

QUIMICA ORGANICA II LABORATORIO

LABORATORIO N°1: Extracción

EXTRACCIONES CONTINUAS

La extracción sólido-líquido o líquido-líquido constituye una de las operaciones unitarias en ingeniería química.

En ambas se identifican fenómenos de transporte de masa y de energía.

Los métodos de separación de un constituyente a partir de un sólido o un líquido por medio de un disolvente líquido, pertenecen a la llamada ***lixiviación o extracción sólido-líquido y extracción líquido-líquido, respectivamente.***

Aunque los dos procesos tienen ciertos fundamentos comunes, las diferencias de equipo y también en ciertos aspectos teóricos, justifican un tratamiento por separado.

Extracción Sólido-Líquido

La extracción por solventes es la disolución preferencial de uno o más componentes de una mezcla sólida por contacto con un disolvente líquido.

Muchos productos orgánicos naturales, como por ejemplo carbohidratos, lípidos y proteínas, se pueden separar de sus estructuras originales mediante lixiviación. A partir del análisis integral de la estructura molecular de estos compuestos es posible elegir los solventes más adecuados para solubilizar estos materiales.

El éxito de una lixiviación depende del pretratamiento que se realice sobre el sólido. Los cuerpos vegetales y animales tienen una estructura celular y los productos naturales que se van a separar a partir de estos materiales se encuentran generalmente dentro de las células. Si las paredes celulares permanecen intactas durante la exposición con el solvente, entonces la lixiviación es muy lenta. Moler el material lo suficientemente pequeño como para liberarlo de las células y aumentar la superficie de contacto es lo adecuado para acelerar la extracción, debido a que las porciones solubles se hacen más accesibles al solvente.

En cuanto a la temperatura de trabajo, se realiza a las temperaturas más altas posibles. Las temperaturas elevadas aumentan la solubilidad del principio activo a extraer. En el caso de productos naturales, la temperatura excesiva conduce a la extracción de productos indeseables o al deterioro químico del sólido.

Las operaciones de lixiviación se realizan en lotes, semilotes o en condiciones totalmente continuas. Se utilizan además dos técnicas de manejo: goteo del líquido sobre el sólido o la inmersión del sólido en el líquido.

A tener en cuenta

Cuando los sólidos forman una masa **abierta** y permeable a lo largo de toda la operación de lixiviación, el disolvente se puede percolar a través de un lecho no agitado de sólidos. Con materiales impermeables o que se desintegran durante la lixiviación, los sólidos se dispersan en el disolvente y después se separan de él. Ambos métodos pueden realizarse por cargas o en operación continua.

Lixiviación por percolación a través de un lecho estacionario de sólidos

La lixiviación de un lecho estacionario de sólido se realiza en un tanque con un falso fondo perforado para soportar al sólido y permitir la salida del disolvente. Los sólidos se cargan en el tanque, se rocían con disolvente hasta reducir su contenido de soluto a un valor económicamente mínimo y luego se vacían.

En algunos casos la velocidad de disolución es tan rápida que es suficiente un solo paso del disolvente a través del material, pero es más frecuente utilizar flujo en contracorriente del disolvente a través de una batería de tanques. En este método, el disolvente fresco se introduce en el tanque que contiene el sólido ya tratado, fluye a través de varios tanques en serie y finalmente se retira del tanque por el que se carga la alimentación de sólido. Una serie de tanques de este tipo recibe el nombre de ***batería de extracción***. El sólido contenido en uno cualquiera de los tanques es estacionario hasta que se extrae completamente.

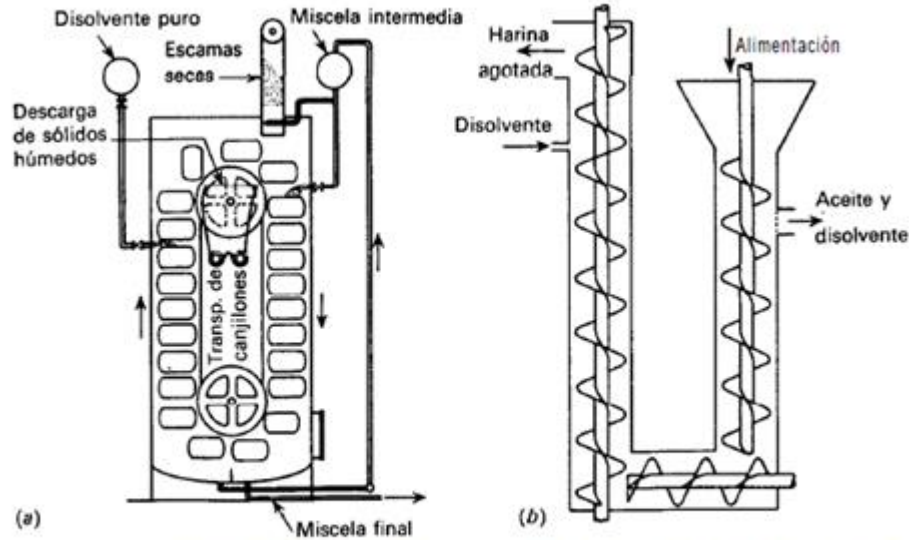
Lixiviación en lecho móvil

Los sólidos se mueven a través del disolvente con muy poca o ninguna agitación de este último.

Esquemas de equipos industriales

Extractores de Aceite

En la industria aceitera el soluto+solvente se llama miscela



Equipo de lixiviación de lecho móvil: (a) extractor de Bollman; (b) extractor de Hildebrandt.

EN ESTE VIDEO SE MUESTRA EXCLUSIVAMENTE UN EXTRACTOR POR LLUVIA

<https://www.youtube.com/watch?v=yW7e8q7rbj0>

EXTRACTOR ROTOCEL<https://www.youtube.com/watch?v=xj5WQKSBQs8>

EXTRACTOR A ESCALA PILOTO<https://www.youtube.com/watch?v=1xKapOM55gE>

DIAGRAMA DE FLUJO CON EXTRACTOR DE

BOLLMAN<https://www.youtube.com/watch?v=mpSidgUbbuA>

EN ESTA PLANTA EXTRACTORA DE ACEITE, COMO FUNCIONA EL

EXTRACTOR<https://www.youtube.com/watch?v=yTlt3-puecY>

Extracción líquido-líquido

Uno de los principales usos de la extracción INDUSTRIAL LIQUIDO-LIQUIDO es separar los productos del petróleo que tienen diferente estructura química pero aproximadamente el mismo intervalo de ebullición. Las fracciones de aceite lubricante (Te. > 300 °C) se tratan con disolventes polares de baja temperatura de ebullición tales como fenol, furfural o metilpirrolidona, para extraer los aromáticos y dejar que el aceite contenga fundamentalmente parafinas y naftenos. Los aromáticos no pueden separarse por destilación debido a que se solapan los puntos de ebullición.

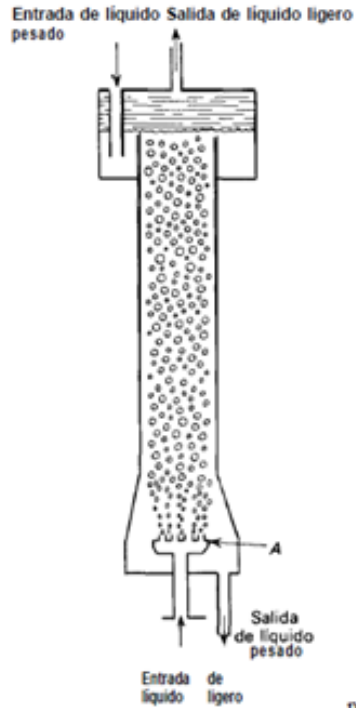
Equipo de extracción

En extracción líquido-líquido, es preciso poner en buen contacto las dos fases para permitir la transferencia de materia. Algunas dificultades se presentan cuando las dos fases tienen densidades comparables, de forma que la energía disponible para mezcla y separación (si se utiliza flujo por gravedad) es pequeña. Con frecuencia las fases son difíciles de mezclar y todavía más difíciles de separar cuando las viscosidades son relativamente elevadas. Las viscosidades de ambas fases también son relativamente elevadas. En algunos tipos de extractores, por tanto, la energía de mezcla y separación se comunica mecánicamente.

El equipo de extracción puede operar por cargas o de forma continua. Una cierta cantidad de alimentación puede mezclarse con una cantidad determinada de disolvente en un tanque agitado y después se dejan decantar las fases y se separan.

El extracto es la capa de disolvente más el soluto extraído y el refinado es la capa de la que se ha separado el soluto.

El extracto puede ser más o menos denso que el refinado, de forma que el extracto unas veces puede salir por la parte superior del equipo y otras por el fondo. Por supuesto que la operación puede repetirse si se precisa más de un contacto, pero cuando las cantidades que intervienen son grandes y se necesitan varios contactos, resulta más económico el flujo continuo. La mayor parte del equipo de extracción es continuo con sucesivas etapas de contacto o bien con contacto diferencial. Tipos representativos son mezcladores sedimentadores, torres verticales de diferentes tipos que operan con flujo por gravedad, extractores de torre agitada y extractores centrífugos.



Torre de pulverización; A, boquilla para distribuir el líquido ligero.

CUAL ES EL EXTRACTO?
CUAL ES EL REFINADO?

EXTRACTOR A ESCALA PILOTO <https://www.youtube.com/watch?v=V8GMN-IXwaA>

QUE SISTEMA MUESTRA LA SIMULACIÓN

https://www.youtube.com/watch?v=Zc_b50JbU14

EXPERIENCIA DE LABORATORIO

**Cuatro
extractores
CONTINUOS**

**Dos equipos
sólido-líquido**

BUTT

SOXHLET

**Dos equipos
líquido-líquido**

**SOLVENTE MENOS
DENSO QUE
ORIGINAL**

**SOLVENTE MAS
DENSO QUE
ORIGINAL**

BUTT

Sistema continuo/discontinuo

Condiciones de la muestra

Inicio de operación

Entrada en régimen

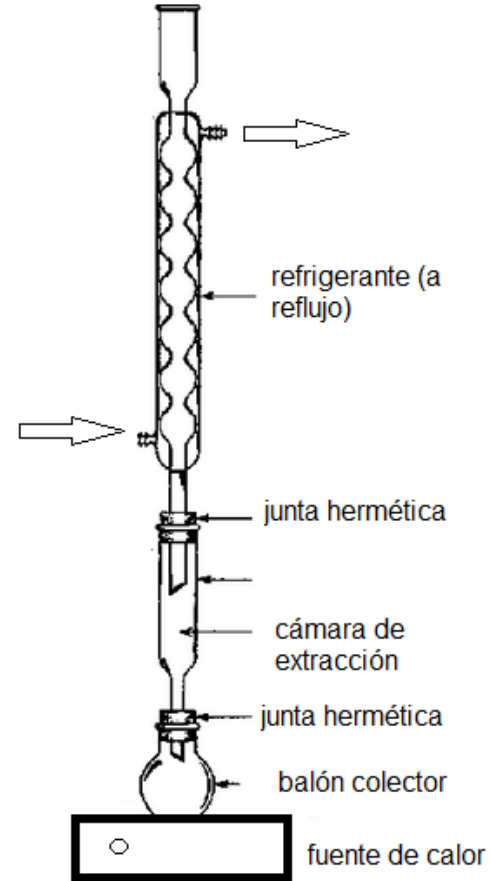
Final de operación

Transferencias de masa y energía



AOCS Aa4 - 38

The American Oil Chemists' Society



SOXHLET

Sistema continuo/discontinuo

Condiciones de la muestra

Inicio de operación

Entrada en régimen

Final de operación

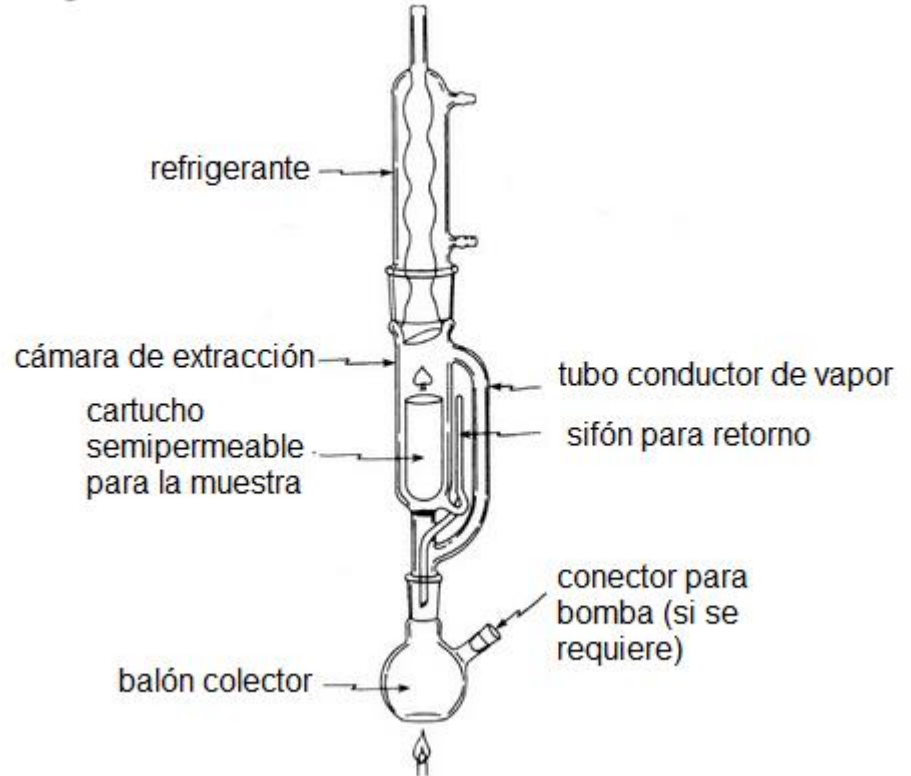
Transferencias de masa y energía



Association of Official
Agricultural Chemists

AOAC 920.39

Official Methods of Analysis of AOAC International



Equipo necesario

BUTT



SOXHLET



FUENTE DE CALOR SEGURA
SISTEMA DE CIRCULACIÓN DE AGUA

Baterias de Soxhlet



PROCEDIMIENTO DE SOXHLET

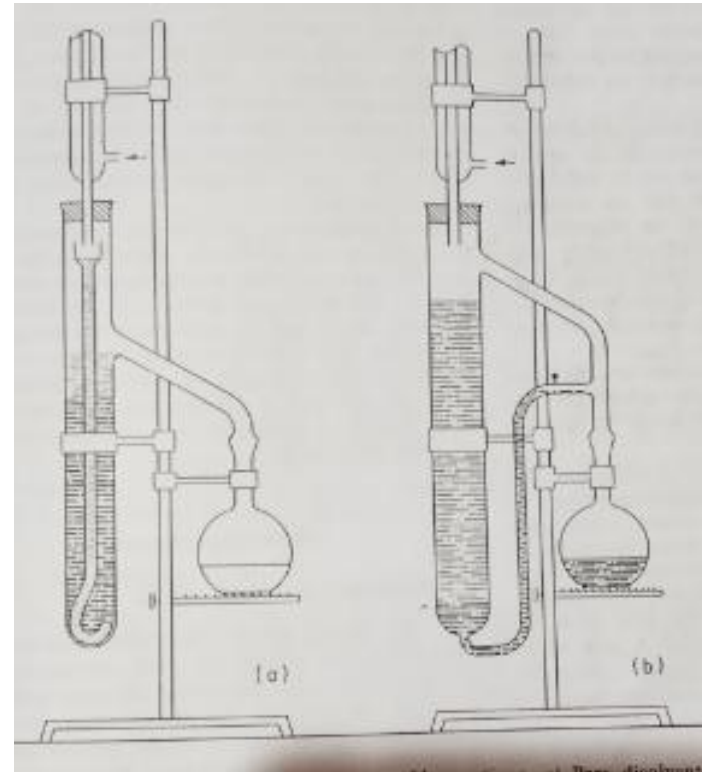
<https://www.youtube.com/watch?v=8m6CDIIB>

QyM

BATERIA DE SOXHLET AUTOMATICA <https://www.chgrupo3.com/producto/sistema-extraccion-st-243-soxtec/>

Extracción líquido-líquido

Los equipos de laboratorio utilizados deben adecuarse a las densidades relativas de solvente extractor y solvente original que contiene el soluto de interés, ya que esto asegura que la operación sea de régimen continuo de extracción.

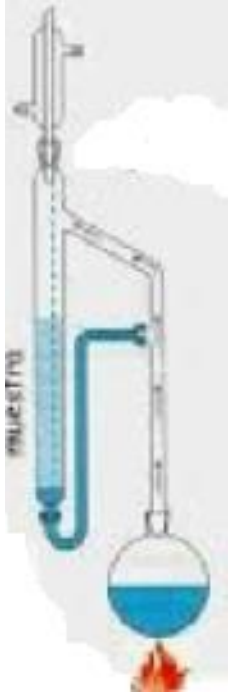


Extractor con solvente menos denso



El solvente se evapora del balón, al llegar al refrigerante condensa y cae dentro de un colector que lo transporta al fondo del extractor, al salir por ser el líquido menos denso asciende atravesando la muestra (solvente original + soluto de interés), escurre por el tubo que conecta con el balón retornando con soluto. SE CIERRA EN CIRCUITO

Extractor con solvente más denso



El solvente del balón se evapora, sube por el tubo mayor, condensa y cae a la muestra al ser más denso la atraviesa y se aloja en el fondo del extractor, a medida que va llenando el mismo, el tubo menor se llena con solvente que arrastró soluto hasta que retorna al balón y CIERRA EL CIRCUITO

QUE VAMOS A EXTRAER

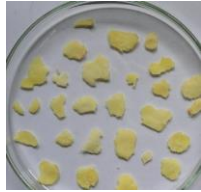
En el Soxhlet se utilizará laminado de soja

En el extractor Butt se utilizará maní molido

En cada extractor líquido-líquido se utilizará leche entera

PARA TODOS LOS CASOS EL SOLVENTE SERÁ APOLAR (hexano y cloroformo)

COMPONENTES APOLARES



Composición de la soya

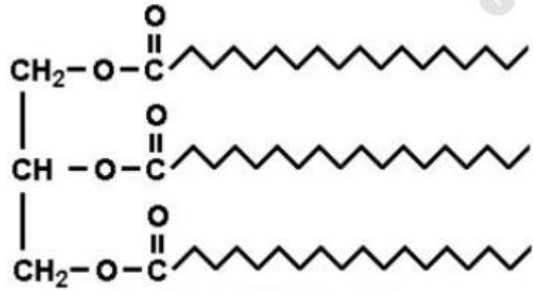
Componentes	Unidad	Grano de soya		Torta de soya
		Crudo	Procesado	
Materia seca	%	90	90	90
E. metabolizable cerdos	(Mcal/kg)	3.2	3.5 - 4.2	3.25
E. metabolizable aves	(Mcal/kg)	3.2	3.4 - 3.8	3.25
Grasa	%	17.5	17.5	1.5
Proteína	%	37.5	37.5	45.5
Metionina	%	0.52	0.52	0.70
Metionina + cistina	%	1.08	1.08	1.41
Lisina	%	2.42	2.42	2.90
Triptófano	%	0.54	0.54	0.62
Ácido linoleico	%	8.5	8.5	0.55
Fibra	%	5.5	5.5	3.4
Calcio	%	0.26	0.26	0.30
Fósforo	%	0.61	0.61	0.64
Índice ureasa		2.0 - 3.0	0.02 - 0.5	0.02 - 0.5
Inhibidor tripsina	%	75 - 80	< 0.10	< 0.10

Característica	Unidad de Expresión	Runner Común	Alto Oléico
Proteínas	%	24,59	23,24
Materia grasa	%	47,55	49,52
Relación Oléico / Linoleico	Índice	3,55	15,24
Índice de yodo	Índice	90,86	78,96
Acidez	Índice	0,56	0,41
Tocoferoles totales	ppm	536,10	447,76
Vitamina E - Tocoferol alfa	ppm	232,77	226,36
Betasitosterol	ppm	1.499,25	1121,72
Stigmaesterol	ppm	195,93	254,44
Ácido fólico	ppm	1,25	1,25
Azúcar Glucosa	g% / g ⁻¹	0,12	0,12
Azúcar Fructosa	g% / g ⁻¹	0,11	0,14
Azúcar Sacarosa	g% / g ⁻¹	10,32	12,89
Taxifolina		Presencia	Presencia
Luteolina		Presencia	Presencia
Quercetina		Presencia	Presencia
Resveratrol		Presencia	Presencia
Cenizas	%	3,49	2,91
Sodio	mg/kg (ppm)	28,90	28,90
Cobre	mg/kg (ppm)	8,61	12,70
Hierro	mg/kg (ppm)	26,36	23,57

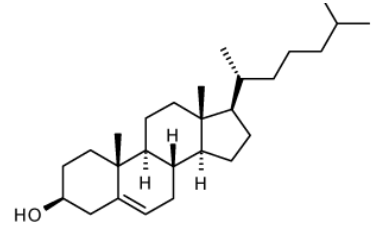


	Leche entera (%)
Agua	87.25
Lactosa	4.8
Grasa	3.5
Caseína	3.3
Albumina	0.4
Cenizas	0.7

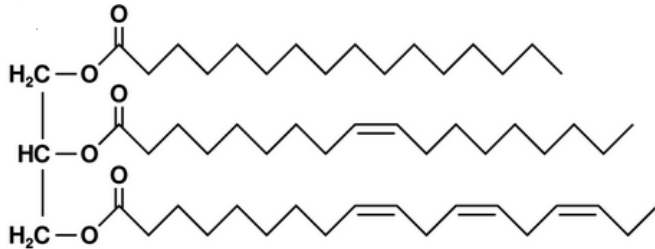
RECORDEMOS LIPIDOS Y LIPOIDES



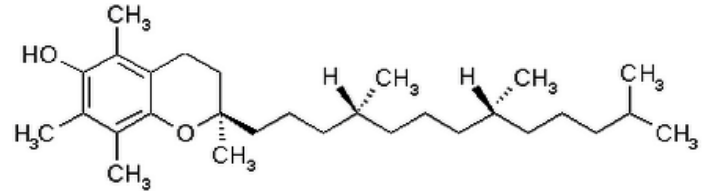
Triglicerido saturado



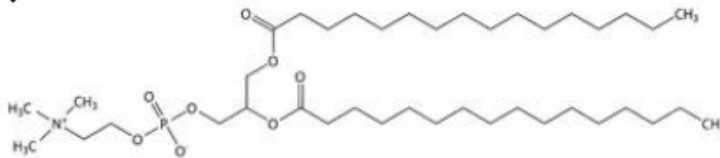
colesterol



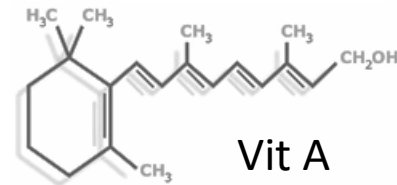
Triglicérido insaturado



Vit E



lecitina



Vit A

**NOS VEMOS LA CLASE
QUE VIENE!!!**