

**UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE PEREIRA  
FACULTAD DE TECNOLOGIA**



**ESCUELA DE TECNOLOGÍA QUÍMICA  
PROGRAMA DE QUÍMICA INDUSTRIAL**



**TRABAJO DE GRADO  
DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN MÓDULO DE EXTRACCIÓN LÍQUIDO-  
LÍQUIDO PARA EL LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS DE LA  
ESCUELA DE TECNOLOGÍA QUÍMICA DE LA UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA  
DE PEREIRA**

**PRESENTADO POR:  
JENNY A. RODRÍGUEZ QUIÑONES  
COD: 1124851577  
DIANA PATRICIA ARIAS CÁRDENAS  
COD: 42121708**

**DIRECTOR  
Ph. D. MELVIN AROLD DURÁN RINCÓN**

**PEREIRA, JUNIO 2016**

**DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN MÓDULO DE EXTRACCIÓN LÍQUIDO-  
LÍQUIDO PARA EL LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS DE LA  
ESCUELA DE TECNOLOGÍA QUÍMICA DE LA UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA  
DE PEREIRA**

**JENNY A. RODRÍGUEZ QUIÑONES  
DIANA PATRICIA ARIAS CÁRDENAS**

**UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE PEREIRA  
FACULTAD DE TECNOLOGIA  
ESCUELA DE TECNOLOGÍA QUÍMICA  
PEREIRA  
2016**

Nota de aceptación

---

---

---

---

---

---

Firma Director de Trabajo de Grado

Pereira, Junio de 2016

## **AGRADECIMIENTOS**

### **JENNY RODRIGUEZ QUIÑONES**

Agradezco a Dios y a mi familia por el apoyo que siempre me brindaron, en especial a mis padres que jamás perdieron la fe en mí y me brindaron su ayuda y apoyo incondicional.

A mi hermano Héctor Gerardo Rodríguez Quiñones, que día a día me acompaña y su recuerdo me da fortaleza para querer hacer las cosas bien y mejor cada día.

A mi director el ingeniero Melvin Aroldo Duran por el apoyo, la confianza y el acompañamiento que durante este proceso nos brindó.

A la Universidad Tecnológica de Pereira por formarnos y darnos herramientas para afrontar nuestra vida profesional con entereza y madurez pero sobre todo para ejercer una buena labor en pro del desarrollo y mejoramiento siempre.

### **DIANA PATRICIA ARIAS**

Quiero dar las gracias a todas las personas que de una u otra forma colaboraron, para hacer realidad este sueño de culminar con éxito este gran reto. A mis padres que gracias a su empeño y colaboración desmedida, me ayudaron día a día y motivaron incansablemente. A mis hijos Valentina y Juan David, que son el motor de mi existencia. A todos los docentes, que en estos años tuve la fortuna de conocer y aprender un poco de todo su saber, especialmente al ingeniero Melvin Aroldo Duran, por toda la paciencia y ayuda brindada.

Y aunque último pero siempre primero a Dios, que me mantuvo en pie, hasta cuando ya no podía dar un paso más.

## TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
LISTA DE GRÁFICOS .....	8
LISTA DE TABLAS .....	9
Pág. ....	9
LISTA DE ANEXOS .....	10
Pág. ....	10
INTRODUCCIÓN .....	13
1. JUSTIFICACIÓN .....	15
2. OBJETIVOS .....	17
2.1 OBJETIVO GENERAL .....	17
2.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS.....	17
3. MARCO DE REFERENCIA .....	18
3.1 LA EXTRACCIÓN.....	18
3.1.1 Extracción sólido líquido.....	18
3.1.1.1 Contacto sencillo .....	18
3.1.1.2 Contacto múltiple en corriente directa .....	19
3.1.1.3 Contacto múltiple en contra corriente.....	19
3.1.2 Extracción líquido-líquido .....	20
3.1.2.1 Un sistema ternario .....	21
3.1.2.2 Coeficiente de distribución. $K_i$ .....	21
3.1.2.3 Triángulo equilátero.....	22
3.1.2.4 Triangulo rectángulo.....	23
3.1.2.5 Diagrama de distribución de equilibrio .....	24
3.2 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN LIQUIDO-LIQUIDO.....	25
3.2.1 Contacto sencillo .....	25
3.2.1 Contacto múltiple en corriente directa .....	26
3.2.3 Contacto múltiple en contra corriente .....	27
3.3 PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DE LOS COMPUESTOS UTILIZADOS .....	27
3.3.1 Aceite de ricino.....	27
3.3.2 Etanol Absoluto .....	28
3.3.3 Aceite vegetal de soja .....	29

4. METODOLOGÍA.....	31
4.1 UBICACIÓN Y SITIO DONDE SE INSTALÓ LA COLUMNA DE EXTRACCIÓN.....	31
4.2 DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO (MONTAJE).....	31
4.2.1 Bomba 1 modelo 77200-62 L/S® Easy-Load® II Cabezales de bombas .....	32
4.2.2 Bomba 2 modelo 77390-00 L/S® Cabezal de Manguera-PTFE.....	32
4.2.3 Tanques de almacenamiento.....	32
4.3 DISEÑO DEL EQUIPO .....	32
4.3.1 Se diseñó el equipo de extracción líquido-líquido .....	32
4.3.2 Elaboración de los planos de la estructura soporte.....	33
4.3.3 Construcción de soporte.....	33
4.3.4 Ensamblaje del equipo de extracción líquido-líquido .....	33
4.3.5 Elaborar una plantilla con las instrucciones de manejo del equipo .....	36
4.3.6 Obtención de la curva binodal y líneas de reparto.....	38
4.3.7 PARTE 1 Titulación con la mezcla 40-60 de aceites vegetal y de ricino.....	38
4.3.8 PARTE 2 Titulación con agua .....	39
4.3.9 Metodología para encontrar la binodal y líneas de reparto en un sistema ternario agua- etanol y mezcla de aceites vegetal y de ricino (40:60).....	41
5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	43
6. CONCLUSIONES.....	58
7. RECOMENDACIONES .....	59
BIBLIOGRAFÍA.....	60
ANEXOS.....	61
Anexo 2. Plano de la columna de extracción líquido-líquido.....	69

## LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Esquema idealizado de una operación de extracción líquido-líquido. ....	13
Figura 2. Diagrama de equilibrio ternario. Diagrama triangular equilátero.....	14
Figura 3. Diagrama extracción sólido líquido en contacto sencillo.....	18
Figura 4. Diagrama extracción sólido-líquido en corriente continua.....	19
Figura 5. Diagrama de extracción sólido-líquido en contra corriente .....	20
Figura 6. Esquema idealizado de una operación de extracción líquido-líquido .....	20
Figura 7. Diagrama ternario triángulo equilátero.....	22
Figura 8. Diagrama binodal y líneas de reparto. ....	23
Figura 9. Diagrama representado en triangulo rectangulo. 1 y 2 son los disolventes.....	24
Figura 10. Diagrama de distribución de equilibrio.....	25
Figura 11. Diagrama de extracción en contacto sencillo.....	26
Figura 12. Diagrama de contacto múltiple en continuo .....	26
Figura 13. Diagrama de contacto en contra corriente .....	27
Figura 14. (a) estructura molecular de un triglicérido. (b) estructura molecular del ácido ricinoleico. ....	28
Figura 15. Esquema del equipo de extracción líquido-líquido.....	33
Figura 16. Columna de extracción líquido- líquido. ....	34
Figura 17. Accesorios para entrada y salida de fase pesada. ....	35
Figura 18. Medidor de nivel .....	35
Figura 19. Colector del refinado.....	36
Figura 20. Montaje de la columna.....	37
Figura 21. Tubos de ensayo utilizados en la titulación con aceite. ....	39
Figura 22. Tubos de ensayo para la titulación con agua.....	40
Figura 23. Balanza analítica utilizada durante el trabajo.....	40
Figura 24. Muestras para obtención de líneas de reparto.....	41
Figura 25. Líneas de reparto diagrama ternario etanol-mezcla aceites-agua .....	56
Figura 26. Diagrama ternario con la curva binodal .....	57

## LISTA DE GRÁFICOS

	Pág.
Gráfico 1. Índice de refracción vs Densidad .....	44
Gráfico 2. Densidad vs porcentaje másico.....	45
Gráfico 3. Densidad vs porcentaje másico de agua.....	45
Gráfico 4. Densidad vs porcentaje másico mezcla de aceites. ....	46
Gráfico 5. Índice de refracción vs porcentaje másico de etanol.....	46
Gráfico 6. Índice de refracción vs porcentaje másico de agua.....	47
Gráfico 7. Índice de refracción vs porcentaje másico de mezcla de aceites .....	47
Gráfico 8. Índice de refracción vs Densidad .....	48
Gráfico 9. Densidad vs porcentaje másico de etanol .....	49
Gráfico 10. Densidad vs porcentaje másico de agua.....	49
Gráfico 11. Densidad vs porcentaje másico de mezcla de aceites .....	50
Gráfico 12. Índice de refracción vs porcentaje másico de etanol.....	50
Gráfico 13. Índice de refracción vs porcentaje másico de agua.....	51
Gráfico 14. Índice de refracción vs porcentaje mezcla de aceites .....	51
Gráfico 15. Densidad Vs Concentración de etanol en agua .....	53
Gráfico 16. Densidad vs Concentración de etanol en la mezcla de aceites.....	54

## LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Coeficientes de Distribución K de sistemas de tres componentes, a distintas condiciones.....	21
Tabla 2. Propiedades del aceite de Ricino.....	28
Tabla 3. Propiedades del etanol anhídrido. ....	29
Tabla 4. Características Químicas del aceite de soya. ....	29
Tabla 5. Características físicas del aceite de soya. ....	30
Tabla 6. Titulación con mezcla de aceites .....	38
Tabla 7. Titulación con agua.....	39
Tabla 8. Resultados obtenidos en la titulación con aceite .....	44
Tabla 9. Resultados obtenidos en la titulación con agua.....	48
Tabla 10. Mezcla binaria etanol agua.....	52
Tabla 11. Mezcla binaria etanol mezcla de aceites.....	53
Tabla 12. Datos obtenidos para las líneas de reparto.....	54
Tabla 13. Coeficientes de reparto.....	55

## LISTA DE ANEXOS

	Pág.
Anexo 1. Instrucciones de manejo de la columna de extracción líquido-líquido.....	61
Anexo 2. Plano de la columna de extracción líquido-líquido.....	69
Anexo 3. Planos de la estructura soporte para la columna de extracción líquido-líquido. ....	70

## RESUMEN

En el presente trabajo de grado, se diseñó y construyó una columna de extracción líquido-líquido, la cual tiene como finalidad, el afianzamiento del conocimiento adquirido por parte de los estudiantes, visualizando este tipo de operaciones de una manera mucho más amigable.

El equipo está diseñado para que se realicen prácticas con diferentes solventes, en el caso nuestro trabajamos con un sistema ternario de agua, etanol y una mezcla de aceite vegetal y de ricino en porcentaje peso-peso (40:60), por consiguiente al no existir en la literatura diagramas ternarios específicos para dicho sistema, se procedió a la elaboración y obtención de la curva binodal y las respectivas líneas de reparto.

Este proceso se llevó a cabo determinando las densidades y respectivos índices de refracción, para mezclas en diferentes proporciones en cada uno de los componentes del sistema ternario y en cada fase de las mezclas.

Los resultados obtenidos para la construcción del diagrama ternario, dejan ver la poca afinidad entre la mezcla de aceites y el agua y la tendencia del etanol por solubilizando a la mezcla de aceites.

## ABSTRACT

In the present degree work, was designed and built one extraction column liquid, which aims at the consolidation of the knowledge acquired by students, and that they can visualize is type of operations in a more friendly way.

Equipment is designed so that made practice with different solvents, in case our work with a ternary system water-ethanol-mixture of vegetable oil and Castor (40:60), therefore there is no literature in diagrams ternary specific for such systems was the preparation and obtaining of the bimodal curve and the respective lines of distribution.

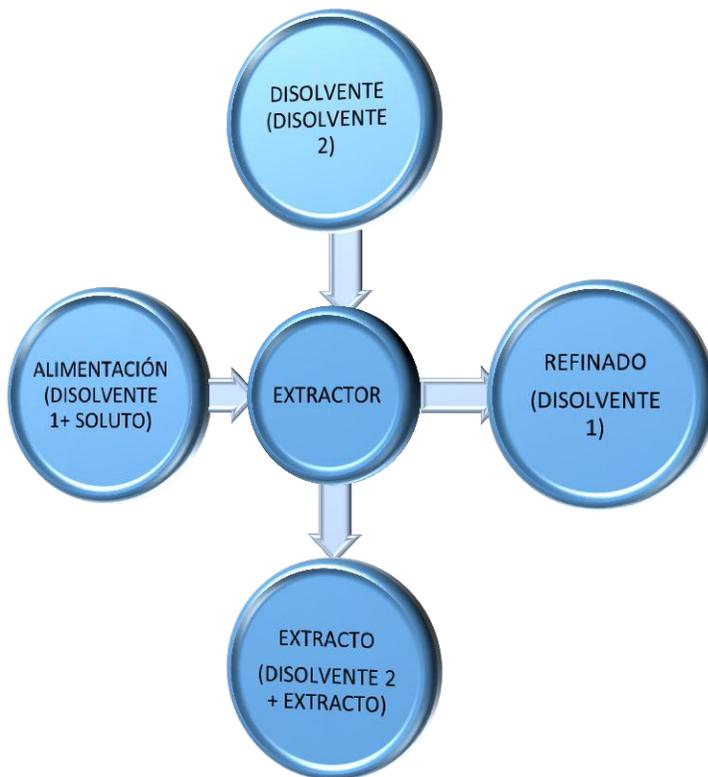
This process was conducted given their densities and their respective indices of refraction, for each phase of the mixture.

The results obtained for the construction of the ternary diagram reveal low affinity between the mixture of oil and water, and the tendency of ethanol by joining the mixture of oils.

## INTRODUCCIÓN

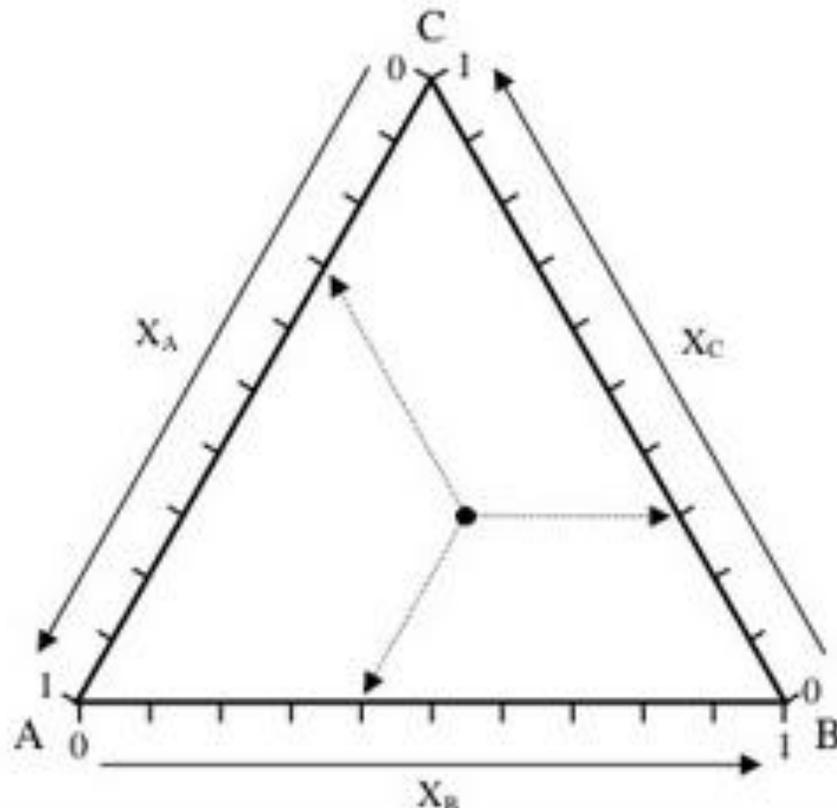
La extracción líquido-líquido es junto a la destilación, la operación básica más importante en la separación de mezclas homogéneas líquidas. Consiste en separar una o varias sustancias disueltas en un disolvente mediante su transferencia a otro disolvente insoluble, o parcialmente insoluble, en el primero. La transferencia de materia se consigue mediante el contacto directo entre las dos fases líquidas. Una de las fases es dispersada en la otra para aumentar la superficie interfacial y aumentar el caudal de materia transferida. En una operación de extracción líquido-líquido, se denomina alimentación a la disolución cuyos componentes se pretende separar, disolvente de extracción al líquido que se va a utilizar para separar el componente deseado, refinado a la alimentación ya tratada y extracto a la disolución con el soluto recuperado. En la Figura 1 se observa un esquema del proceso de operación.

**Figura 1.** Esquema idealizado de una operación de extracción líquido-líquido.



En la extracción líquido-líquido, es importante el diseño de un sistema ternario que está compuesto por dos disolventes y un soluto, con dos de los componentes inmiscibles o parcialmente inmiscibles entre sí. Una de las formas más habituales de recoger los datos de equilibrio en sistemas ternarios son los diagramas triangulares. En la Figura 2 se muestra un diagrama triangular equilátero. Los vértices del triángulo representan compuestos puros, un punto sobre un lado correspondería a una mezcla binaria y un punto en el interior del triángulo representaría una mezcla ternaria.<sup>1</sup>

**Figura 2.** Diagrama de equilibrio ternario. Diagrama triangular equilátero.



<sup>1</sup> GOMES DE AZEVEDO ROCHA, Enio. Estudo do equilíbrio líquido-líquido nos sistemas ternários biodiesel de óleo de palma + etanol + glicerina e biodiesel de óleo de palma + etanol + água. Tesis Postgrado en Ingeniería Química : Universidade Estadual de Campinas, 2012. 134 p

## 1. JUSTIFICACIÓN

La extracción líquido-líquido y la destilación, son operaciones unitarias básicas y muy importantes en la separación de mezclas homogéneas líquidas.

La extracción (separación) líquido-líquido, también conocida como extracción con solventes o extracción con disolventes, es un proceso químico empleado para separar una mezcla utilizando la diferencia de solubilidad de sus componentes, entre dos líquidos inmiscibles o parcialmente miscibles (por ejemplo, agua y cloroformo, o éter etílico y agua).

La extracción líquido-líquido consiste, en la separación de los constituyentes de una disolución líquida por contacto con otro líquido inmiscible, que disuelve preferencialmente a uno de los constituyentes de la disolución original, dando lugar a la aparición de dos capas líquidas inmiscibles de diferentes densidades.

En la industria el uso de la extracción líquido- líquido es importante, ya que en varios procesos podemos encontrarnos con mezclas, que por los métodos como la destilación y la evaporación es complicado o prácticamente imposible dicha separación. Entre ellas tenemos la industria petrolera, industria metalúrgica, industria química inorgánica, industria bioquímica, industria farmacéutica entre otras. En el eje cafetero donde está ubicada la universidad Tecnológica de Pereira, hay ubicadas algunas de estas industrias, también en Colombia existen muchas industrias de estas categorías que requieren que los profesionales, tengan el conocimiento del manejo de dicho equipo.<sup>2</sup>

El módulo de extracción líquido-líquido es necesario para que el concepto de extracción, sea aprendido significativamente, ya que estudios pedagógicos han concluido que cuando en la enseñanza se incluyen varios sentidos, el aprendizaje es más asertivo para el alumno. También al realizar prácticas del tema el conocimiento es más interesante y atrayente para los mismos.

En los laboratorios de química o biología, se utiliza comúnmente el proceso de extracción líquido-líquido en una fase acuosa y en una fase orgánica. Se utiliza un embudo de decantación para separar las dos fases con mayor precisión. La extracción de un componente de una mezcla líquida mediante un disolvente presenta en ocasiones ventajas respecto a efectuar la separación por destilación:

---

<sup>2</sup> DÍAZ FULGAN, Nancy Karina. Generación de datos experimentales a nivel de metanol-biodiesel-agua en equilibrio líquido-líquido a temperatura ambiente y 640 Mm Hg Laboratorio, que permitan caracterizar el sistema metanol-biodiesel-agua líquido-líquido a temperatura ambiente y 640 Mm. Tesis Ingeniero Químico. Guatemala : Universidad de San Carlos de Guatemala. Escuela de Ingeniería Química, 2010. 213 p

- Instalaciones más sencillas.
- Hay la posibilidad de separar componentes sensibles al calor sin necesidad de realizar una destilación al vacío.
- La selectividad del disolvente para componentes de naturaleza química similar permite separaciones de grupos de componentes, imposibles de lograr basándose sólo en el punto de ebullición.

Se hace la distinción entre la extracción sólido-líquido y la extracción líquido-líquido, según el estado en el cual este la materia a extraer bien sea en estado sólido o en estado líquido, respectivamente. En este caso, notoriamente, el disolvente ha de ser inmisible con la fase líquida que contiene el soluto.

Se puede utilizar este tipo de extracción cuando la separación por destilación es ineficaz o muy difícil de emplear. Uno de los principales usos son las mezclas con las temperaturas de ebullición próximas, como derivados del petróleo, o sustancias que no pueden soportar la temperatura de destilación, con frecuencia se separan por extracción, que utiliza diferencias de estructura química en vez de diferencias de volatilidades. La extracción puede utilizarse para separar más de dos componentes y en algunas aplicaciones se requiere una mezcla de disolventes en vez de un solo disolvente.

### **APLICACIONES DE LA EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO**

- Industria bioquímica, separación de antibióticos y recuperación de proteínas de sustratos naturales.
- Extracción de metales como la recuperación del cobre de soluciones amoniacales, separaciones de metales poco usuales y de isótopos radiactivos en elementos combustibles gastados.
- Industria química inorgánica, recuperar compuestos como: ácido fosfórico, ácido bórico e hidróxido de sodio de soluciones acuosas.
- Recuperación de compuestos aromáticos como fenol, anilina o compuestos nitrogenados de las aguas de desecho.
- Recuperación de productos sensibles al calor.
- Recuperación de compuestos orgánicos del agua como formaldehído, ácido fórmico y ácido acético.
- Refinación del petróleo.
- Extracción del furfural de los aceites lubricantes.
- Desasfaltado de propano.
- Desulfuración del petróleo.

Por consiguiente este trabajo de grado tiene como objetivo principal la construcción de un equipo piloto de extracción líquido-líquido, para que los estudiantes puedan elaborar prácticas académicas y se relacionen con este tipo de equipos que son muy utilizados en la industria.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 OBJETIVO GENERAL**

Diseñar y construir un módulo de extracción líquido-líquido para el laboratorio de operaciones unitarias de la Escuela de Tecnología Química de la Universidad Tecnológica de Pereira.

### **2.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS**

- Diseñar un equipo de extracción líquido-líquido a pequeña escala.
- Construir un equipo de extracción líquido- líquido a pequeña escala para la Escuela de Tecnología Química
- Elaborar las instrucciones de manejo del equipo de extracción líquido-líquido.

### 3. MARCO DE REFERENCIA

#### 3.1 LA EXTRACCIÓN

La extracción es una operación unitaria mediante la cual se separa un soluto de un solvente, utilizando otro solvente el cual debe ser inmisible o parcialmente inmisible con el anterior, con distinto grado de solubilidad y debe estar en contacto a través de una interface. Existen diferentes procesos de extracción dependiendo del estado de las fases en el que se encuentran los compuestos.

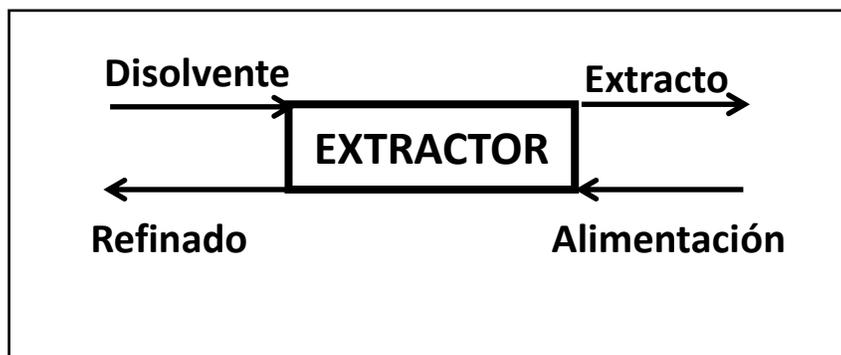
La separación de un compuesto por extracción se basa en la transferencia selectiva del compuesto desde una mezcla sólida o líquida con otros compuestos hacia una fase líquida (normalmente un disolvente orgánico). El éxito de la técnica depende básicamente, de la diferencia de solubilidad en el disolvente de extracción entre el compuesto deseado y los otros compuestos presentes en la mezcla inicial.

**3.1.1 Extracción sólido líquido.** Este proceso consiste en la separación de un componente o grupo de componentes, de una mezcla sólida, con la ayuda de un solvente que disuelva a un componente o grupo de los componentes de dicha mezcla.

Se puede llevar a cabo aprovechando las diferencias de solubilidades de los mismos en un determinado solvente. En el caso favorable de una mezcla de sólido en el cual uno de los compuestos es soluble en un determinado solvente.

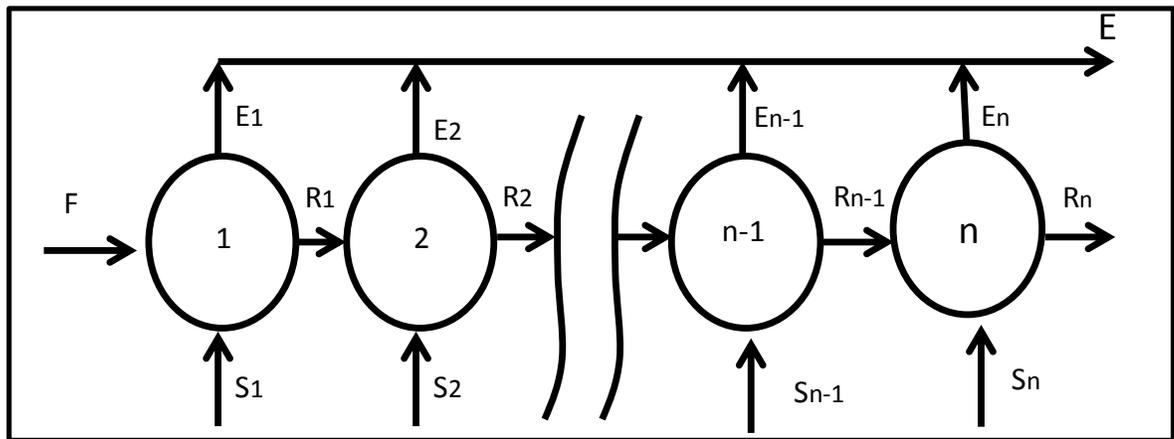
**3.1.1.1 Contacto sencillo.** Consiste en poner en contacto toda la alimentación con el solvente a emplear, separando después la disolución formada del sólido inerte con la disolución retenida.

**Figura 3.** Diagrama extracción sólido líquido en contacto sencillo



**3.1.1.2 Contacto múltiple en corriente directa.** Este método consiste en dividir la cantidad del solvente en varias fracciones, para realizar el proceso diferentes veces con cada porción de solvente. Se realiza la primera extracción con una de las porciones del solvente que llamaremos  $S$  y el alimento que en este caso llamaremos  $F$ , formado por el soluto y el solvente que lo contiene. El refinado de la primera etapa que será el alimento pero que tendrá menos soluto, se pone en contacto con el solvente de la segunda etapa y así continua con cada una de las cantidades de solvente separadas<sup>3</sup>

**Figura 4.** Diagrama extracción sólido-líquido en corriente continua.



**3.1.1.3 Contacto múltiple en contra corriente.** En este método la alimentación y el disolvente entran por extremos opuestos del sistema extractor.

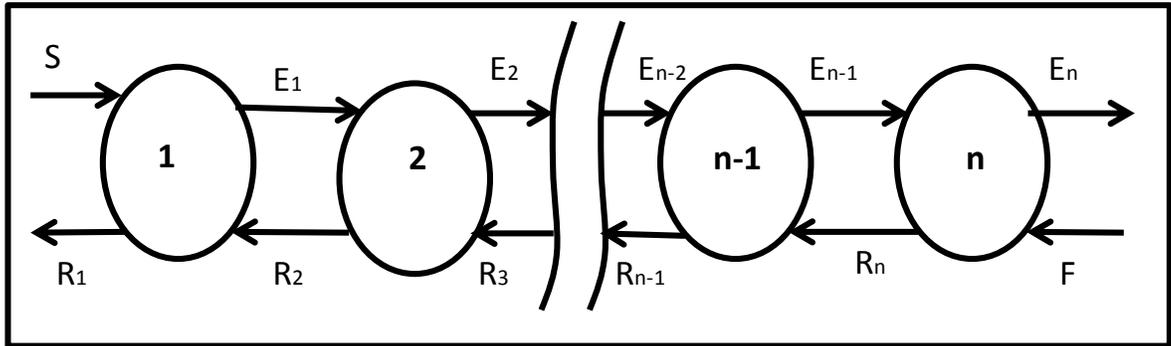
Como en el caso anterior el proceso consiste en poner en contacto el alimento  $F$  y el solvente  $S$ , pero esta vez cada uno de ellos entrando por extremos opuestos; haciendo que aumente el tiempo de contacto de  $F$  con  $S$  y de dicha forma se ve incrementada la cantidad de soluto que se retira. El alimento  $F$  pasa a ser el refinado pero cada vez con menor cantidad de soluto y el solvente  $S$  termina siendo el extracto cada vez más rico en soluto.<sup>4</sup>

Es el método más utilizado en la industria debido a su alta efectividad.

<sup>3</sup> Ibid.

<sup>4</sup> Ibid.

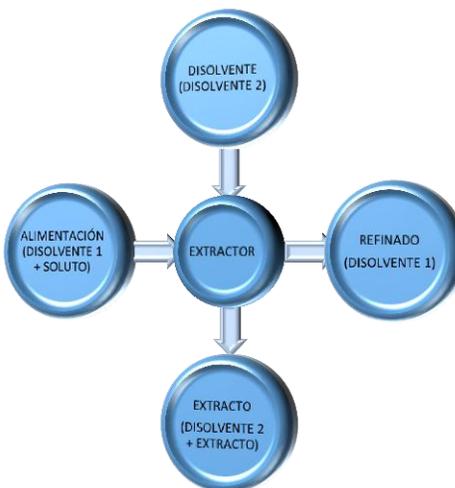
**Figura 5.** Diagrama de extracción sólido-líquido en contra corriente



**3.1.2 Extracción líquido-líquido.** La extracción líquido-líquido es un método utilizado para separar un componente de una mezcla líquida, con la ayuda de un disolvente también líquido inmiscible o parcialmente inmiscible con los demás componentes de la mezcla, el cual mediante contacto, disuelve uno de los constituyentes el cual llamaremos soluto. Dando lugar a la aparición de dos capas líquidas inmiscibles de diferentes densidades<sup>5</sup>

A la solución que se desea separar la llamaremos alimento F, que es la mezcla del disolvente 1 con el soluto, el disolvente que se va a utilizar lo denotaremos como solvente 2 y a las soluciones finales extracto E, que será quien contendrá mayor soluto y refinado R la que será pobre en el mismo.

**Figura 6.** Esquema idealizado de una operación de extracción líquido-líquido



<sup>5</sup> OCON GARCIA, Joaquin y Gabriel ROJO BARREIRO. Problemas de ingeniería química : Operaciones básicas Tomo II. España: Aguilar, 1982.

**3.1.2.1 Un sistema ternario.** Es una mezcla de dos componentes la cual va a ser separada por un solvente. Estos sistemas los podemos representar mediante varios diagramas y con ellos encontrar las concentraciones de los tres componentes en un momento determinado.

**3.1.2.2 Coeficiente de distribución.  $K_i$ .** Asumiendo que 1 y 2 son dos líquidos casi inmiscibles y el soluto B, se encuentra distribuido entre las fases de los disolventes 1 y 2. El coeficiente de distribución (llamado también razón de partición) del componente B, es la proporción de fracción másica de B en la fase 1 con respecto al de la fase 2.

El coeficiente de distribución ( $K_i$ ) es la relación entre las concentraciones que alcanza el componente llamado soluto en ambas fases en equilibrio en un sistema ternario.<sup>6</sup>

$$K_i = \frac{\text{concentración del componente } i \text{ en } E}{\text{concentración del componente } i \text{ en } R}$$

**i** = soluto B   **E**= extracto   **R**= refinado

Si se trata de separar una mezcla sencilla, con relaciones de distribución cuyos componentes presentan valores muy dispares, en sus relaciones de distribución con la extracción sencilla es suficiente para lograr la separación o extracción.

Algunos coeficientes de distribución a modo de ejemplo se muestran en la siguiente tabla

**Tabla 1.** Coeficientes de Distribución K de sistemas de tres componentes, a distintas condiciones

<b>Coeficientes de Distribución K de sistemas de tres componentes, a distintas condiciones.</b>				
<b>Solute</b>	<b>Feed solvent</b>	<b>Extraction solvent</b>	<b>Temp. (°C)</b>	<b>K (wt % basic)</b>
Acetone	Ethylene glycol	Amyl acetate	31	1,84
Acetone	ethylene glycol	Ethyl acetate	31	1,85
Toluene	Heptane	Sulfolane	25	0,34
Toluene	Heptane	Sulfolane	50	0,36
1- Butanol	Water	Ethyl acetate	40	5,48
1- Butanol	Water	Benzonitrile	25	3,01
Acetic acid	Water	1-Butanol	27	1,61
Acetic acid	Water	1-Hexene	25	0,0073
Acetone	Water	1-Octanol	25	0,81
Acetone	Water	1-Pentanol	25	4,11

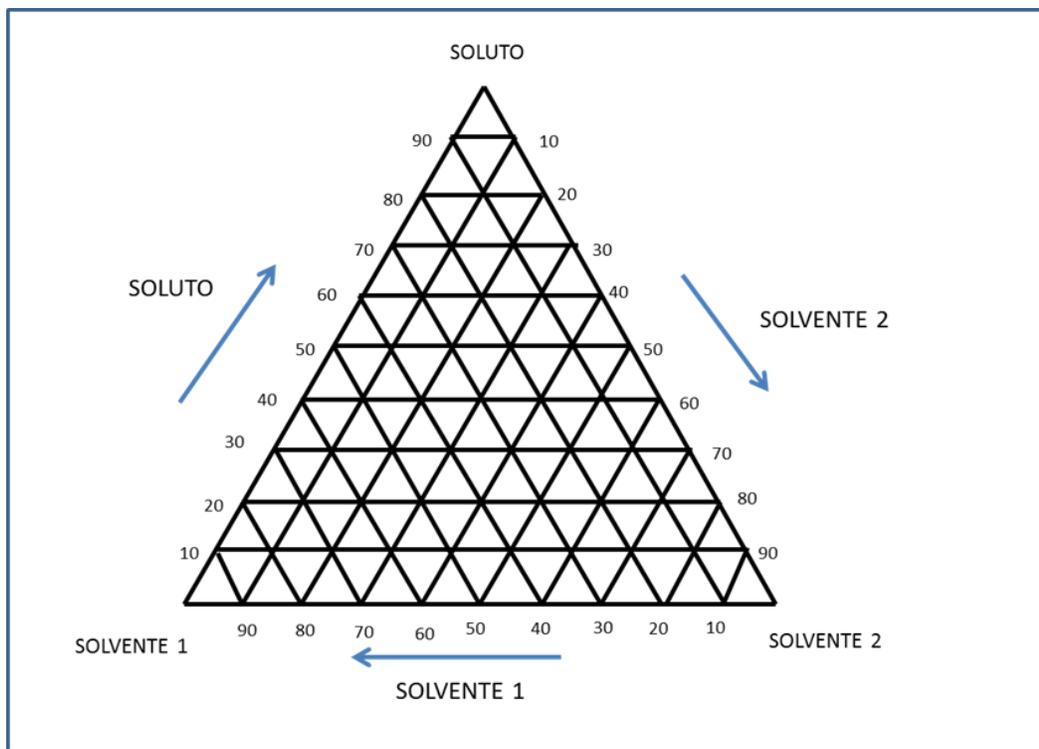
Fuente. Manual del Ingeniero de Perry.

<sup>6</sup> MARCILLA GOMIS, Antonio. Introducción a Las Operaciones de Separación. Contacto Continuo. Alicante: Universidad de Alicante, 1999. 61 p.

Se han ideado varios métodos para representar los diagramas ternarios los más comunes son:

**3.1.2.3 Triángulo equilátero.** Este diagrama se representa en un triángulo equilátero en el cual los vértices representan los componentes puros; sobre cada lado se ubica las mezclas binarias de los componentes que se encuentran en los vértices correspondientes a ese lado. Estos triángulos tienen la propiedad de que la suma de las tres alturas de un punto cualquiera es igual al a altura del triángulo que garantiza que cualquier punto del interior representa una mezcla ternaria.

**Figura 7.** Diagrama ternario triángulo equilátero.

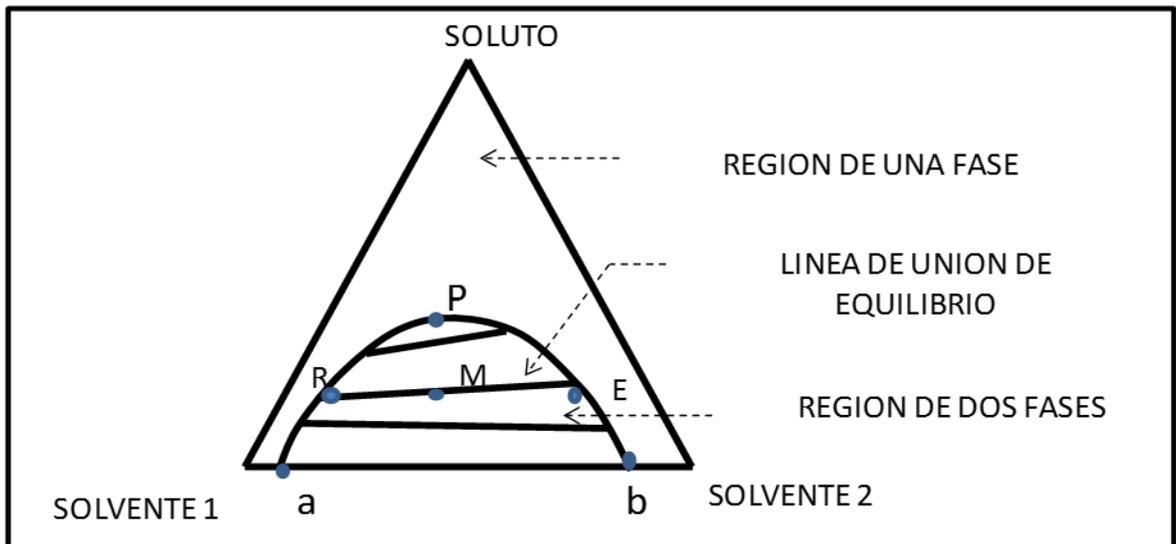


Las propiedades de este diagrama, que le hacen particularmente útil para los cálculos de extracción, son:

- Las mezclas cuyas composiciones corresponden a puntos sobre una recta paralela a un lado tienen concentración de los componentes situados en los otros dos vértices.
- Todos los puntos del segmento que une un vértice con un punto del lado opuesto representan mezclas de una misma relación constante entre las concentraciones de los componentes situados en los otros dos vértices.

- Cuando se agrega o se sustrae de una mezcla un componente u otra mezcla, el punto representativo de la composición final está en línea recta con los puntos representativos de los otros dos.

**Figura 8.** Diagrama binodal y líneas de reparto.

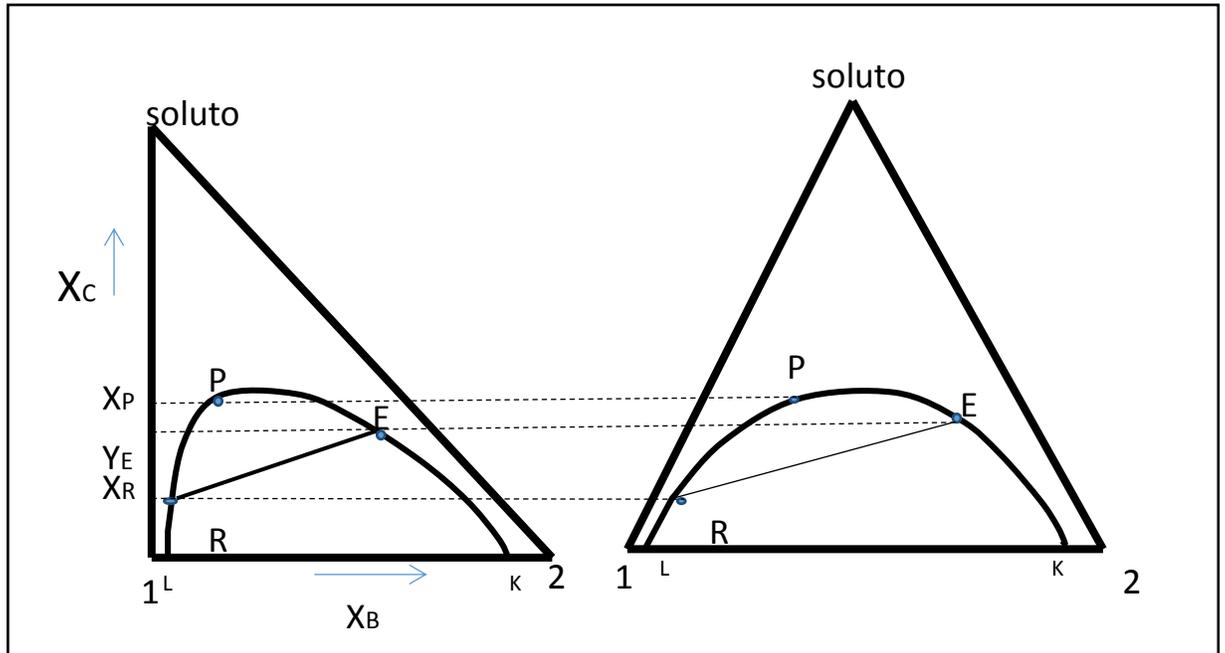


La curva  $apb$  representa la curva binodal, ésta nos indica el cambio en la solubilidad de las fases ricas en el disolvente 1 y en el disolvente 2 al agregar el soluto. Un punto fuera de esta curva será una disolución homogénea de una fase líquida. Un punto por debajo de la curva, como  $M$ , formará dos fases líquidas insolubles saturadas en composiciones en el equilibrio, indicadas por  $R$  (rico en el solvente 1) y  $E$  (rico en el solvente 2). La línea  $RE$  que une estas composiciones en el equilibrio es una línea de unión, que necesariamente debe pasar a través del punto  $M$  que representa la mezcla como un todo. Hay un número finito de líneas de unión que llamaremos líneas de reparto, en la región de dos fases, pero sólo se muestran unas cuantas. Rara vez son paralelas; por lo general, su pendiente cambia lentamente en una dirección, como se muestra.<sup>7</sup>

**3.1.2.4 Triangulo rectángulo.** Este diagrama se representa en un triángulo rectángulo en el cual se ubica en abscisas el componente (disolvente) y en las ordenadas el componente (soluto), podemos representar concentraciones en fracción molar o en peso.

<sup>7</sup> Op. Cit.

**Figura 9.** Diagrama representado en triángulo rectángulo. 1 y 2 son los disolventes.

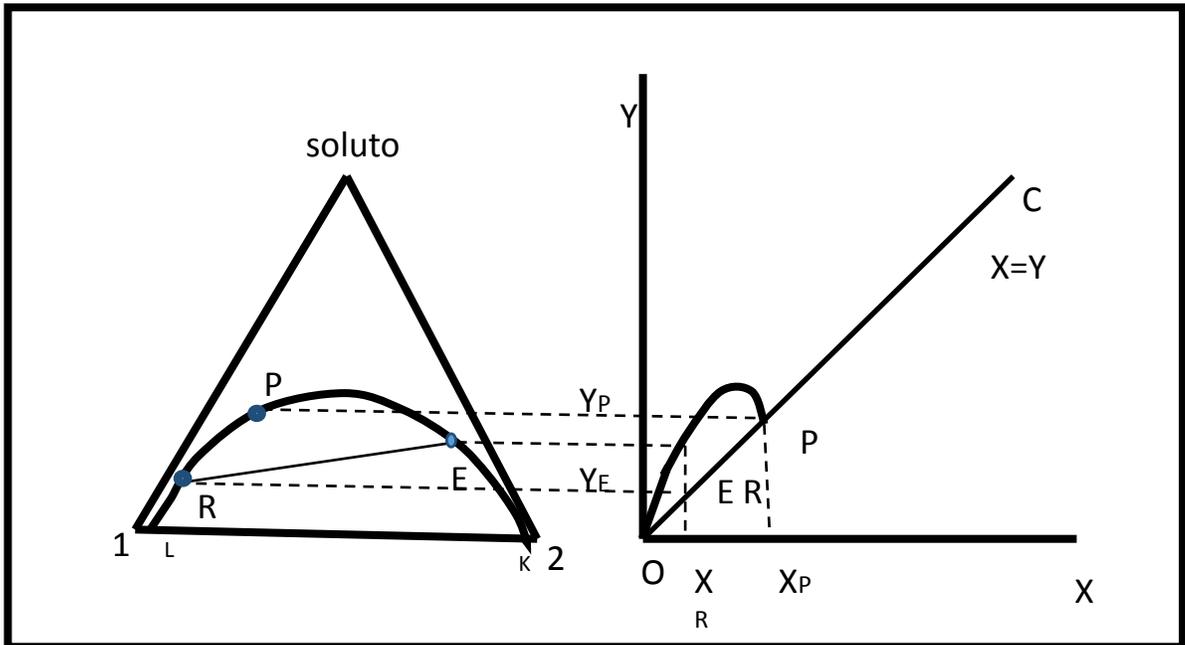


Este diagrama tiene las mismas características de un triángulo equilátero la ventaja sobre este es que se puede modificar las escalas de abscisas y ordenadas.

**3.1.2.5 Diagrama de distribución de equilibrio.** En este diagrama se representa en abscisas la composición porcentual del soluto en el refinado y en ordenadas la composición porcentual del soluto en el extracto en equilibrio con aquel, tomando ambas composiciones de los extremos de las líneas de reparto.

Este diagrama indica directamente la distribución del soluto en el extracto y en el refinado para todas las concentraciones; es muy útil para comparar el empleo de los distintos solventes en el proceso de extracción.

**Figura 10.** Diagrama de distribución de equilibrio.



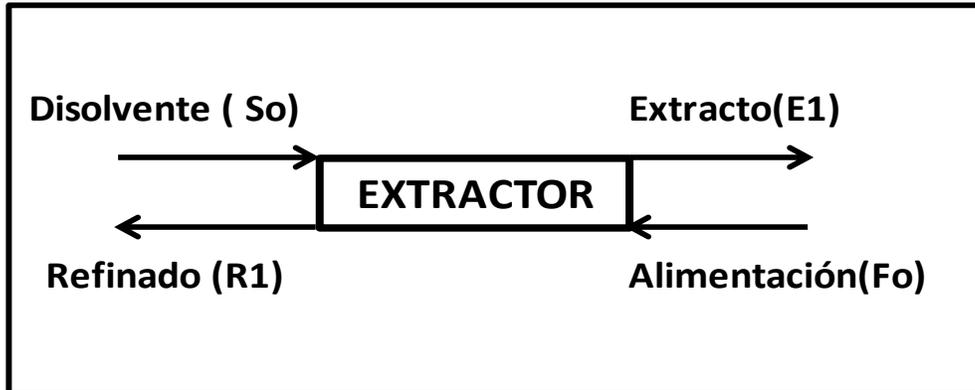
Existen otras formas más de representar los equilibrios de mezclas, pero para este caso en particular se utilizó el triángulo equilátero; por el fácil manejo que este presenta y su efectividad en cuanto al manejo.

### 3.2 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN LIQUIDO-LIQUIDO

La extracción líquido-líquido, al igual que la extracción sólido-líquido, también se puede realizar de diferentes maneras dependiendo de la forma como interactúen los disolventes con el soluto.

**3.2.1 Contacto sencillo.** Este proceso se realiza colocando en contacto todo nuestro disolvente con la alimentación, tendremos que las entradas serán iguales a las salidas, así sea en régimen estacionario o si la operación se realiza por cargas, ya que no debe haber ni acumulación ni generación de materia.

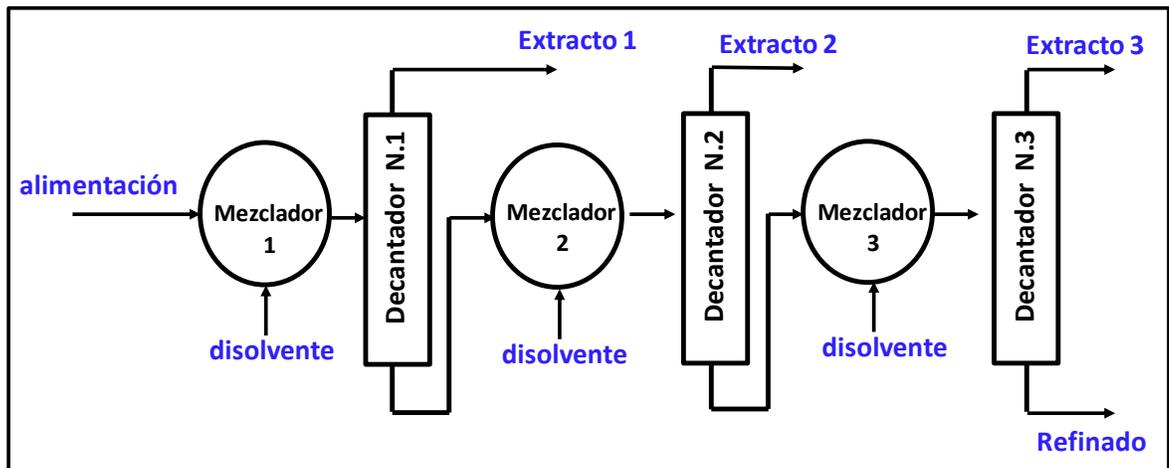
Figura 11. Diagrama de extracción en contacto sencillo.



En el diagrama anterior se muestra una extracción simple, donde se introduce una corriente  $F_o$ , de composición  $y_C$ , y se pone en contacto con una corriente  $S_o$  de composición  $x_{S_o}$ . La operación puede realizarse en continuo o por cargas y se obtendrán dos corrientes  $E_1$  y  $R_1$  de composición  $y_{C1}$  y  $x_{C1}$ .

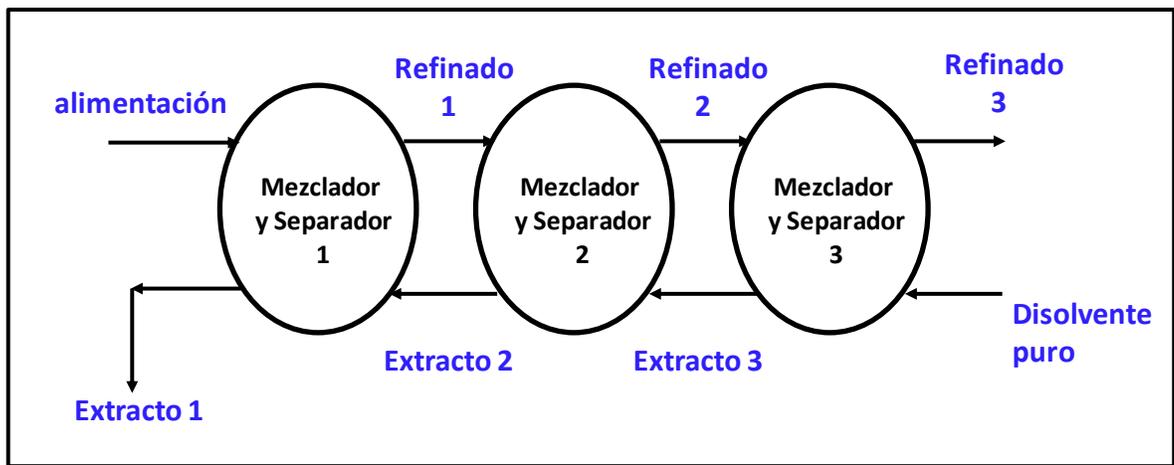
**3.2.1 Contacto múltiple en corriente directa.** Este método consiste en pasar el refinado procedente de la primera etapa, otra vez con disolvente nuevo; separándose nuevo extracto y refinado tantas veces como el número de etapas indique.

Figura 12. Diagrama de contacto múltiple en continuo



**3.2.3 Contacto múltiple en contra corriente.** En este proceso el alimento y el disolvente entran por extremos opuestos del sistema extractor de esta manera el refinado se va empobreciendo en soluto desde la primera hasta la última etapa, mientras que el extracto se va concentrando en soluto desde la última hasta la primera etapa. En este método la cantidad de solvente utilizado es mayor que en la corriente directa.<sup>8</sup>

**Figura 13.** Diagrama de contacto en contra corriente



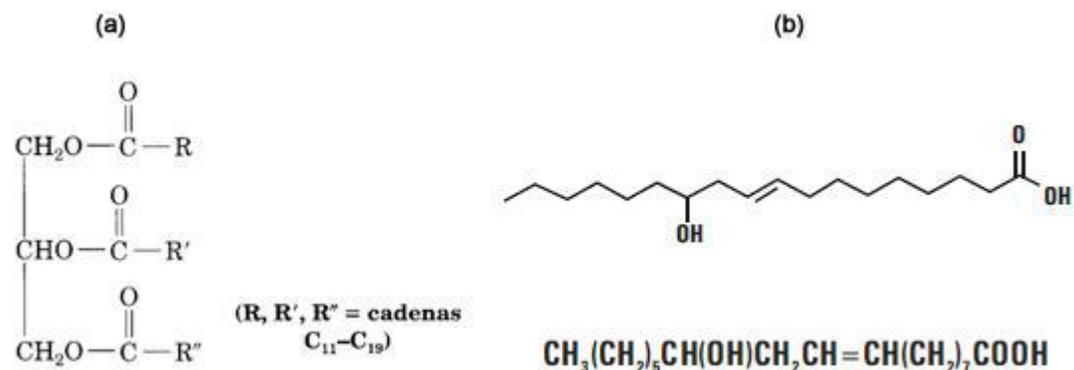
### 3.3 PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DE LOS COMPUESTOS UTILIZADOS

**3.3.1 Aceite de ricino.** El aceite de ricino es obtenido de las semillas de la higuera por eso en ocasiones es llamado aceite de higuera; es un líquido viscoso, amarillo pálido, no volátil, con un sabor blando. Tiene un olor característico, comparado con otros aceites vegetales no se pone rancio si no es sometido a calor excesivo.

Es un triglicérido, compuesto por una molécula de glicerol, con cada uno de los tres grupos hidroxilos esterificados con un ácido graso de cadena larga, su principal componente es el ácido ricinoleico, el cual se encuentra formando un triglicérido simple denominado triricinoleína, con casi una concentración del 90 % en peso.

<sup>8</sup> Op. Cit.

**Figura 14.** (a) estructura molecular de un triglicérido. (b) estructura molecular del ácido ricinoleico.



En la siguiente tabla, se muestran algunas características físico-químicas del aceite de ricino.

**Tabla 2.** Propiedades del aceite de Ricino.

PROPIEDAD	A.O.C.S.	British standard first quality.
Índice de acidez	4 Max.	4 Max.
Índice de yodo	81-91	82-90
Índice de saponificación	176-187	177-187
Gravedad específica a 25/25°C	0,945-0,965	---
Gravedad específica a 15,5 / 15,5°C	0,958-0,968	0,958-0,969
Índice de refracción a 40°C	1,466-1,473	---
Índice de refracción 25°C	1.473-1477	1,477-1,481
Viscosidad 20° C	ca. 9,5 - 11 dPa.s	---

**3.3.2 Etanol Absoluto.** El etanol absoluto es incoloro, viscoso y con un olor moderado; es un producto inflamable, no se debe almacenar o mezclar con oxidantes fuertes, tales como cloro líquido y oxígeno concentrado. No utilizarlo cerca ni almacenarlo cerca de llamas abiertas, calor o chispas. Se requiere ventilación adecuada para poder manipularlo. Es irritante de piel y vías respiratorias.

**Tabla 3.** Propiedades del etanol anhidrido.

Peso específico	0,79 @25°C/4°C
Solubilidad en Agua	Infinitamente Soluble
Punto de Fusión	-114°C (-173F)
Punto de Ebullición	78°C (172°F)

**3.3.3 Aceite vegetal de soja.** El aceite de soja es un aceite vegetal que procede del prensado de la soja (*Glycine max*). Este aceite es abundante en ácidos grasos poliinsaturados. El aceite de soja, resulta frecuentemente más equilibrado que el de oliva; ya que posee los ácidos grasos esenciales Omega 3 y Omega 6, por lo que es un buen complemento para dietas, en donde abundan carnes rojas y carbohidratos.

**Tabla 4.** Características Químicas del aceite de soja.

Parámetros	Mínimo	Máximo
Ácidos grasos libres (como ácido oléico), en %	--	0,05
Humedad y materia volátil, en %	--	0,05
Prueba fría a 273 (° C ) horas	5,5	--
Estabilidad en horas OSI a 110 ° C	6	--
Impurezas insolubles, en %	--	0,02
Materia insaponificable en %	--	1,0
Índice de refracción a 313 K (40 ° C) nD	1,466	1.470
Índice de saponificación mg KOH /g	189	195
Gravedad específica (20°C/agua 20 °C)	0,916	0,925
Jabón (como oleato de sodio) (ppm)	--	0
Índice de peróxido (meq/kg)	--	1,5
Fósforo (ppm)	--	4
Índice de Yodo	112	143
Color en escala Lovibond	--	20 Amarillo / 2.0 Rojo

Fuente. Aceites y Proteínas el Calvario S.A. de C.V. APEC S.A

**Tabla 5.** Características físicas del aceite de soya.

<b>Propiedad</b>	<b>Valor</b>
Gravedad específica a 25 °C	0.9175
Índice de refracción	1.4728
Refracción específica	0.3054
Viscosidad , centipoise a 25 ° C	50.09
Punto de solidificación ° C	-10 a -16
Calor específico cal/g a 19.7 ° C	0.458
Calor de combustión, cal/g	9.478
Punto de desprendimiento de gases °C	363
Punto de ignición espontánea ° C	363
Aspecto:	Claro y brillante a 21 – 29 ° C
Sabor (intensidad)	Suave a frijol
Olor ( intensidad )	Suave a frijol
Humedad y materia volátil (%)	0.05 máximo
Punto de humo ° C	234 mínimo
Prueba de frío (5.5 hrs mínimo)	Negativo
Temperatura ° C	32. máximo

Fuente. Aceites y Proteínas el Calvario S.A. de C.V. APEC S.A

## 4. METODOLOGÍA

### 4.1 UBICACIÓN Y SITIO DONDE SE INSTALÓ LA COLUMNA DE EXTRACCIÓN.

El diseño y construcción del equipo se llevó a cabo en la **Universidad Tecnológica de Pereira** (UTP), que es una universidad colombiana de carácter público (estatal), cuenta (de acuerdo con el boletín electrónico de indicadores publicado en el año 2014), con 17.613 estudiantes en los programas de pregrado y 1.265 en los de posgrado; cursando sus estudios en jornada diurna, nocturna y jornada en horario especial.

La U.T.P. se localiza en la vereda "La Julita", ubicada en el suroriente de la ciudad de Pereira, dentro del Área Metropolitana del Centro Occidente, con una población de aproximadamente 845.000 habitantes, está ubicada en un privilegiado sitio de la ciudad, y con un clima muy agradable entre los 15°C a 23°C, ya que se encuentra en una zona muy húmeda rodeado de bosques primarios y secundarios a una altura de 1560 msnm.

El equipo de extracción líquido-líquido, estará ubicado dentro de la universidad en la Escuela de Química, específicamente en el laboratorio de operaciones unitarias de la misma.

### 4.2 DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO (MONTAJE).

El equipo de extracción líquido-líquido, consta de una columna en vidrio pyrex con un diámetro de 2" pulgadas, esta rellena con esferas de vidrio, de 18 mm y de 25 mm, comprende varios accesorios en vidrio esmerilado a la entrada y a la salida de la columna (machos y hembras), además de tubos de entrada y salida en forma de L con dimensiones de 5cm\*5cm y con un diámetro de 3/8" de pulgada.

Para el soporte de la columna, se construyó una estructura en acero al carbono con las siguientes medidas y especificaciones; tiene una altura de 1.85 cm, ancho de 90 cm y de fondo 50 cm; con una lámina de hierro como soporte base, donde están ubicadas las bombas peristálticas dosificadoras y los tanques de almacenamiento.

Se cuenta con dos las bombas peristálticas dosificadoras con las siguientes referencias una es la bomba modelo 77200-62 Easy-Load II y la Bomba 2 modelo 77390-00 L/S® Cabezal de Manguera-PTF.

Estas son sus respectivas características para cada una de ellas:

**4.2.1 Bomba 1 modelo 77200-62 L/S® Easy-Load® II Cabezales de bombas.** El modelo Easy-Load II, tiene retenes automáticos para las mangueras que se sujetan positivamente y garantizan el desempeño del flujo y la vida útil de las mangueras. Los retenes también permiten que cada cabezal acepte varios tamaños de mangueras para un caudal más amplio y mayor versatilidad. Los cabezales de la bomba de oclusión fija ofrecen caudales altos a precios económicos; los modelos de oclusión ajustable son ideales para mayor presión y fuerza de succión.

**4.2.2 Bomba 2 modelo 77390-00 L/S® Cabezal de Manguera-PTFE.** Cuerpo de Aluminio anodizado y acetal; ensamble de rotor de acero inoxidable, bombea fluidos a presiones de hasta 6.9 bar; úselo en aplicaciones como filtración, inyección química y muestreo de gran pureza La manguera PTFE es la única parte que se moja, compatible con impulsores L/S que aceptan dos o más cabezales (1/10 hp min). Para mejores resultados, operarlo de 1 a 300 rpm

**4.2.3 Tanques de almacenamiento.** Se cuenta con dos recipientes plásticos cilíndricos, uno con una capacidad de 10 litros y el otro para 20 litros, en el de 10 litros se almacenará el agua, mientras que el de 20 litros contendrá la mezcla de etanol-mezcla de aceites (:ricino).

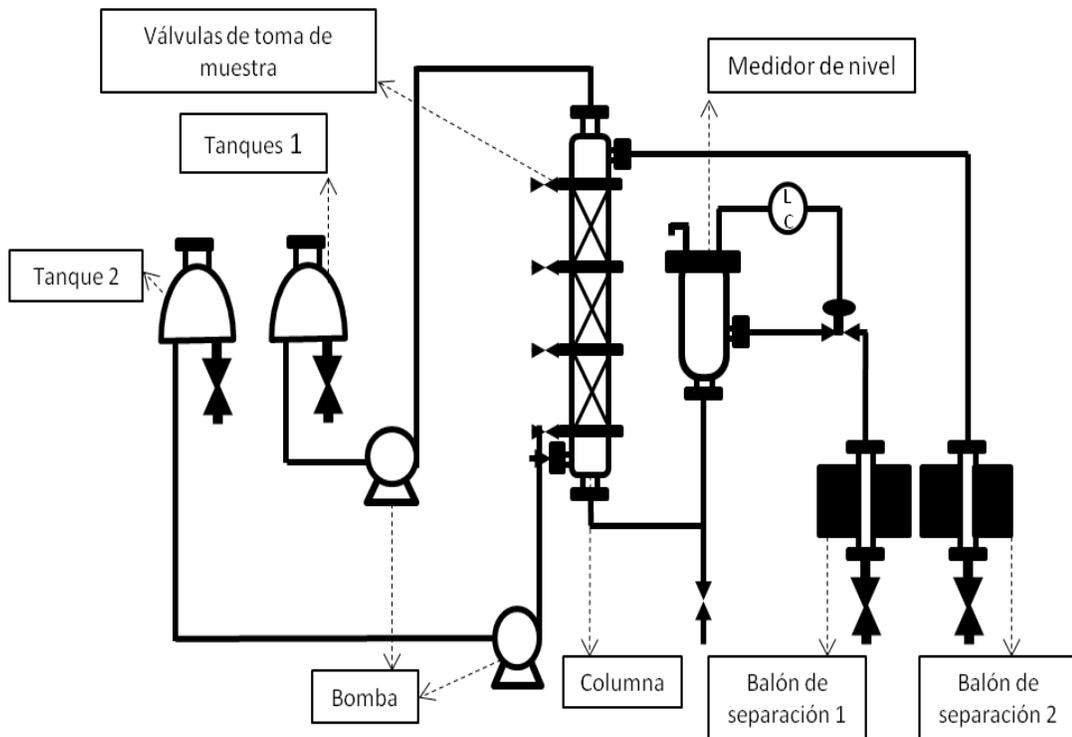
### **4.3 DISEÑO DEL EQUIPO**

El equipo se diseñó con base a modelos de referencia de extracción líquido-líquido comerciales y con flujos para laboratorio, también se utilizaron como referencia modelos de planta piloto.

Los procedimientos que se realizaron en este proyecto y con el fin de ejecutar el diseño y construcción del equipo de extracción líquido-líquido a pequeña escala, se describen a continuación:

**4.3.1 Se diseñó el equipo de extracción líquido-líquido.** Utilizando la bibliografía encontrada, se diseñó un equipo que será de gran utilidad en la escuela, para mejorar el aprendizaje de los alumnos en la operación unitaria de extracción líquido- líquido, se diseñó una columna de extracción en vidrio pyrex, el cual es de gran resistencia a solventes y permitirá a los estudiantes observar el proceso. La columna la construyeron en la empresa Walter Velasco S.A.S, ubicada en la ciudad de Cali, con los planos que se enviaron al fabricante como se muestran en el anexo. Ver Anexo 2.

**Figura 15.** Esquema del equipo de extracción líquido-líquido



4.3.2 Elaboración de los planos de la estructura soporte. El soporte para el equipo, se diseñó con las siguientes dimensiones: 1.85 metros de alto, por 0.90 metros de ancho por 0.50 metros de fondo; las cuales son adecuadas para un equipo de extracción líquido-líquido a pequeña escala con una columna de 1 metro de altura. Ver Anexo 3.

4.3.3 Construcción de soporte. Se construyó la estructura soporte del equipo de extracción líquido-líquido, en la empresa Variedades Siglo XXI S.A.S, ubicado en la calle 27N° 7-55, la estructura se realizó en acero al carbono para mayor durabilidad, y se pintó de color negro.

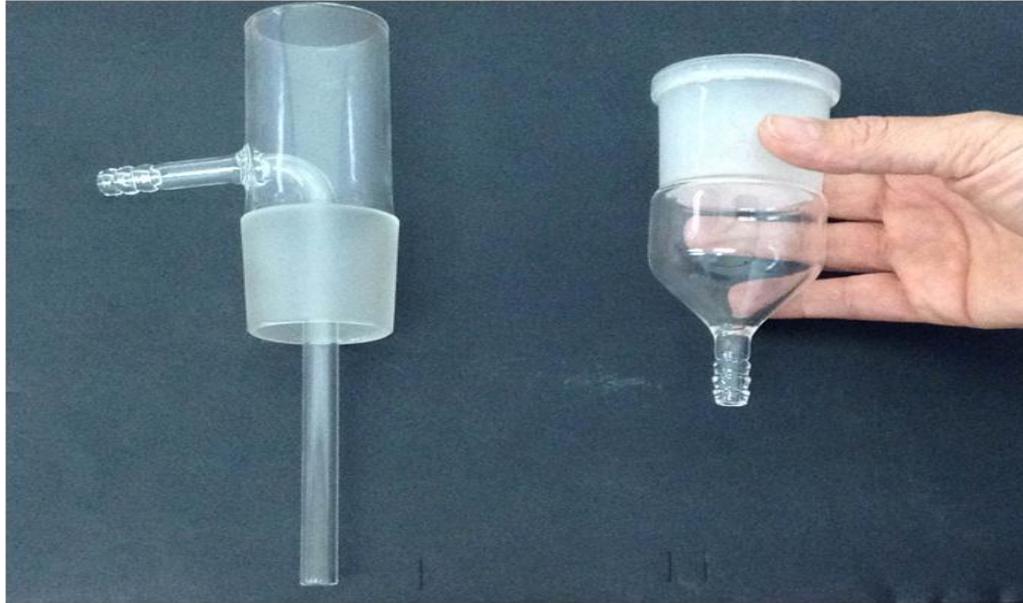
4.3.4 Ensamblaje del equipo de extracción líquido-líquido. Se hizo el ensamblaje de las partes ya adquiridas con todas las especificaciones y medidas de aseguramiento necesarias, para el correcto montaje y desarrollo de las prácticas, además que se elaboró un medidor de nivel manual en vidrio. El cual está constituido por un embudo de separación invertido, conectado con una manguera directamente a la columna, mediante el cual se mantendrá el nivel de las fases y de dicha forma se permitirá el contacto necesario entre ellas y su posterior separación. También este embudo nos permite recolectar la fase pesada que

salen por la parte inferior del equipo. Tenemos en el equipo otro embudo para la recolección de la fase liviana que sale por la parte superior de la columna.

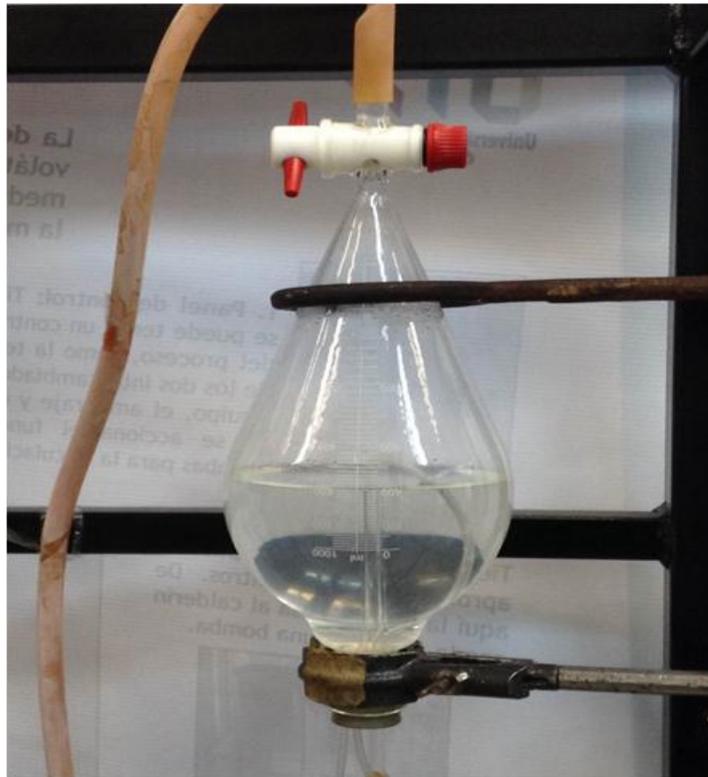
**Figura 16.** Columna de extracción liquido- líquido.



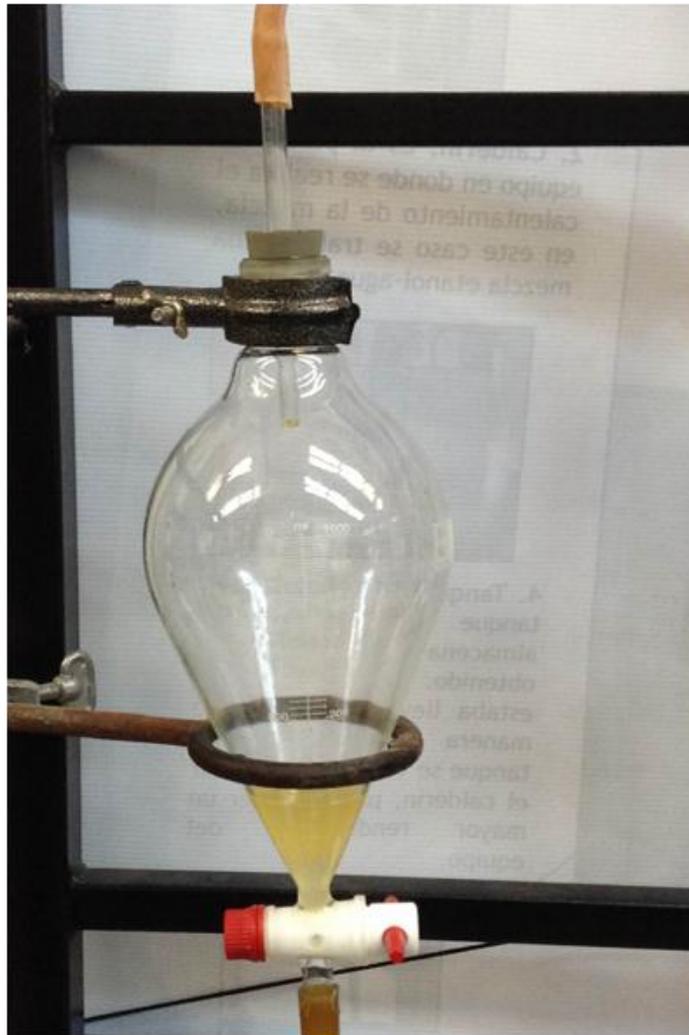
**Figura 17.** Accesorios para entrada y salida de fase pesada.



**Figura 18.** Medidor de nivel



**Figura 19.** Colector del refinado



**4.3.5 Elaborar una plantilla con las instrucciones de manejo del equipo.** La plantilla de operación, fue elaborada para la orientación del manejo del equipo, esta fue hecha de acuerdo las diversas pruebas realizadas, donde se llevó a cabo el mejor el proceso de extracción con los caudales correspondientes, tanto para el líquido pesado, como para el liviano que contiene el soluto a extraer. Estas instrucciones se realizaron lo más claro y preciso posible; para que cualquier persona pueda operar la columna. Contiene indicaciones precisas e imágenes aclaratorias. Ver Anexo 1.

**Figura 20.** Montaje de la columna.



4.3.6 Obtención de la curva binodal y líneas de reparto. Para la elaboración y construcción del diagrama ternario para la mezcla, etanol-mezcla de aceites (mezcla 40:60 en peso de aceite vegetal y de ricino) -agua, se procedió a construir los parámetros de obtención de la curva binodal del sistema; donde se realizaron los procedimientos, para ver el comportamiento y aceptación, tanto del agua como de la mezcla de aceites, al estar en contacto con el etanol en diferentes proporciones. El procedimiento a realizar fue el siguiente:

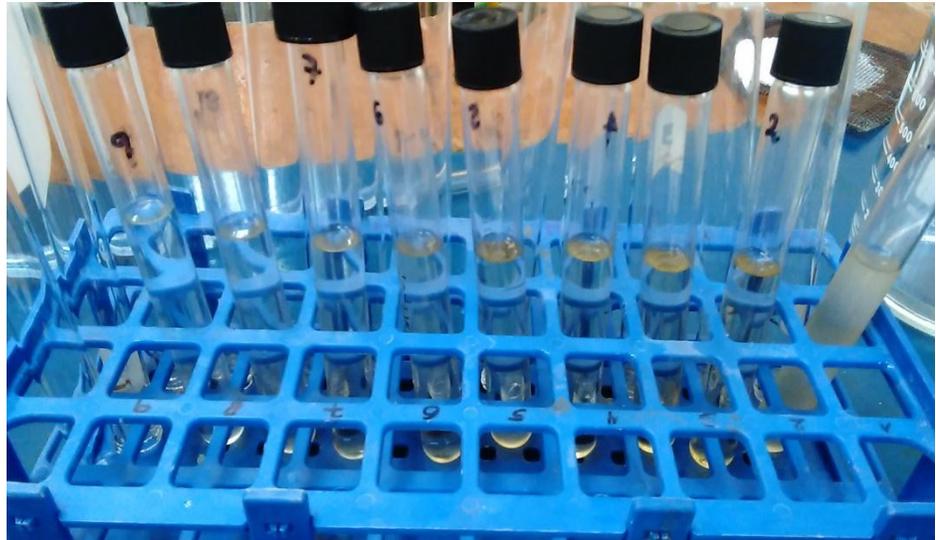
**4.3.7 PARTE 1 Titulación con la mezcla 40-60 de aceites vegetal y de ricino.**

Se prepararon 10 tubos de ensayos con tapa lavados y secos, luego se pesaron vacíos, con ayuda de una balanza tipo analítico de marca *precisa XT220A*; se procedió a colocar en cada tubo las proporciones de etanol y agua, se homogenizaba la solución por medio de agitación manual, luego se procedía a tarar la balanza para empezar agregar gota a gota la mezcla de aceite en porcentaje peso-peso (40:60), hasta formar el punto de niebla lo que nos indica la formación de las dos fases, en cada uno de los respectivos tubos, procediendo a tabular la cantidad de aceite que se consumía en cada caso.

**Tabla 6.** Titulación con mezcla de aceites

Tubo	Masa etanol (g)	Masa agua (g)	Masa mezcla aceites (g)
1	0	10,0021	0,0227
2	1,0245	9,0142	0,0658
3	2,0012	8,0201	0,1102
4	3,0227	7,0764	0,1303
5	4,0654	6,1047	0,1626
6	5,0184	5,0921	0,1910
7	6,0116	4,0361	0,2413
8	7,0016	3,0244	0,2483
9	8,0629	2,1049	0,2599
10	9,1028	1,0233	0,2698

**Figura 21.** Tubos de ensayo utilizados en la titulación con aceite.

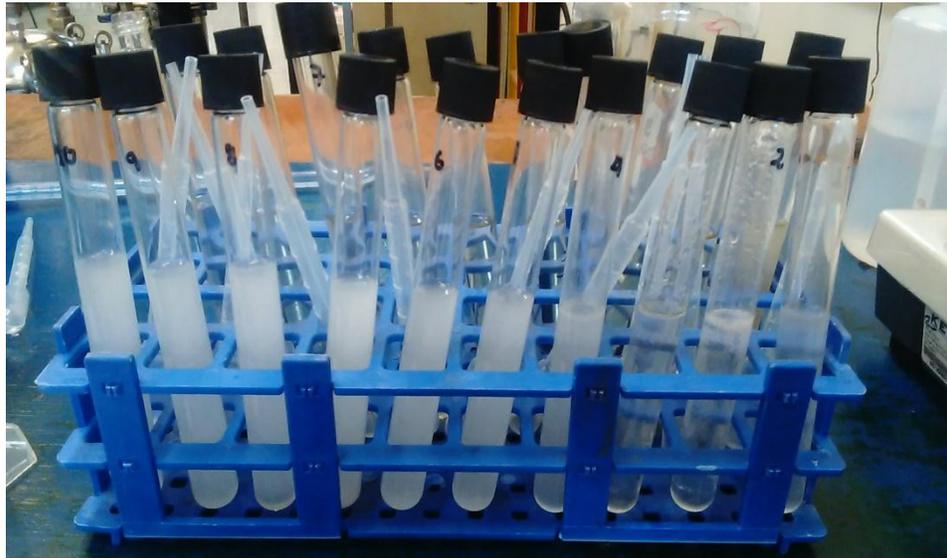


**4.3.8 PARTE 2 Titulación con agua.** Se prepararon 10 tubos de ensayos con tapa lavados y secos, luego se pesaron vacíos, con ayuda de una balanza tipo analítico de marca *precisa XT220A*; se procedió a colocar en cada tubo las proporciones de etanol y la mezcla de aceites en porcentaje peso-peso (40:60), se homogenizaba la solución por medio de agitación manual, luego se procedía a tarar la balanza para empezar agregar gota a gota el agua, hasta formar el punto de niebla lo que nos indica la formación de las dos fases, en cada uno de los respectivos tubos, procediendo a tabular la cantidad de agua que se consumía en cada caso.

**Tabla 7.** Titulación con agua

Tubo	Masa mezcla aceite (g)	Masa etanol (g)	Masa de agua (g)
1	10,0081	0	0,2588
2	9,0075	1,0229	0,2470
3	8,0204	2,0214	0,2393
4	7,0403	3,0194	0,2362
5	6,0349	4,0251	0,2037
6	5,0025	5,1143	0,1422
7	4,1202	6,2381	0,0738
8	3,0067	7,0061	0,0481
9	2,0169	8,0118	0,0319
10	1,1726	9,1343	0,0835

**Figura 22.** Tubos de ensayo para la titulación con agua.



**Figura 23.** Balanza analítica utilizada durante el trabajo.



Para la construcción de la líneas de reparto, se prepararon 9 beaker, donde se depositaron proporciones diferentes de la mezcla de aceite, etanol y agua respectivamente, esto con el fin de formar dos fases, luego se dejaron en agitación durante 3 y por ultimo 48 horas en reposo, para obtener una mejor separación de la fase acuosa y la fase oleica en cada uno de beaker.

**Figura 24.** Muestras para obtención de líneas de reparto



**4.3.9 Metodología para encontrar la binodal y líneas de reparto en un sistema ternario agua- etanol y mezcla de aceites vegetal y de ricino (40:60).** Se empleó la metodología utilizada en la tesis de maestría de Enio Gomes de Azevedo Rocha<sup>9</sup>

Empleado las técnicas de la picnometría y refractometría, encontramos las densidades e índices de refracción, para cada una de las fases formadas en los beaker, comparando con las curvas de calibración respectivas, encontramos la concentración del etanol en cada una de las fases que se presentaron.

Para la preparación de las curvas se prepararon un total de nueve muestras, con 10 gramos que cada uno, en diferentes concentraciones de una mezcla

<sup>9</sup> GOMES DE AZEVEDO ROCHA, Enio. Estudo do equilíbrio líquido-líquido nos sistemas ternários biodiesel de óleo de palma + etanol + glicerina e biodiesel de óleo de palma + etanol + água. Tesis Postgrado en Ingeniería Química : Universidade Estadual de Campinas, 2012. 134 p

compuesta de mezcla de aceites y etanol (proporciones de etanol con una variación de 10 a 90% m/m, en relación con la mezcla de aceites).

Posteriormente, cada solución homogénea obtenida se tituló con agua, hasta ver una turbidez en la mezcla (punto de niebla). Una vez que esta turbidez permaneció por más de 3 minutos, se considera que la composición de la mezcla coincidió con el punto de equilibrio y se pesó la masa de agua añadida al sistema.

La segunda parte de la curva binodal, rica en agua, fue construida siguiendo la misma metodología anterior, la adopción de diferentes concentraciones de agua y etanol (etanol con proporciones que van desde 10 hasta 90% m/m, con respecto a la agua). Más tarde cada solución homogénea obtenida fue titulada con la mezcla de aceites, siguiendo el mismo procedimiento y pasos de la valoración con agua.

A cada una de las fases se le tomo densidad e índice de refracción, muestra por muestra para observar el comportamiento que tenían, cuando la cantidad de etanol iba aumentando con respecto al otro componente.

Para la determinación de las líneas de reparto se obtuvieron un total de hasta nueve diferentes muestras con fracciones bien definidas y composición situado en la zona de miscibilidad del diagrama ternario. Basado en la concentración de cada componente identificado para cada uno de los puntos obtenidos, las masas respectivas de etanol, mezcla de aceites y agua se pesaron directamente en un beaker. Después de 3 horas de agitación con los agitadores magnéticos, a una temperatura de 25° C. El sistema posteriormente fue puesto en reposo durante 48 horas a temperatura ambiente (tiempo suficiente para la total separación de las dos fases).

Después del tiempo indicado de reposo, se procedió a tomar alícuotas de cada una de las dos fases que se formaron en cada uno de los beaker; los cuales contenían las mezclas mencionadas. A las cuales se les midió el índice de refracción y la densidad de cada una de las fases formadas y con los datos de densidades e índice de refracción obtuvimos las concentraciones del soluto en cada una de ellas y de dicha forma se trazaron las líneas de reparto.

## 5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Al estudiar la necesidad que tenían los estudiantes de la escuela de tecnología química, de la universidad de tecnológica de Pereira, se decidió construir una columna de extracción líquido-líquido a pequeña escala, que les permitiera visualizar el proceso de extracción; se obtuvo como conclusión que las mejores dimensiones para la columna, que facilitaran llevar a cabo un buen proceso, eran: una longitud de 1 metro y 2 pulgadas de diámetro; el material adecuado para la construcción era en vidrio de referencia pyrex por su gran resistencia y el cual permite observar el proceso, lo cual lo hace más didáctico, al lograr no perder de vista la interacción que ocurre entre los diferentes solventes que se utilicen en el proceso.

Para determinar el equilibrio del sistema líquido-líquido de etanol-mezcla aceites-agua, trabajado a temperatura ambiente ( $23 \pm 1$  °C) y presión de 645 mm Hg, se realizaron soluciones de etano-agua y etanol-mezcla de aceites a diferentes porcentajes en peso.

Las técnicas a utilizar serán picnometría y refractometría de mezclas insolubles de etanol en agua y en una mezcla de aceites vegetal y de ricino % en peso (40:60), y correlacionar los valores al equilibrio mediante un diseño experimental para la correspondencia de los datos experimentalmente obtenidos. El método de picnometría se utilizará para evaluar el volumen total de mezcla del solvente mixto y así también con el índice de refracción, la relación con respecto a la concentración de las especies químicas presentes en el trabajo experimental.

Obtención de las concentraciones másicas, índice de refacción y densidad de cada una de las titulaciones para la posterior construcción de la línea binodal del sistema ternario en estudio. Donde se hicieron 10 muestras en proporciones (0-10, 1-9, 2-8, 3-7, 4-6, 5-5, 6-4, 7-3, 8-2, 9-1) en masa de etanol-agua respectivamente. Para la tabla siguiente fueron las mismas proporciones (0-10, 1-9, 2-8, 3-7, 4-6, 5-5, 6-4, 7-3, 8-2, 9-1) pero intercambiando los solventes por etanol-mezcla de aceites vegetal y de ricino (40:60).

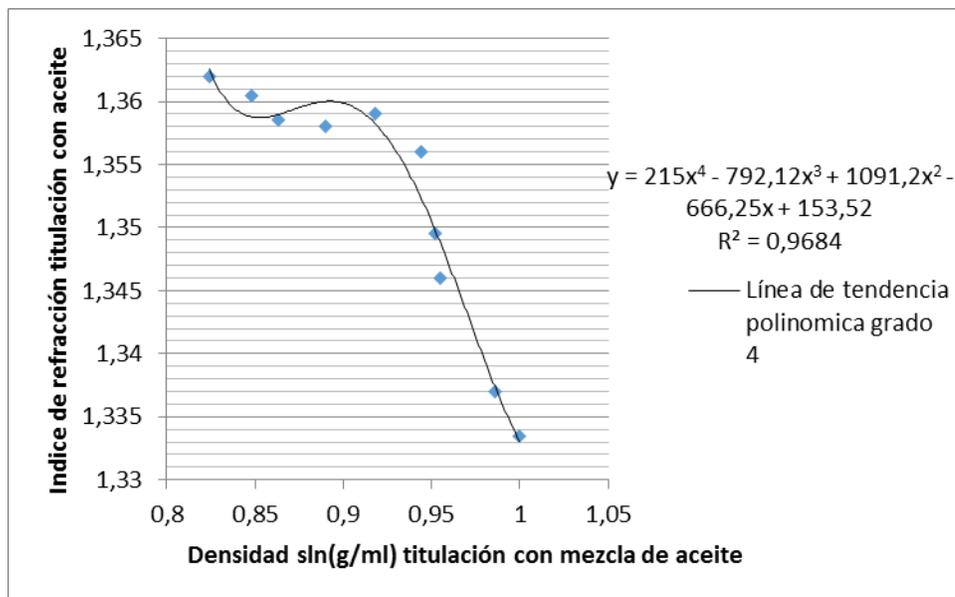
Datos tabulados

**Tabla 8. Resultados obtenidos en la titulación con aceite**

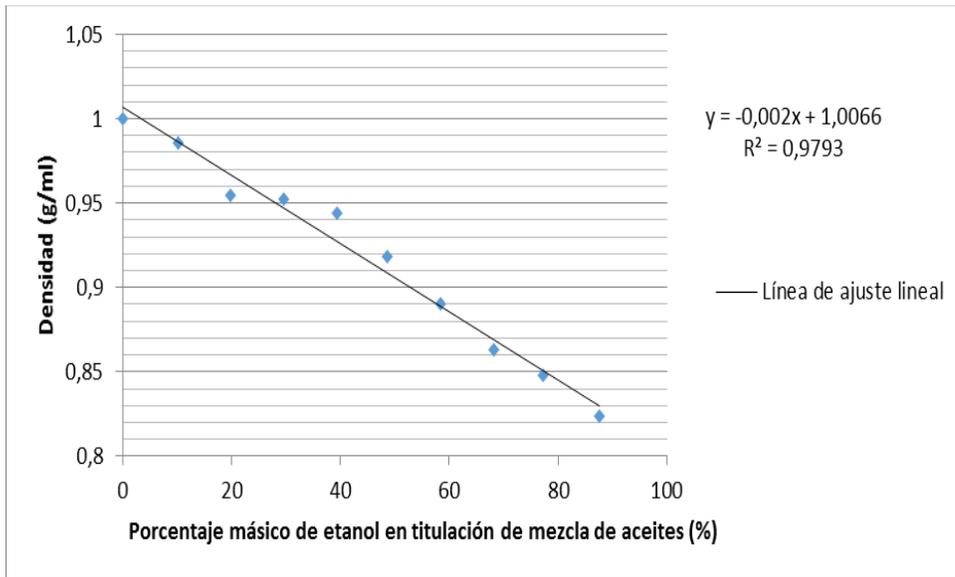
Titulación con aceite					
Muestra	% masico de etanol	%masico mezcla de aceites	% másico de agua	Densidad de sln.	Indice de refracción
1	0	0,23	99,77	1	1,3335
2	10,14	0,65	89,21	0,986	1,337
3	19,75	1,09	79,16	0,955	1,346
4	29,55	1,27	69,18	0,952	1,3495
5	39,34	1,58	59,08	0,944	1,356
6	48,72	1,85	49,43	0,918	1,359
7	58,4	2,4	39,2	0,89	1,358
8	68,15	2,41	29,44	0,863	1,3585
9	77,32	2,49	20,19	0,848	1,3605
10	87,56	2,6	9,84	0,824	1,362

## TITULACIÓN CON MEZCLA DE ACEITES

**Gráfico 1. Índice de refracción vs Densidad**

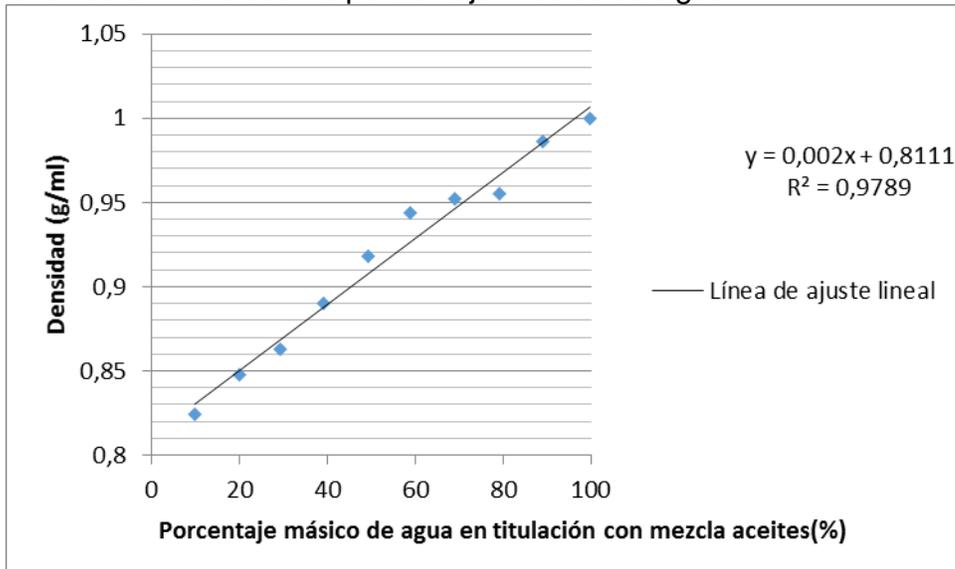


**Gráfico 2. Densidad vs porcentaje másico**

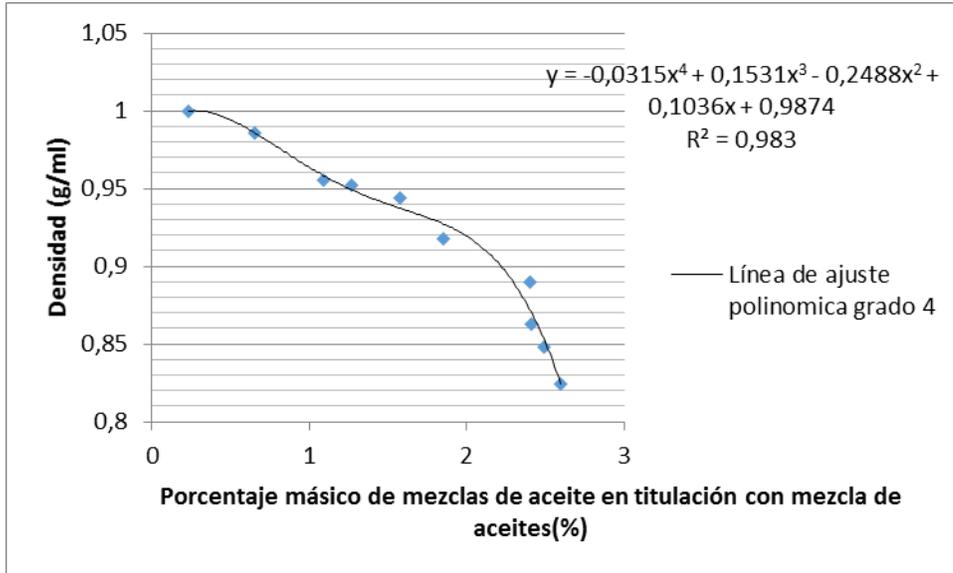


ico de etanol

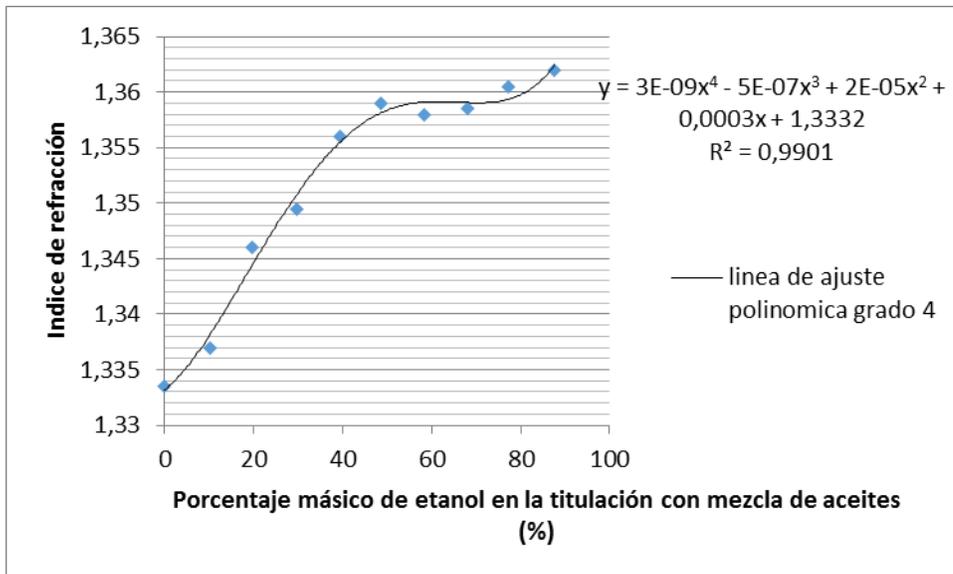
**Gráfico 3. Densidad vs porcentaje másico de agua**



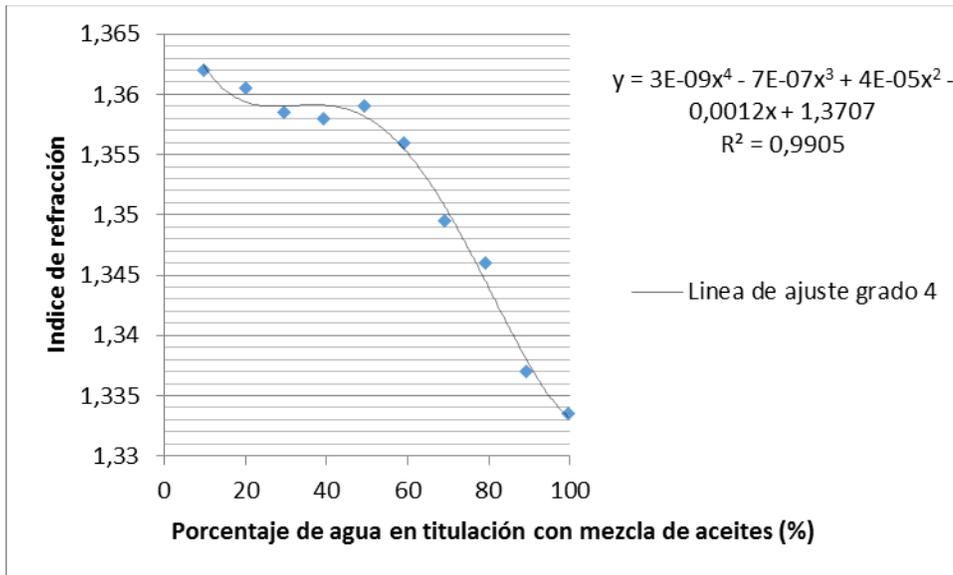
**Gráfico 4.** Densidad vs porcentaje másico mezcla de aceites.



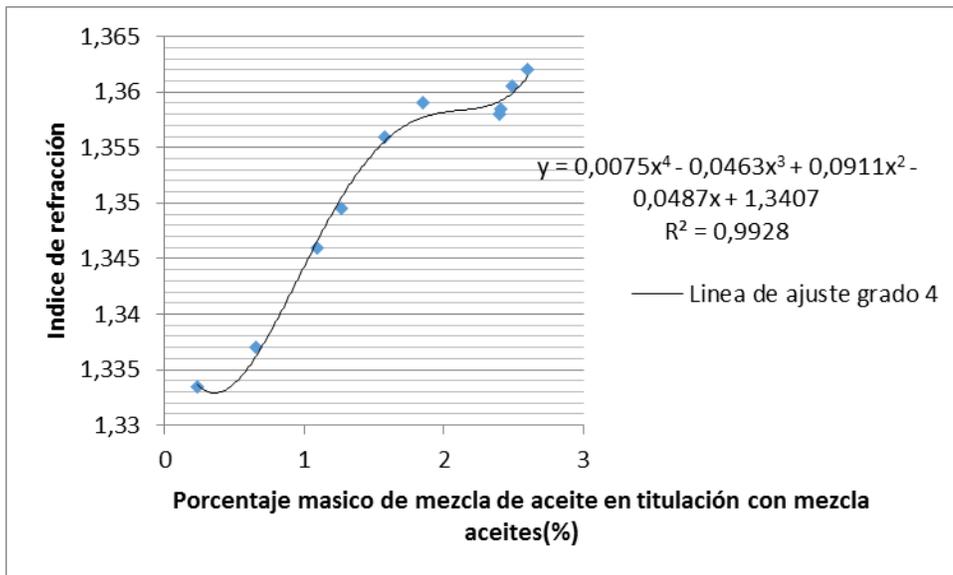
**Gráfico 5.** Índice de refracción vs porcentaje másico de etanol



**Gráfico 6.** Índice de refracción vs porcentaje másico de agua.



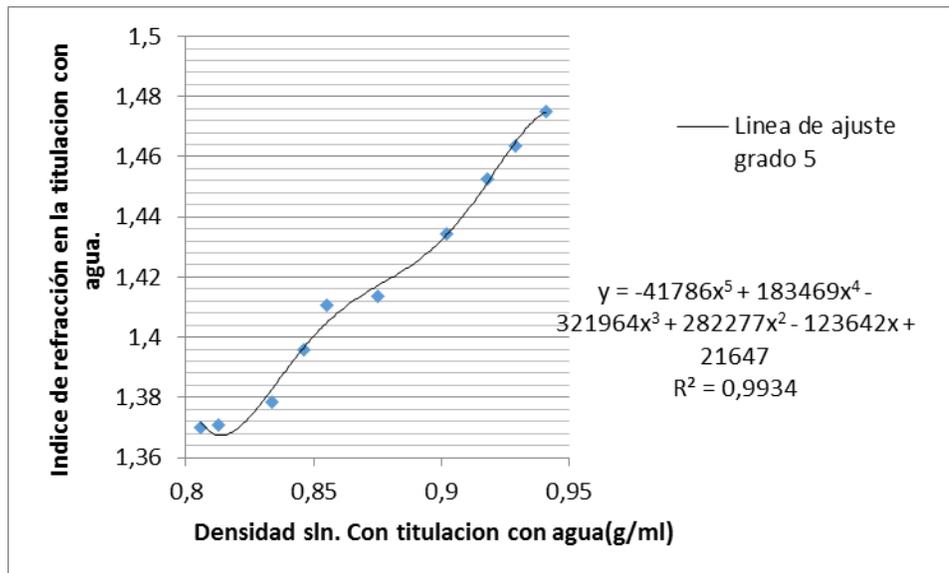
**Gráfico 7.** Índice de refracción vs porcentaje másico de mezcla de aceites



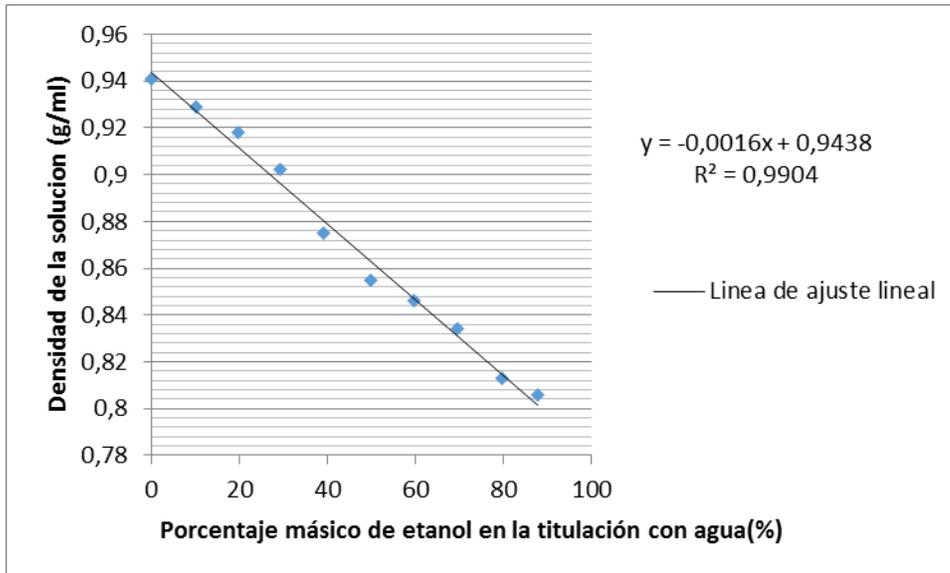
**Tabla 9.** Resultados obtenidos en la titulación con agua

Titulación con agua					
Muestra	% masico de etanol	% másico de mezcla de aceites	% másico de agua	Densidad de sln.	Indice de refracción
1	0	97,48	2,52	0,941	1,475
2	9,95	87,64	2,41	0,929	1,4635
3	19,66	78,01	2,33	0,918	1,4525
4	29,33	68,38	2,29	0,902	1,4345
5	39,22	58,79	1,99	0,875	1,4135
6	49,85	48,76	1,39	0,855	1,4105
7	59,8	39,5	0,7	0,846	1,396
8	69,64	29,89	0,47	0,834	1,3785
9	79,64	20,05	0,31	0,813	1,371
10	87,91	11,29	0,8	0,806	1,37

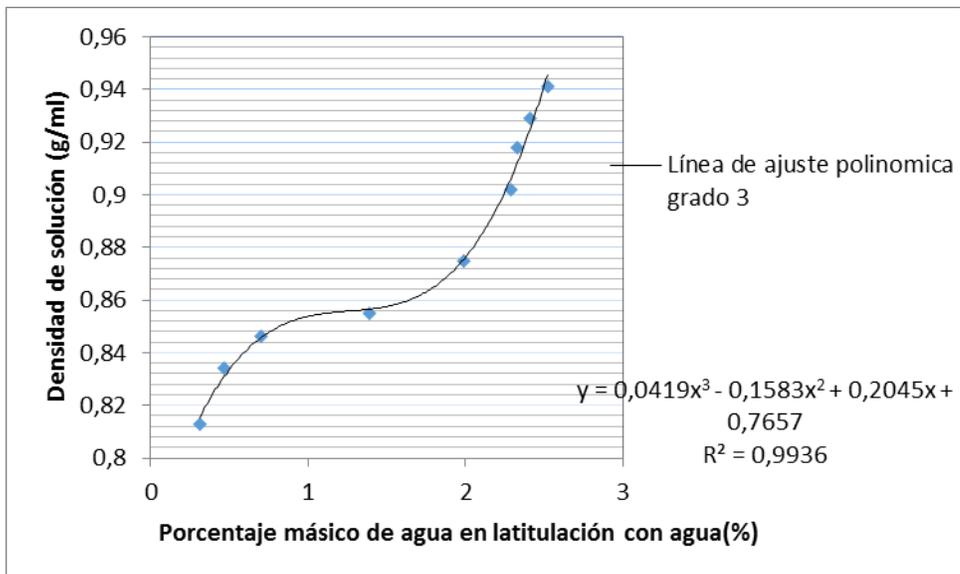
**Gráfico 8.** Índice de refracción vs Densidad



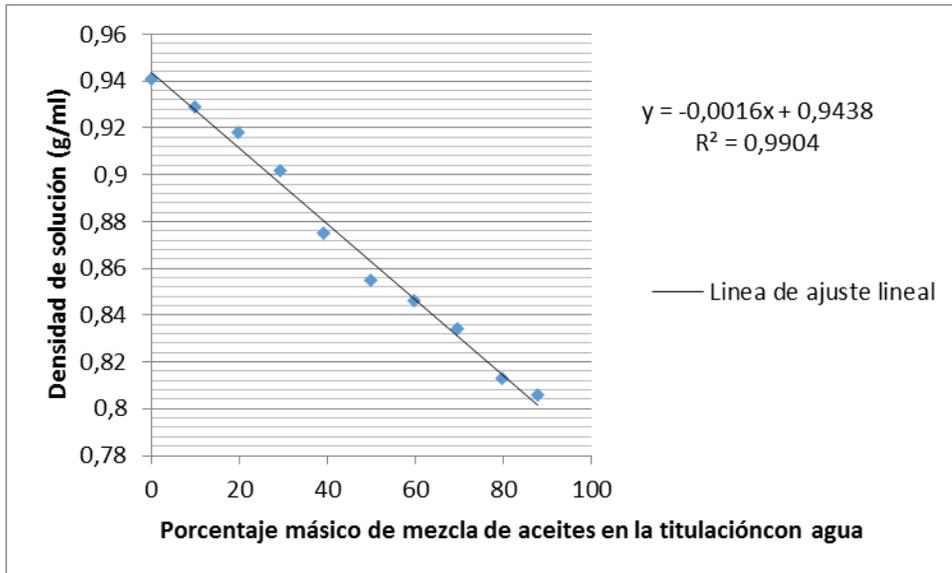
**Gráfico 9.** Densidad vs porcentaje másico de etanol



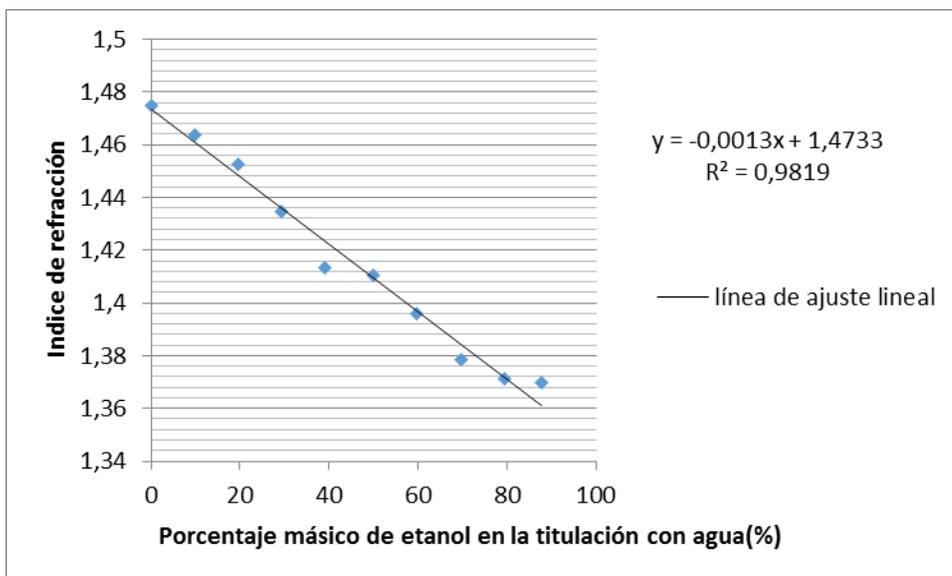
**Gráfico 10.** Densidad vs porcentaje másico de agua



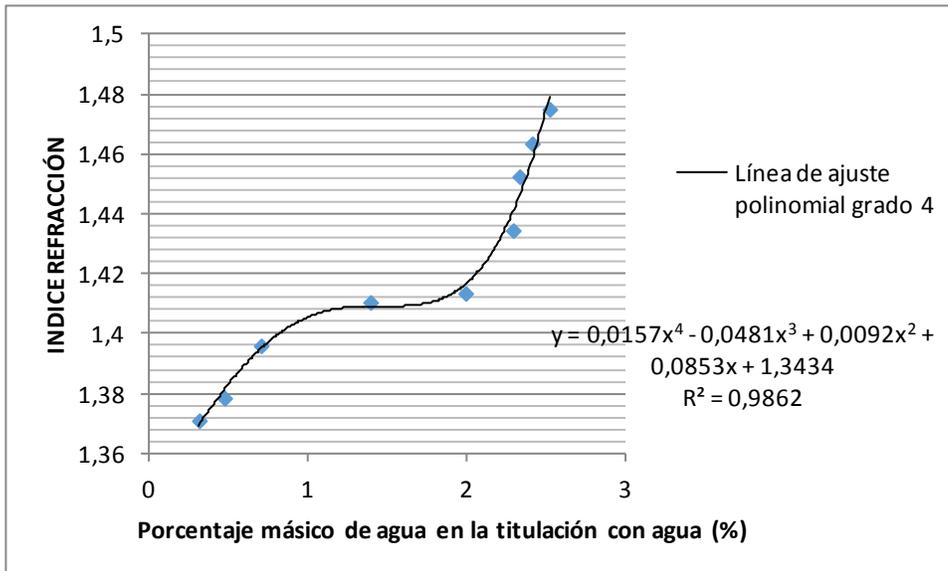
**Gráfico 11.** Densidad vs porcentaje másico de mezcla de aceites



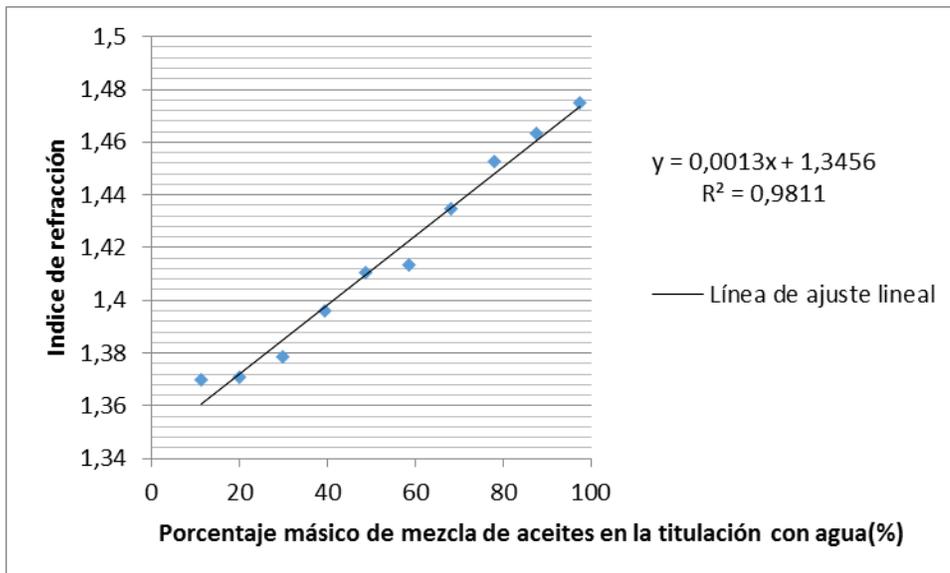
**Gráfico 12.** Índice de refracción vs porcentaje másico de etanol



**Gráfico 13.** Índice de refracción vs porcentaje másico de agua



**Gráfico 14.** Índice de refracción vs porcentaje mezcla de aceites



Se determinaron las curvas de correlación para la densidad e índice de refracción en función de la composición porcentual en peso para cada serie de mezclas binarias de etanol-agua titulada con la mezcla de aceites y etanol-mezcla de aceites titulados con agua a la temperatura analizada. Observar de la Gráfica 1 - 14.

Con los datos de los pesos de las soluciones de etanol-agua y etanol-mezcla de aceites obtenidos experimentalmente a  $23 \pm 1$  °C por medio del método de picnometría, se realizó la determinación de las densidades de las soluciones respectivas las cuales sirvieron para la obtención de las concentraciones reales de porcentaje en peso de las soluciones. A partir de éstas concentraciones y los índices de refracción medidos experimentalmente por medio del método de refractometría se realizaron curvas de correlación.

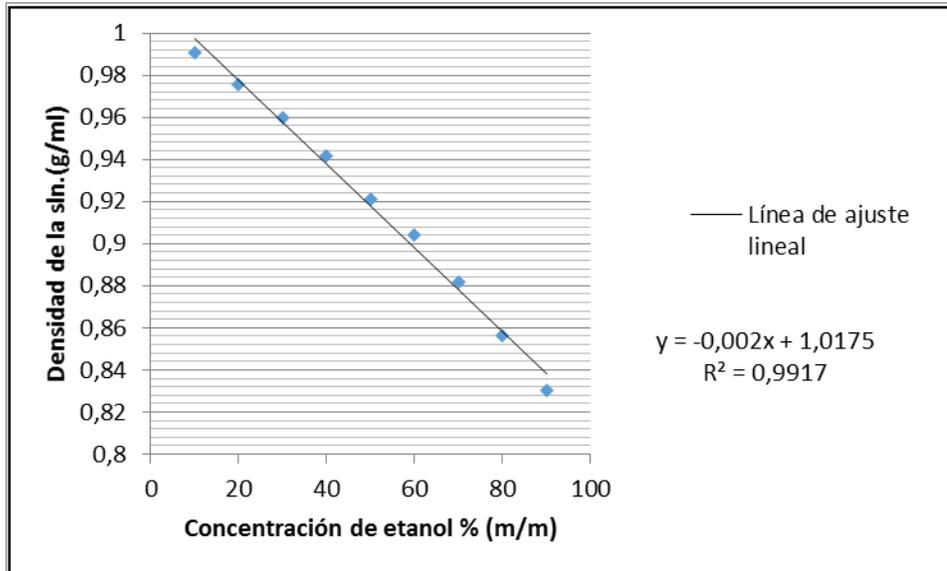
Con los datos obtenidos del volumen adicionado en la titulación de las distintas soluciones se procedió a determinar la composición porcentual de las mezclas ternarias; con estos resultados se hizo la representación de la curva binodal del sistema a la temperatura analizada.

#### Mezclas Binarias de Etanol-Agua y Etanol-Mezcla de aceites

**Tabla 10.** Mezcla binaria etanol agua

Densidad etanol-agua	
Concentración % (m/m)	Densidad (g/ml)
0,00	0,999
10,0402	0,9909
20,1159	0,9755
30,0423	0,9599
40,1269	0,9416
50,1129	0,9208
60,1790	0,9042
70,0528	0,8814
80,0426	0,856
90,0052	0,83
100,01	0,7912

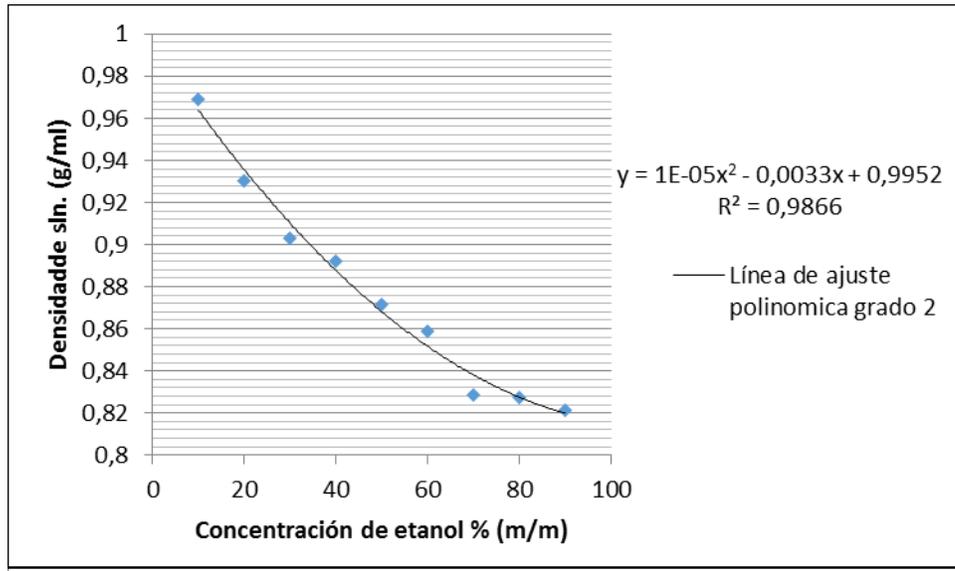
**Gráfico 15.** Densidad Vs Concentración de etanol en agua



**Tabla 11.** Mezcla binaria etanol mezcla de aceites

Densidad etanol-mezcla aceites	
Concentración %(m/m)	Densidad (g/mL)
0,00	0,9506
10,0589	0,931
20,0480	0,91
30,0065	0,885
40,0038	0,876
50,0094	0,858
60,0123	0,841
70,0386	0,827
80,0046	0,813
90,0136	0,806
100,002	0,7912

**Gráfico 16.** Densidad vs Concentración de etanol en la mezcla de aceites



En las dos tablas 10 y 11 se puede observar el comportamiento que tienen las mezclas al ir aumentando la concentración másica de etanol en cada una de ellas, viéndose reflejada en los valores que se obtiene tanto para la densidad como para el índice de refracción.

Ese comportamiento de los datos se puede ver en la gráfica 15 y 16, con una tendencia lineal en los datos, reflejándose q tiene un comportamiento inversamente proporcional, porque a medida que se incrementa la concentración másica del etanol, va disminuyendo la densidad de la solución, acercándose cada más a la densidad del etanol.

Datos tabulados y obtenidos para determinación de las líneas de reparto

**Tabla 12.** Datos obtenidos para las líneas de reparto

Datos tabulados de obtención líneas de reparto		
% de Etanol- mezcla-H <sub>2</sub> O	Fase Oleica porcentaje másico de Etanol	Fase Acuosa porcentaje másico de Etanol
5:45:50	0	9,126
10:45:45	2,51	17
15:40:45	10,05	19,22
30:30:40	16,1	42,44
45:30:25	27	58,3

Se determinó el  $K$  o coeficiente de reparto para cada una de las líneas de reparto encontradas.

**Tabla 13.** Coeficientes de reparto

Datos del coeficiente de reparto en las mezclas ternarias etanol-agua-mezcla de aceites vegetal: ricino porcentaje en masa (40:60) a la temperatura de 24 °C						
% Etanol	% Mezcla de aceites	% Agua	Concentración etanol fase acuosa	Concentración etanol fase oleica	K	K
5	45	50	0	9,126	0	Ind.
10	45	45	2,51	17	0,148	6,77
15	40	45	10,5	19,216	0,546	1,83
30	30	40	16,7	42,44	0,393	2,54
45	45	25	29	61,31	0,473	2,11

Con los valores obtenidos de  $K$  nos damos cuenta que se requiere menos solvente para separar el etanol del aceite que si quisiéramos introducir el etanol con el agua y retirarlo con aceite ya que los valores obtenidos son mayores que la unidad.

**Figura 25.** Líneas de reparto diagrama ternario etanol-mezcla aceites-agua

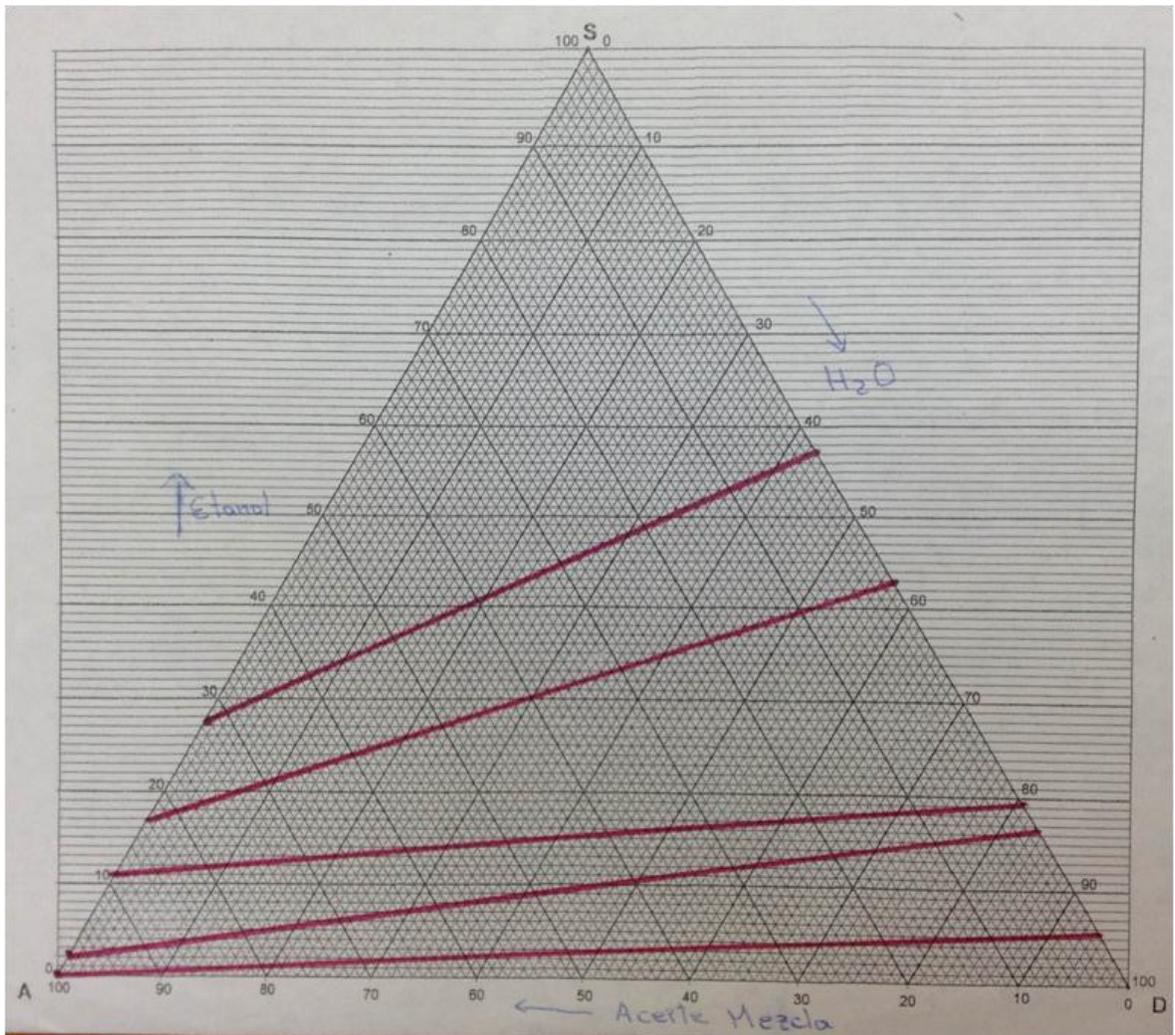
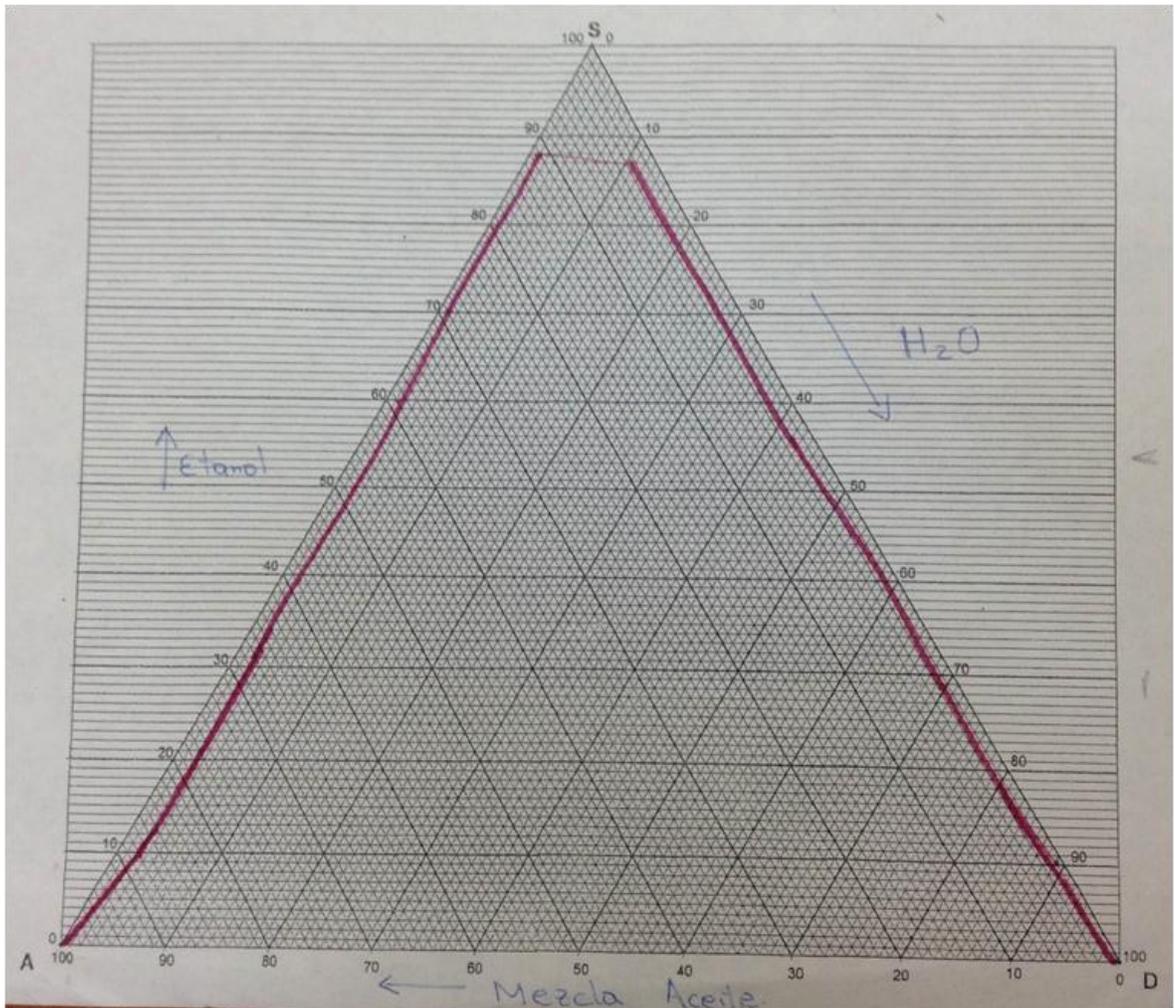


Figura Diagrama ternario con las líneas de reparto, obtenidas en bases a los datos tabulados en la tabla

Figura 26. Diagrama ternario con la curva binodal



Luego, se proyectaron los puntos de cada línea de unión en cada fase desde el diagrama triangular hacia la curva de distribución obtenida. Los porcentajes de etanol en agua se localizan en la curva de distribución al igual que los porcentajes de etanol en la mezcla de aceites. El punto de pliegue se calculó cuando la curva de distribución se intercepta, debido a que en este punto el porcentaje de etanol en la mezcla de aceites es igual al porcentaje de metanol en agua. Este punto se proyecta a la gráfica triangular, para obtener la composición de la mezcla ternaria que indica el punto de solubilidad límite.

## 6. CONCLUSIONES

- En los resultados obtenidos se observó que hay una mayor afinidad del agua con el etanol que con la mezcla de aceite, esto lo observamos en las gráficas del sistema ternario.
- Es importante para que haya una correcta fluidez en el proceso de extracción líquido-líquido, cuando se tengan solventes muy pesados o viscosos como en el caso del aceite de ricino; es necesario que el relleno de la columna no sea muy pequeño para que de dicha forma, el flujo pueda atravesar de forma más dinámica a través de la columna, evitando que se aglomere en la parte inferior de la columna.
- El aceite de ricino como disolvente puro en la columna que se diseñó, no puede actuar solo, por tiene una densidad muy alta, y esto le impide ascender en la columna fácilmente; por ello utilizamos una mezcla de vegetal: ricino en porcentaje en peso-peso (40:60); para conservar la propiedad del aceite de ricino que disuelve al etanol y tener también la propiedad de menor densidad del aceite vegetal.
- Al aumentar la concentración de etanol en las mezclas terciarias, se ve una disminución en la densidad y en el índice de refracción en ambas titulaciones bien sea con la del aceite o con el agua. Lo que nos indica que estas magnitudes tienen una relación inversamente proporcional con la concentración del etanol en la mezcla.
- El sistema analizado de etanol-mezcla de aceites vegetal: ricino % (m/m) (40:60): agua; puede ser utilizado para realizar una extracción ya que se logró obtener la binodal y líneas de reparto, lo que nos indica que hay una interacción entre el etanol y el aceite y entre el mismo y el agua.

## 7. RECOMENDACIONES

- Se recomienda hacer otros estudios con el sistema etanol-mezcla de aceites-agua, en otras concentraciones de mezcla de aceites, para ver el comportamiento de la curva binodal en el sistema y de los sistemas binarios etanol-mezcla de aceites y etanol-agua.
- Si se va a continuar trabajando con aceite buscar la manera de hacerle un pretratamiento bien sea para su posterior reutilización o desecho, y de dicha forma evitar el vertimiento directo.
- Realizar ensayos con otros solventes y verificar con cual se da mejor el proceso de extracción en la columna.

## BIBLIOGRAFÍA

ACEITES Y PROTEÍNAS EL CALVARIO S.A. de C.V. APEC S.A., 2016. Consultado el 1 de Junio de 2016. <URL: <http://www.apecsacv.com/>>

CABRALES RODRÍGUEZ, Roberto, MARRUGO NEGRETE, José Luis y CAREAS, S. Rendimiento en semilla y análisis de calidad de aceite de higuera. informe final. Córdoba : Universidad de Córdoba. Grupo de investigación Agronomía. GAQAA (Química), 2010. 57 p.

DÍAZ FULGAN, Nancy Karina. Generación de datos experimentales a nivel de metanol-biodiesel-agua en equilibrio líquido-líquido a temperatura ambiente y 640 Mm Hg Laboratorio, que permitan caracterizar el sistema metanol-biodiesel-agua líquido-líquido a temperatura ambiente y 640 Mm. Tesis Ingeniero Químico. Guatemala : Universidad de San Carlos de Guatemala. Escuela de Ingeniería Química, 2010. 213 p.

GOMES DE AZEVEDO ROCHA, Enio. Estudo do equilíbrio líquido-líquido nos sistemas ternários biodiesel de óleo de palma + etanol + glicerina e biodiesel de óleo de palma + etanol + água. Tesis Postgrado en Ingeniería Química : Universidade Estadual de Campinas, 2012. 134 p.

MARCILLA GOMIS, Antonio. Introducción a Las Operaciones de Separación. Contacto Continuo. Alicante: Universidad de Alicante, 1999. 61 p.

OCÓN GARCÍA, Joaquín y Gabriel ROJO BARREIRO. Problemas de ingeniería química : Operaciones básicas Tomo II. España: Aguilar, 1982.

OMEGA PERU S.A. *Omega Perú S.A. OPESA*. 2016 Consultado el 1 de Junio de 2016. URL: <[http://www.omegaperu.com.pe/catalogo/bombas\\_peristalticas/files/assets/basic-html/page9.html](http://www.omegaperu.com.pe/catalogo/bombas_peristalticas/files/assets/basic-html/page9.html)>.

PERRY, Robert H., GREEN, Don W. y MALONEY, James O. Perry manual del ingeniero químico. Trads. Fernando Raúl Corral García y Pedro Adolfo Delgado Maldonado. México: McGraw-Hill Interamericana, 1992. 6. vol.

VALER GÓMEZ, Fabrizio. Columna de extracción líquido - líquido : diseño y análisis del funcionamiento del equipo. Escuela profesional de ingeniería química. Laboratorio de control de procesos, 2009. 44 p.

## ANEXOS

### Anexo 1. Instrucciones de manejo de la columna de extracción líquido-líquido

1. Verificar que los tanques estén llenos con los respectivos solventes

Figura 1. Tanques de almacenamiento de solventes.



2. Verificar que las bombas estén conectada en flujo cero.

Figura 2. Bombas peristálticas.



3. Encender la bomba que impulsa el agua a la columna

Figura 3. Bomba para impulsar el agua.



4. Llenar la columna con el agua hasta el nivel de las canicas

Figura 4. Columna de extracción líquido-líquido.



5. El flujo con el que se opera la bomba que impulsa el agua es de 4,1674 kg/h



6. Una vez el nivel del agua sea estable, se ajusta manualmente.

Figura 5. Columna de extracción líquido-líquido llena de agua



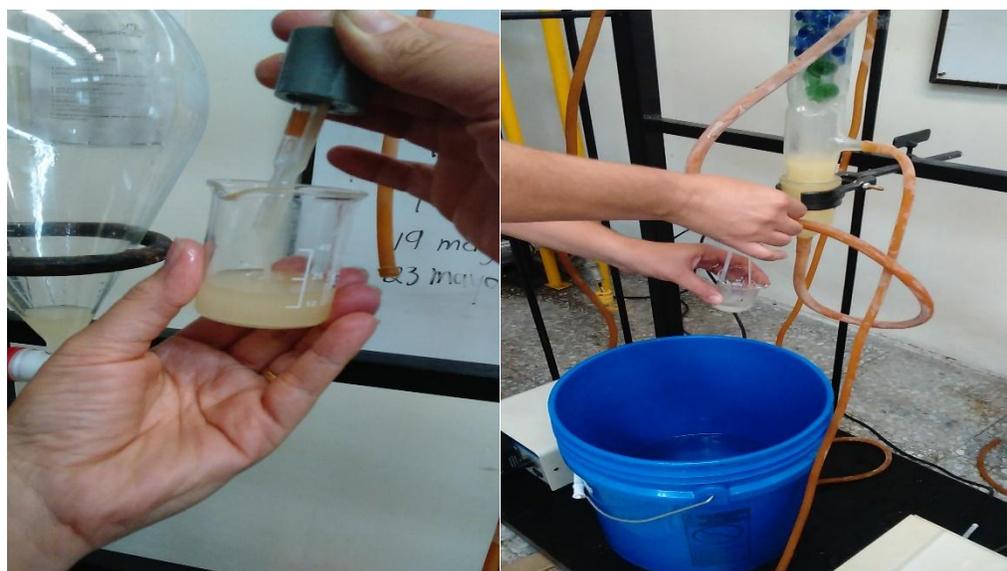
7. Se enciende la bomba que contiene el alimento, hasta que formen las dos fases y empieza el proceso de extracción. El flujo para esta bomba es el máximo a 3,573 kg/h

Figura 6. Bomba para alimento.



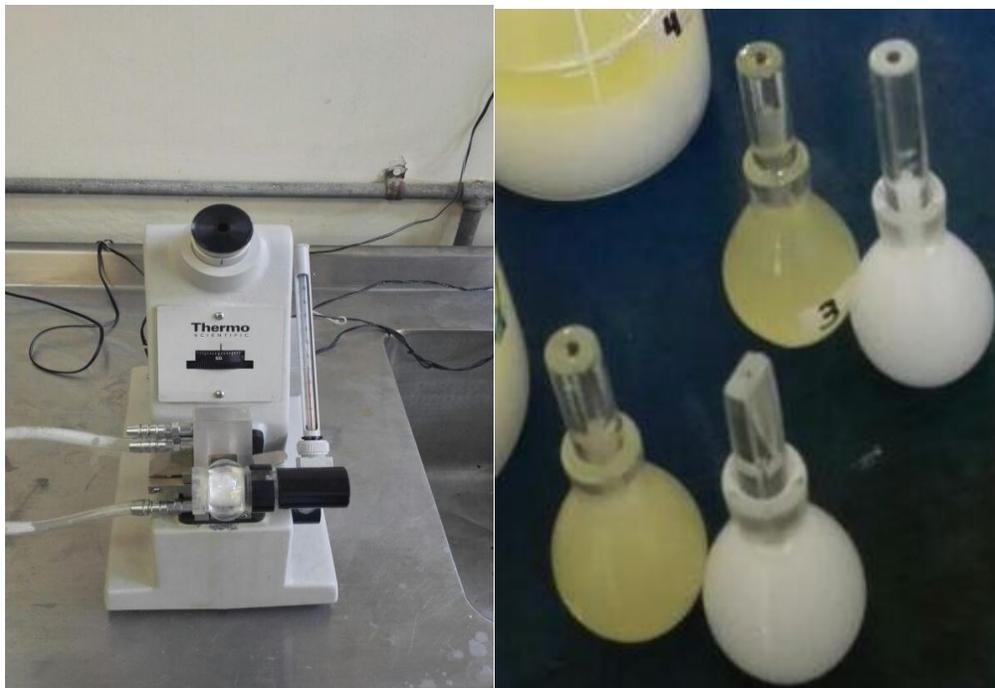
8. Cuando el proceso esté en marcha, estar pendiente para recoger el extracto y el refinado

Figura 7. Toma de muestras.



9. Una vez obtenidas las muestras tomar la densidad e índice de refracción.

Figura 8. Refractómetro a la izquierda. Picnómetros a la derecha.



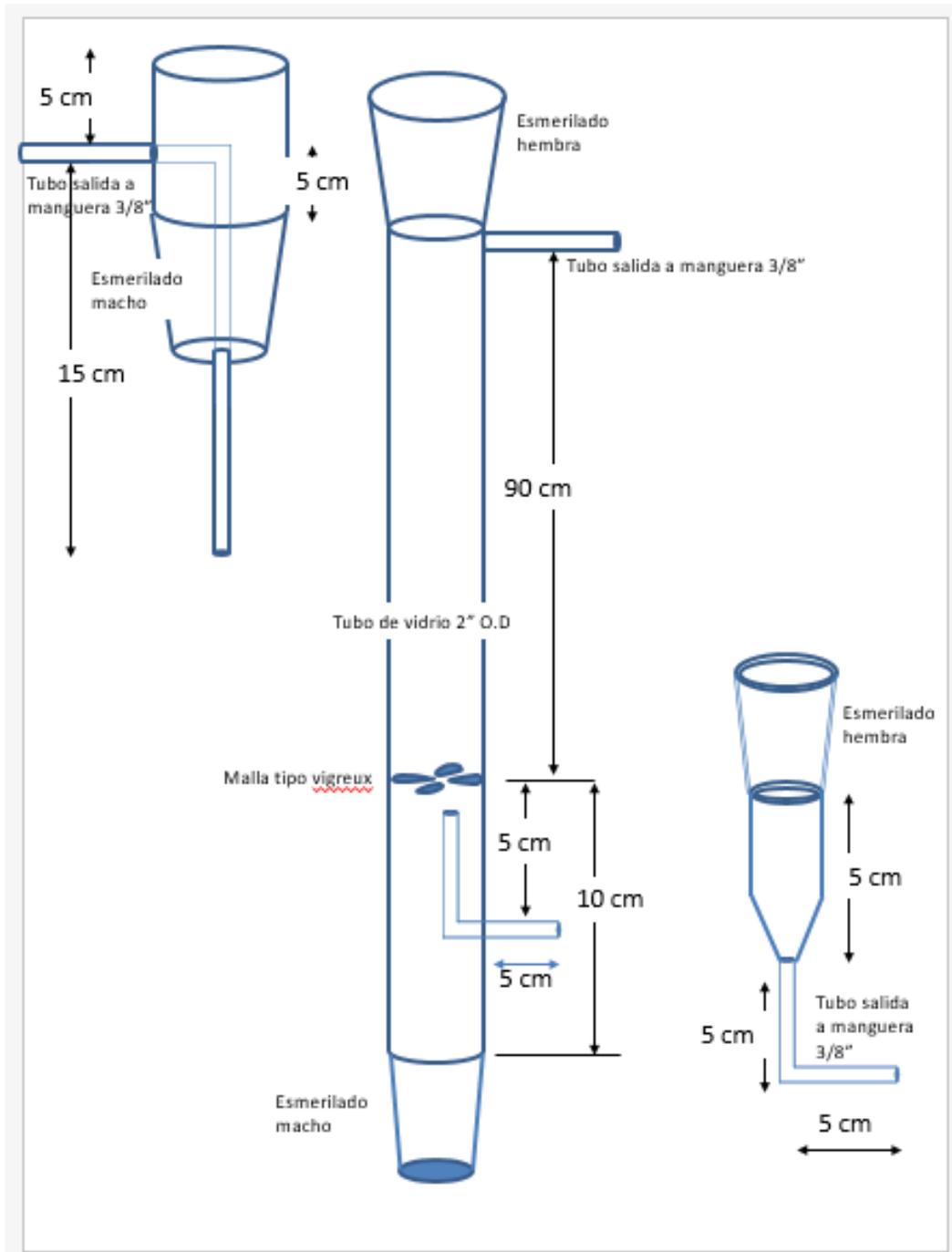
#### Calibración del Refractómetro

- Ajustar la escala del refractómetro.
- Comprobar que el prisma este limpio. Utilizar una pipeta para aplicar su muestra líquida al prisma. Tener cuidado de no tocar el prisma con el extremo de la pipeta, esto puede rasguñar el cristal suave del prisma.
- Colocar de dos a tres gotas de solución en el centro de la superficie del prisma.
- Cerrar cuidadosamente el prisma secundario.
- Encender la lámpara usando el interruptor en el lado izquierdo. Ajustar la lámpara para asegurar el brillo adecuado en el prisma de medición.
- Observar por el ocular, girar la perilla de compensación de color hasta que aparezca una línea clara y definida en el campo de visión.
- Girar la perilla de medición alineando la línea delimitadora con las líneas de intersección (ajuste claro y oscuro al centro).

- Mover la palanca de la parte inferior izquierda y leer en la escala superior el índice de refracción y repetir la operación en función del número de soluciones a usar.
- Registrar el índice de refracción. Después leer el termómetro y registrar la temperatura.
- Después de terminar, limpiar el refractómetro.

Con esos datos obtenidos calcular el porcentaje de etanol en la fase acuosa y en la fase oleica y comprobar en el diagrama ternario.

## Anexo 2. Plano de la columna de extracción líquido-líquido



### Anexo 3. Planos de la estructura soporte para la columna de extracción líquido-líquido.

