



Escuela Universitaria de Energía y Minas  
Operaciones y Procesos  
PL 1º



# Práctica 1ª : Extracción líquido-líquido



La extracción líquido-líquido es una operación básica, de naturaleza física, cuyo fin es la separación de dos o más componentes de una mezcla líquida mediante la adición de un disolvente en el cual uno o más componentes son preferentemente solubles.

La operación de extracción se puede llevar a cabo de varias formas

- Operación discontinua en una sólo etapa: mezclador-sedimentador; o en varias etapas, mediante contacto repetido con el mismo disolvente: varias unidades mezclador-sedimentador.
- Operación continua con contacto intermitente: columna de platos.
- Operación continua con contacto continuo: columna de relleno.

Seleccionamos esta ultima forma de trabajo.



Escuela Universitaria de Energía y Minas  
Operaciones y Procesos  
PL 1º



Para ello vamos a usar un equipo:

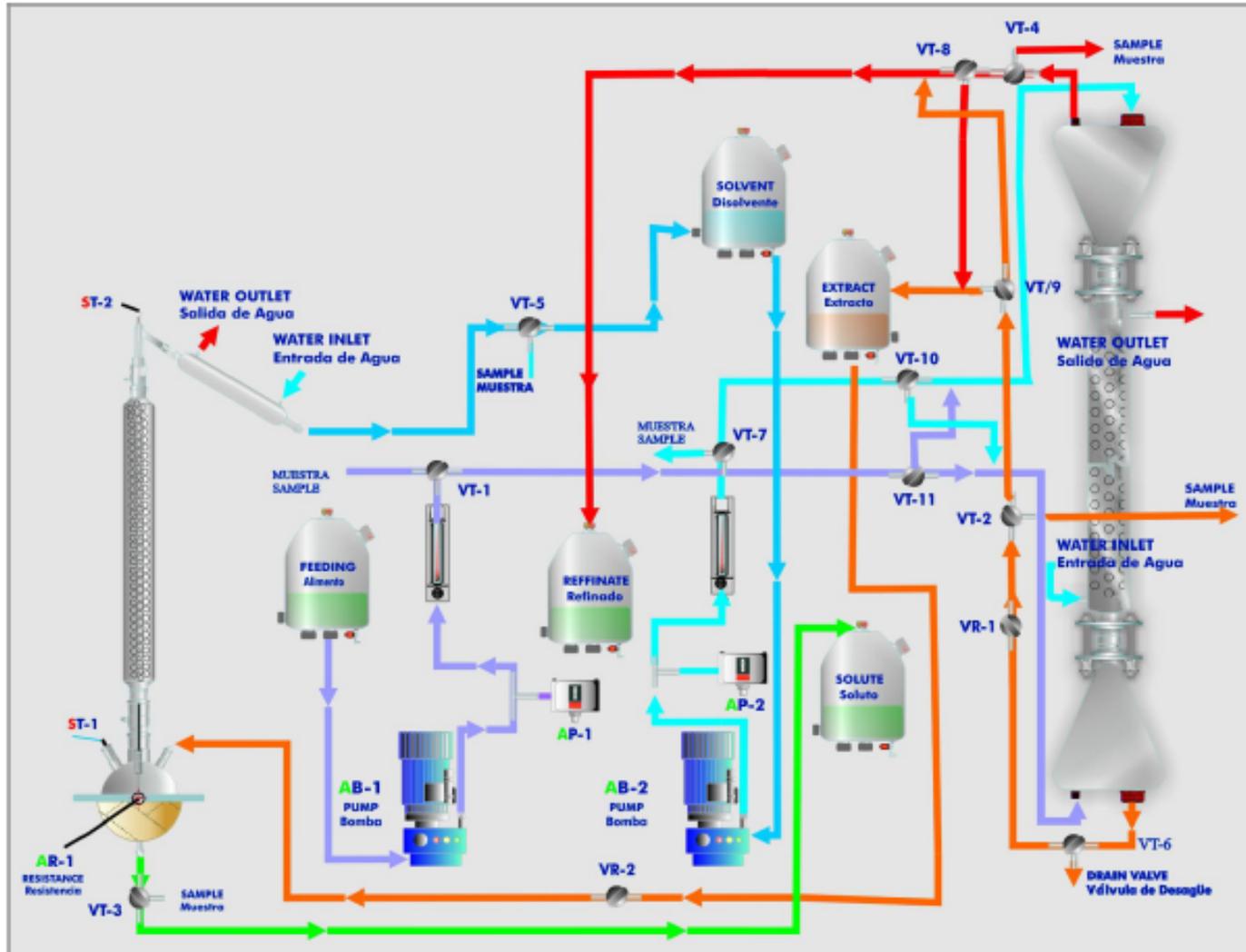
## Liquid-Liquid Extraction Unit

UELL

Fabricado por:







Note: ST=Temperature sensor. AP=Pressure switch.





#### RECOMMENDED REAGENTS

- Trichloromethane/ acetic acid/ water.
  - Trichloromethane/ ethanol/ water.
- Where the trichloromethane is the solvent and the water plus acetic acid is the feeding.
- Lelsol/ Propionic acid/ water.
- \* The unit is ready for working with a wide range of different chemical products, please consult us the most proper.

#### RECOMMENDED ACCESSORIES

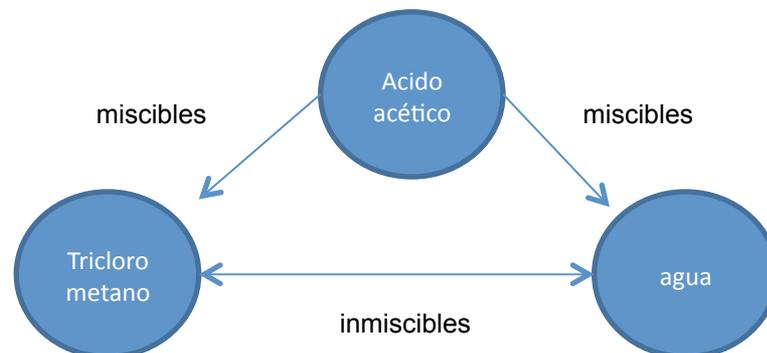
- Refractometer.
- Pycnometer.
- Stopwatch.



El ácido acético y el agua son dos especies totalmente miscibles entre sí. Es decir, con independencia de las proporciones empleadas, el resultado de mezclar estos dos componentes es siempre una disolución homogénea. Lo mismo ocurre con el sistema formado por ácido acético y triclorometano (cloroformo).

Cualesquiera que sean las proporciones empleadas, estos dos componentes son totalmente miscibles y por tanto forman una disolución homogénea.

El sistema formado por agua y triclorometano es totalmente diferente. Estos componentes son prácticamente inmiscibles, lo que quiere decir que cuando se mezclan no se disuelven el uno en el otro.

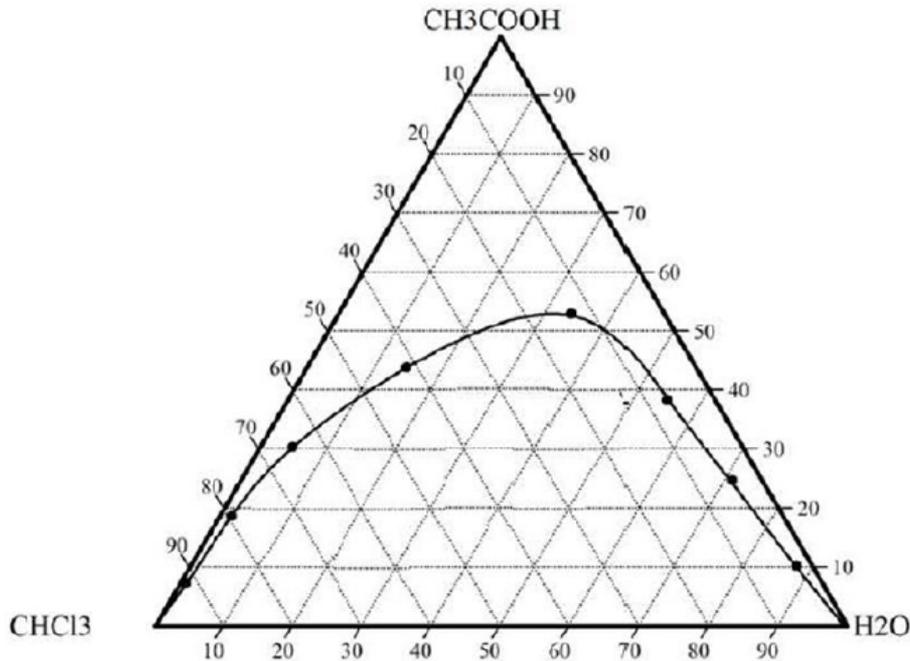




Supongamos que a una mezcla bifásica formada por agua y triclorometano se le añade un poco de ácido acético. Como el ácido acético es soluble en ambas especies, se disuelve en las dos fases. Éstas permanecen inmiscibles, sin embargo se ha dado un cambio cualitativo importante.

Alcanzada una concentración límite de ácido acético, el sistema sufre un cambio sustancial y pasa de ser bifásico, a estar constituido por una sola fase. Este hecho se explica porque las moléculas de triclorometano y las de agua, se mantienen alejadas entre sí, separadas por una extensa región de iones acetato.

La cantidad de ácido acético necesaria para transformar el sistema bifásico en uno homogéneo depende de las proporciones iniciales de triclorometano y agua. Es decir, una mezcla bifásica que contiene inicialmente un 5% de triclorometano y un 95% de agua, requiere una cantidad de ácido acético diferente que una mezcla bifásica con 60% de triclorometano y 40% de agua.



El área que queda por debajo de esta curva representa a todas las mezclas de estos tres componentes, que dan lugar a dos fases. El área que queda por encima, representa por lo tanto, las proporciones que una vez mezcladas dan sistemas homogéneos con una sola fase.



Escuela Universitaria de Energía y Minas  
Operaciones y Procesos  
PL 1º



El objetivo de esta práctica es la separación del acético presente en una disolución acuosa (alimento) arrastrándolo con cloroformo (disolvente).

Para ello preparamos una disolución al 30% y la colocamos en el depósito etiquetado feeding (alimento), y el disolvente en la botella con esta etiqueta.

Seguimos las instrucciones contenidas en el manual del equipo (consultar):

VT-7 abierta →

VR-1 cerrada →

regular válvula bomba 2 para ajustar caudal disolvente →

abrir VR-1 totalmente →

ajustar caudal alimento con válvula reguladora de bomba 1 →

conectar ambas bombas →

Al cabo de unos minutos tomar muestras del refinado por cabeza de la columna (válvula VT-4) y del extracto por cola (válvula VT-6).



Se mide la composición de ambos mediante técnicas de refracción.

Se repite el proceso hasta comprobar que se ha alcanzado el estado estacionario.

Por último, se determina las densidades de cada corriente usando un picnómetro.

Mediante una valoración ácido base, con NaOH y fenolftaleína, se determinan las concentraciones del acético en la alimentación inicial en el refinado.

Se comprueba el balance de materia.

En trabajos similares al propuesto se han encontrado los resultados reflejados en el cuadro siguiente:

| Sistema                    | Porcentaje | g H <sub>2</sub> O | gHAc    | gCHCl <sub>3</sub> | %p/p H <sub>2</sub> O | % p/p Hac | %p/p CHCl <sub>3</sub> |
|----------------------------|------------|--------------------|---------|--------------------|-----------------------|-----------|------------------------|
| Hac -<br>H <sub>2</sub> O  | 10         | 18                 | 2,0856  | 0,4461             | 87,669                | 10,158    | 2,173                  |
|                            | 25         | 15                 | 5,214   | 0,8922             | 71,069                | 24,704    | 4,227                  |
|                            | 40         | 12                 | 8,3424  | 1,487              | 54,972                | 38,216    | 6,812                  |
|                            | 60         | 8                  | 12,5136 | 3,1227             | 33,846                | 52,942    | 13,211                 |
| Hac -<br>CHCl <sub>3</sub> | 10         | 0,3                | 2,0856  | 26,766             | 1,029                 | 7,154     | 91,817                 |
|                            | 25         | 0,55               | 5,214   | 22,305             | 1,959                 | 18,576    | 79,465                 |
|                            | 40         | 1,35               | 8,3424  | 17,844             | 4,903                 | 30,296    | 64,801                 |
|                            | 60         | 4,2                | 12,5136 | 11,896             | 14,680                | 43,739    | 41,580                 |

Con el acético repartido en cada fase:

| Sistema | Medición 1                   |               | Medición 2                   |               | Promedio                     |               |
|---------|------------------------------|---------------|------------------------------|---------------|------------------------------|---------------|
|         | Concentración de HAc (mol/L) |               | Concentración de HAc (mol/L) |               | Concentración de HAc (mol/L) |               |
|         | Fase Acuosa                  | Fase Orgánica | Fase Acuosa                  | Fase Orgánica | Fase Acuosa                  | Fase Orgánica |
| 10%     | 2,54                         | 0,52          | 2,58                         | 0,54          | 2,56                         | 0,53          |
| 25%     | 5,8                          | 1,8           | 5,84                         | 2             | 5,82                         | 1,9           |
| 40%     | 8,14                         | 3,52          | 8,16                         | 3,6           | 8,15                         | 3,56          |
| 60%     | 10                           | 4,55          | 9,04                         | 4,7           | 9,52                         | 4,625         |



## Conclusiones:

El sistema de tres líquidos formado por cloroformo- agua- ácido acético, forma sistemas con un par de ellos miscibles, en este caso en el ácido acético y el agua.

La mezcla de los tres líquidos forman disoluciones ternarias conjugadas, es decir, dos capas saturadas, una acuosa y otra orgánica.

El ácido acético es más soluble en el agua que en el cloroformo, formando líneas de unión características de la afinidad con el agua.

Por encima del punto máximo de la curva binodal, será una solución homogénea de una fase líquida.

Una mezcla por debajo y dentro de la curva forma dos fases líquidas insolubles saturadas de composiciones en equilibrio.