiza más fácilmente?
13. ¿Cómo se determina que se ha arrastrado todo el hexano fuera de la columna de destilación?
14. Suponiendo que las semillas de girasol tienen un contenido en aceite del 30.5% (p/p), ¿Cuál es el rendimiento de extracción del aceite?
15. El aceite obtenido, ¿es de uso comercial para la alimentación o precisa algún tratamiento posterior? En caso de tratamiento posterior, ¿cómo se denomina dicho tratamiento y que operaciones pueden llevarse a cabo en él?