

EXTRACTIA LICHID - SOLID

**Aplicatii in
industria alimentara
si biotehnologii**

PRINCIPII GENERALE

- Definitie:
 - solubilizarea preferentiala a unuia sau mai multor componenti ai amestecului de constituenti aflat in solidul supus contactarii cu un mediu lichid adecvat (solvent).
- Scopul operatiei:
 - obtinerea unei solutii concentrate a unui component valoros dintr-o faza solida;
 - indepartarea unei faze solide insolubile dintr-un produs.

PRINCIPII GENERALE

- Metoda de extractie depinde de:
 - concentratia solutului in faza solida din care se extrage;
 - distributia solutului in solid;
 - natura solidului;
 - granulometria solidului.

PRINCIPII GENERALE

- Procesul de extractie L-S decurge in general in 3 etape distincte:
 - dizolvarea solutului in solvent (transformarea de faza a solutului)
 - difuzia solutului dizolvat in solvent prin porii solidului catre exteriorul particulei (difuzia interna)
 - difuzia solutului dizolvat in solvent prin filmul de solvent care inconjoara granula de solid, catre volumul de solvent (difuzia externa)
- Oricare dintre procese poate fi limitativ

PRINCIPII GENERALE

- Structura celulara a solidelor (caracteristica materialelor de origine vegetala sau animala) incetineste difuzia: peretii celulares induc rezistente suplimentare la transfer;
- Peretii celulares din sfecla de zahar impiedica extractia unor componenti nedoriti, cu mase moleculare mari [sfecla se marunteste sub forma de "taitei", a.i. peretii celulares sa fie cat mai putin distrusi.]

VITEZA DE EXTRACTIE

- Alegerea extractoarelor = functie de factorii care limiteaza viteza de extractie;
- Difuzia solutului prin porii solidului este determinanta de viteza:
 - materialul solid trebuie maruntit a.i. distanta parcursa de solut sa fie minima;
- Difuzia solutului prin filmul de solvent este determinanta de viteza:
 - trebuie asigurata agitarea intensa a fazei lichide → marirea vitezei difuziei externe.

Factorii care influenteaza viteza extractiei

1. Dimensiunea particulelor solide
2. Solventul
3. Temperatura
4. Agitarea

Factorii cei mai importanți

Dimensiunea particulelor solide

- Particule de dimensiuni mici:
 - → arie interfaciala S-L mare → flux de solut transferat mare
 - dificil de separat de fază lichida;
 - retentie mare de fază lichida.
- Este de dorit ca particulele solide să aibă dimensiuni aproximativ egale → toate particulele necesită același timp de extractie
- Part. cu granulometrii mult diferite: → part. cu dimensiuni mici blochează interstitiile dintre part. mari → se impiedica patrunderea solventului

Solventul

- Selectivitate ridicata;
- Viscozitate scazuta;
- Caracteristicile cerute solventilor utilizati in extractia L-L;

Temperatura

- De regula, solubilitatea materialului extras creste cu cresterea temperaturii → viteza de extractie creste;
- Coeficientii de difuziune cresc cu cresterea temperaturii → viteza de extractie creste;
- Uzual, cresterea temperaturii este limitata de considerente secundare (*necesitatea evitarii actiunii enzimelor la extractia zaharului, de ex.*)

Agitarea

- Cresterea agitării → creșterea turbulentei → creșterea rolului difuziunii turbulente → creșterea valorii coeficientilor de transfer de masa.
- Agitarea previne sedimentarea particulelor solide → utilizarea mai completă a suprafeței interfaciale L-S.

Transferul de masa in extractia L - S

- **Viteza difuziei interne:** greu de estimat in lipsa unor date privind structura poroasa a solidului;
- **Viteza difuziei externe:**

$$\frac{dM}{dt} = \frac{k' \cdot A \cdot (C_s - C)}{b}$$

- M - masa de solut transferata in timpul t;
- A - aria interfetei S - L;
- b - grosimea stratului limita de lichid care inconjoara particulele solide;
- C - conc. solutului in volumul fazei lichide;
- C_s - conc. solutiei saturate in contact cu particulele;
- k' - coeficientul de difuziei (aprox. egal cu coef. de difuzie prin faza lichida, D_L);

Transferul de masa in extractia L - S

- Pentru un proces discontinuu:
- $V = \text{vol. total al solutiei (pp. constant)}$

$$dM = V \cdot dC$$

$$\frac{dC}{dt} = \frac{k' \cdot A \cdot (C_s - C)}{b \cdot V}$$

- Timpul "t" necesar ca sol. sa se concentreze de la C_0 la o val. oarecare C (daca $A = \text{ct.}$ si $b = \text{ct.}$):

$$\int_{C_0}^C \frac{dC}{C_s - C} = \int_0^t \frac{k' \cdot A}{b \cdot V} dt \Leftrightarrow \ln \frac{C_s - C_0}{C_s - C} = \frac{k' \cdot A}{b \cdot V} \cdot t$$

Transferul de masa in extractia L - S

- Cand solventul initial este pur, $C_0 = 0$ si:

$$\ln \frac{C_s}{C_s - C} = \frac{k' \cdot A}{b \cdot V} \cdot t$$

- sau:

$$1 - \frac{C}{C_s} = \exp \left[\left(-\frac{k' \cdot A}{b \cdot V} \right) \cdot t \right]$$

- sau:

$$C = C_s \cdot \left[1 - e^{-\frac{k' \cdot A}{b \cdot V} \cdot t} \right]$$

- → conc. solutiei se apropie exponential de conc. de saturatie.

Transferul de masa in extractia L - S

- In maj. cazurilor, aria interfaciala A creste in timpul extractiei;
- Daca solutul are pondere f. mare in faza solida, poate avea loc dezintegrarea completa a part. solide;
- Desi A creste, viteza extractiei scade = curgerea libear a solventului este impiedicata (creste valoarea lui "b").

Transferul de masa in extractia L - S

- *Calculul coeficientilor de transfer de masa:*

$$\frac{K_L \cdot d}{D_L} = 2,7 \cdot 10^{-5} \left(\frac{N \cdot d^2 \cdot \rho}{\mu} \right)^{1,4} \cdot \left(\frac{\mu}{\rho \cdot D_L} \right)^{0,5} \quad \text{pentru } Re_{ag} = \frac{N \cdot d^2 \cdot \rho}{\mu} < 67 \cdot 10^3$$

$$\frac{K_L \cdot d}{D_L} = 0,16 \left(\frac{N \cdot d^2 \cdot \rho}{\mu} \right)^{0,62} \cdot \left(\frac{\mu}{\rho \cdot D_L} \right)^{0,5} \quad \text{pentru } Re_{ag} \geq 67 \cdot 10^3$$

- N - turatia agitatorului;
- d - diametrul recipientului;
- ρ - densitatea lichidului;
- μ - viscozitatea lichidului;
- $K_L = k'/b$ - coeficientul global de transfer de masa.

Transferul de masa in extractia L - S

- La valori mari ale agitarii, raportul coeficientilor globali de transfer de masa (K_L) si caldura (K_T), este independent de turatia agitatorului:

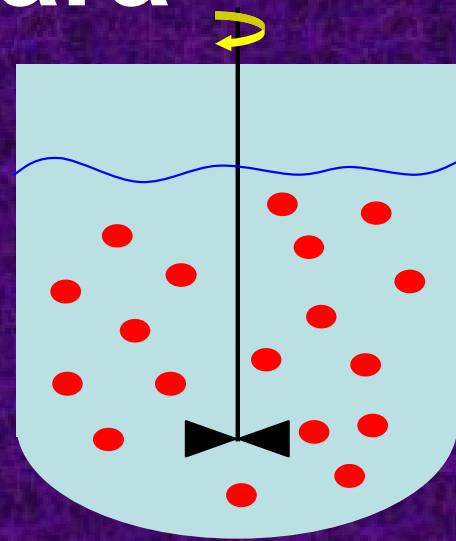
$$\frac{K_L}{K_T} = 0,77 \left(\frac{D_L}{\rho \cdot c_p \cdot \lambda} \right)^{0,5}$$

Metode de operare si echipamente

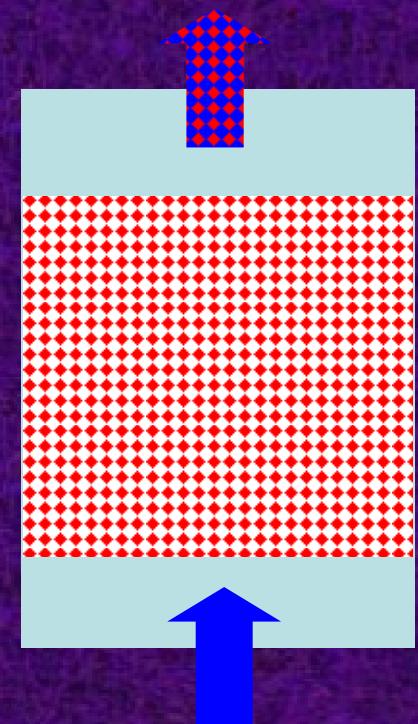
- Extractie:
 - in regim nestationar:
 - extractie discontinua
 - extractie semicontinua
 - in regim stationar
 - extractie continua
 - utilaje cu contact in trepte
 - utilaje cu contact diferential
- Tehnici de lucru cuprinse intre doua limite:
 - pulverizarea lichidului deasupra solidului
 - imersarea completa a solidului in lichid

Extractia nestationara

a. Solidul si lichidul se contacteaza discontinuu in vase cu agitare (solide fine sau moi)



b. Stratul de solid este parcurs de solventul aflat in curgere (solide tari)

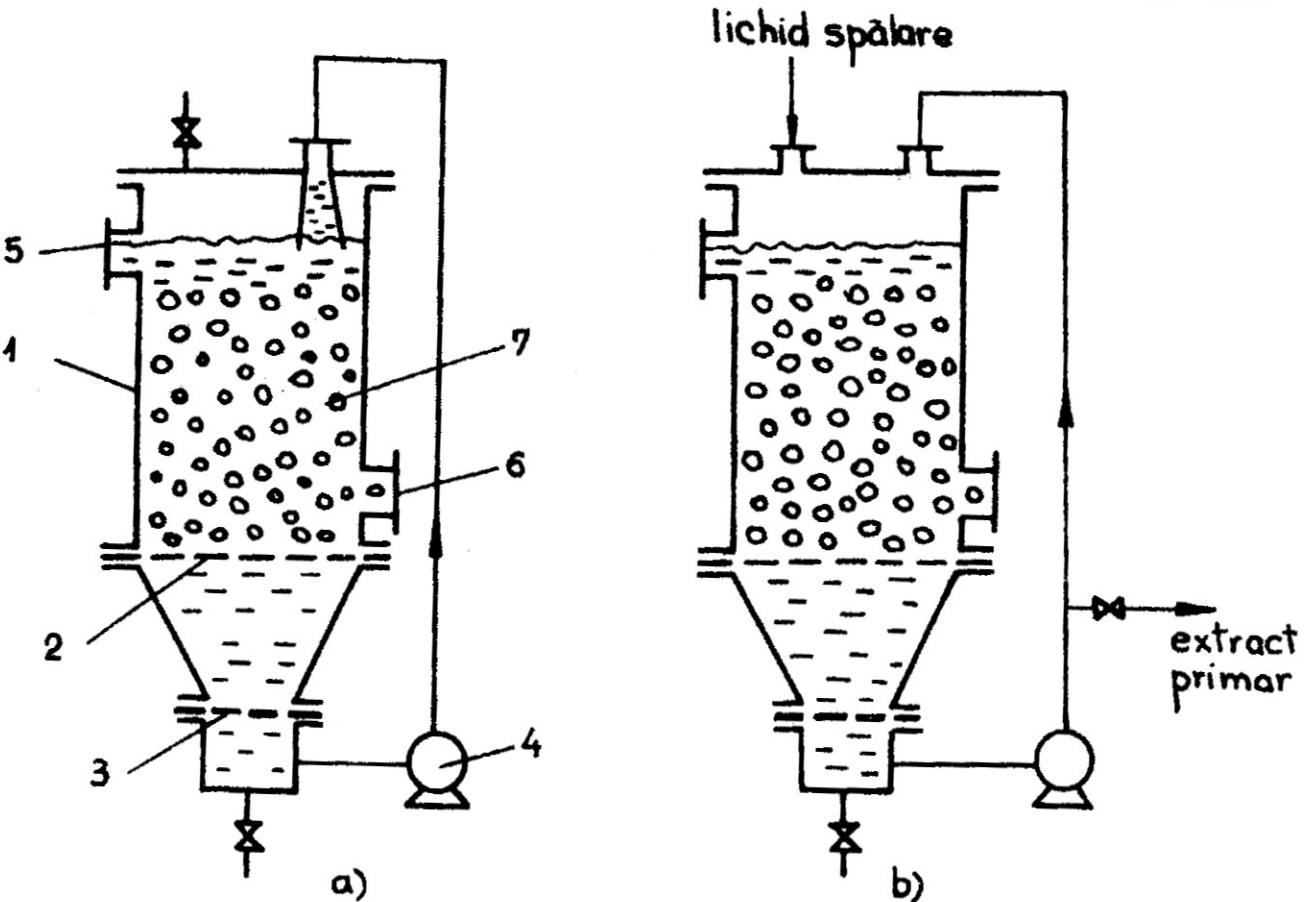


Extractia nestationara

- Tehnica contactarii S - L:
 - spalare simpla cu contact unic
 - spalare simpla cu contact multiplu
 - spalare in trepte in contracurent
 - spalare diferentiala in strat fix sau mobil, cu si fara recirculare de lichid

Spalarea prin percolare

- Pentru obtinerea produselor farm. din plante se utilizeaza tancuri de 0,3 - 3 m³;



Tancuri deschise pentru spălarea prin percolare

a-prezentare generală; b-procedee de operare cu alimentare continuă cu lichid de spălare

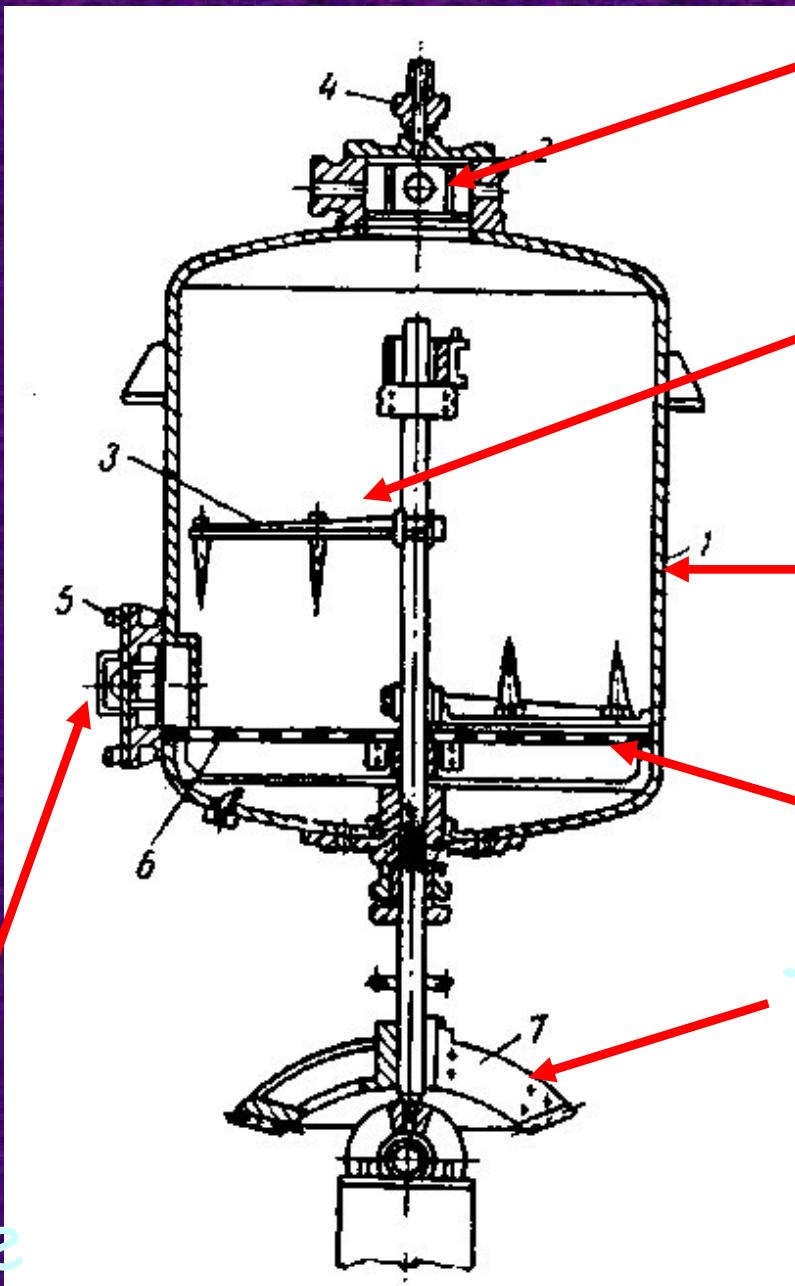
1-corpul tancului; 2-suport (grătar) susținere solid; 3-pânză filtrantă;

4-pompă recirculare; 5-gură încărcare solid; 6-gură descărcare; 7-strat de solid

Spalarea prin percolare

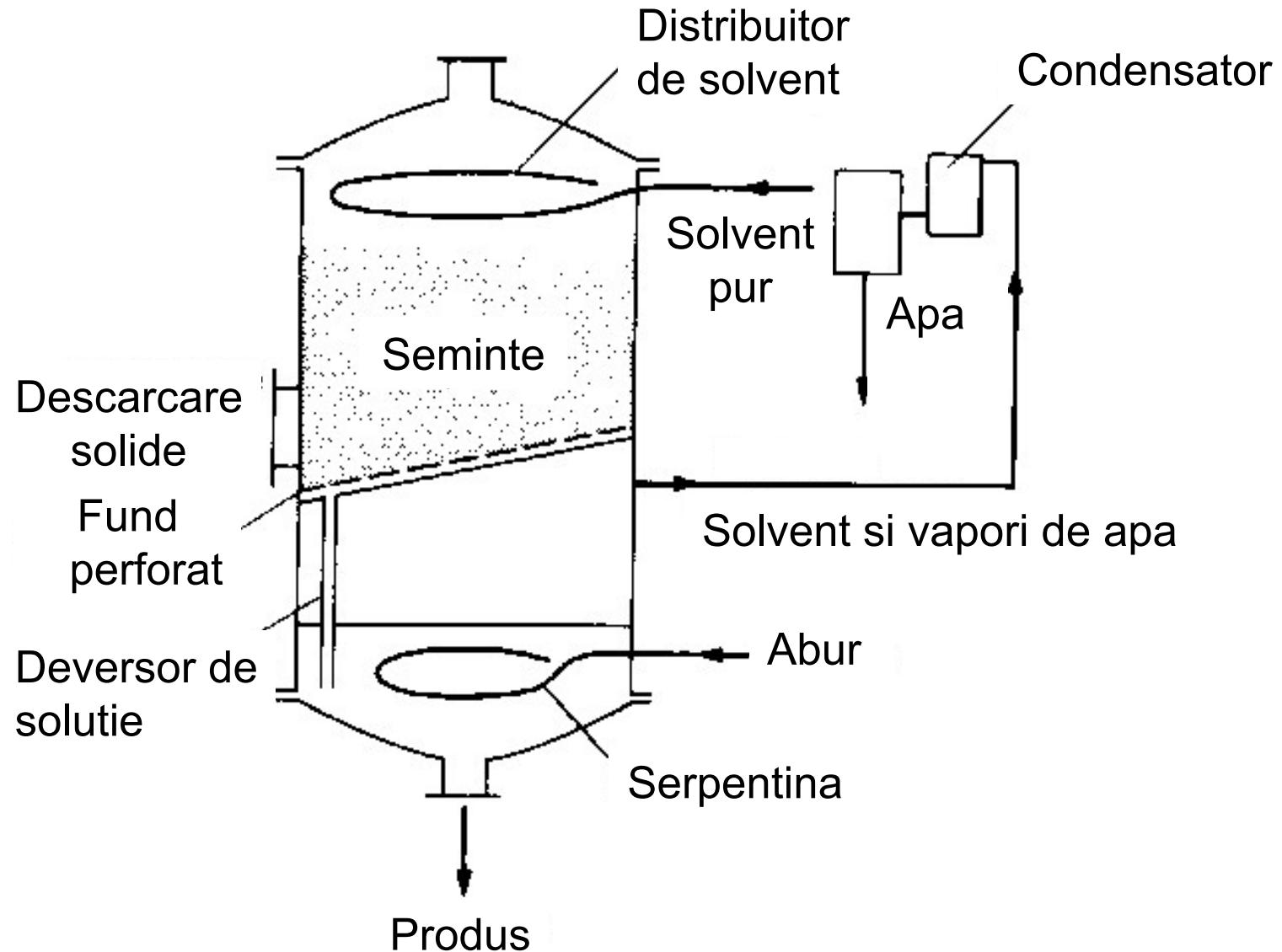
- Extractia uleiului din seminte de:
 - floarea soarelui
 - soia
 - rapita
 - palmier
 - alune de pamant
- cu solventi organici:
 - fractii petroliere usoare
 - tricloretilena
 - acetona
 - eter

Gura de descarcare



Gura de incarcare
Agitator
Corp
Fund fals
Transmisie

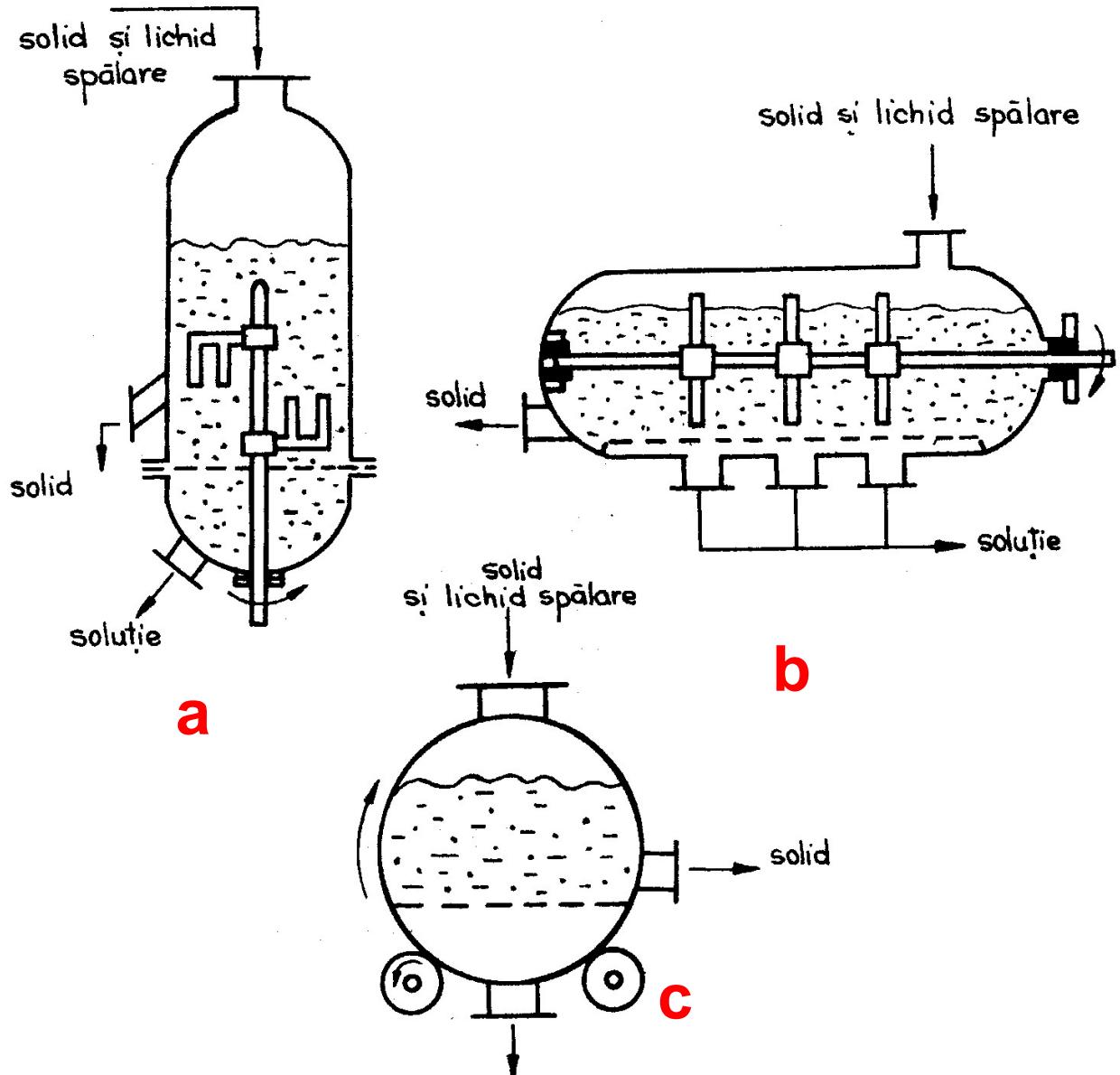
Spalarea prin percolare



Instalatie discontinua pentru extractia uleiului din seminte

Spalarea prin percolare

- Vase cu agitare utilizate la extractia uleiurilor vegetale:
- a) cu agitator vertical si brate necentrate;
 - b) cu agitator orizontal si brate centrate;
 - c) cu vas rotitor.



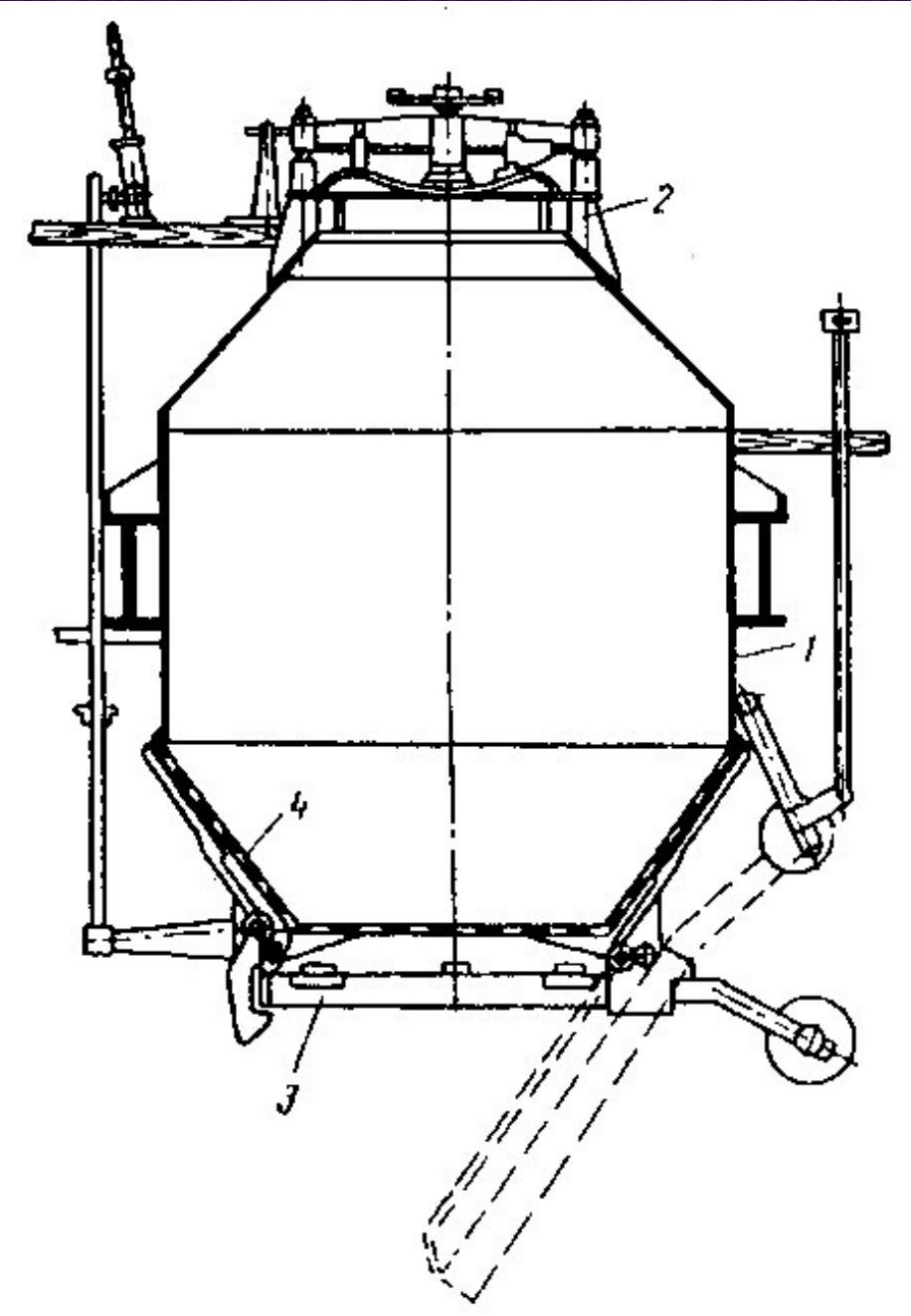
Spalarea prin percolare

• Cand ΔP la curgerea lichidului este mare, tancurile deschise se inlocuiesc cu tancuri inchise, sub presiune =

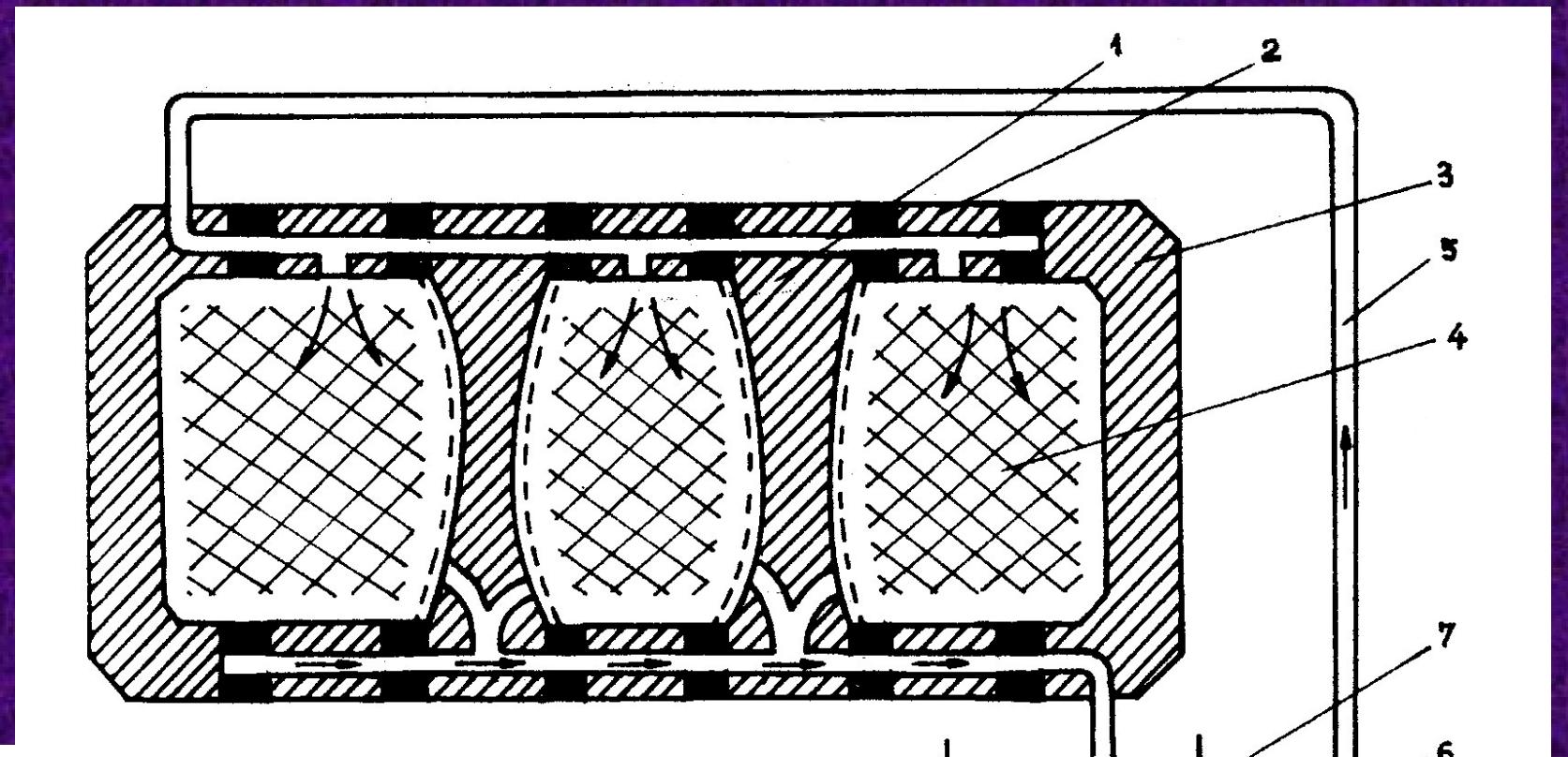
DIFUZOARE
(difuzere)

• *Difuzor din industria zaharului →*

1 - corp; 2 - gura de incarcare; 3 - fund rabatabil; 4 - sita tronconica.



Spalarea prin percolare



Percolarea sub presiune se poate realiza si in filtrare presa cu rame si placi:

Spălarea extractivă prin percolație utilizând un filtru presă cu rame și plăci

1-placă filtrantă; 2-ramă filtrantă; 3-placă de capăt; 4-solidul supus spălării;

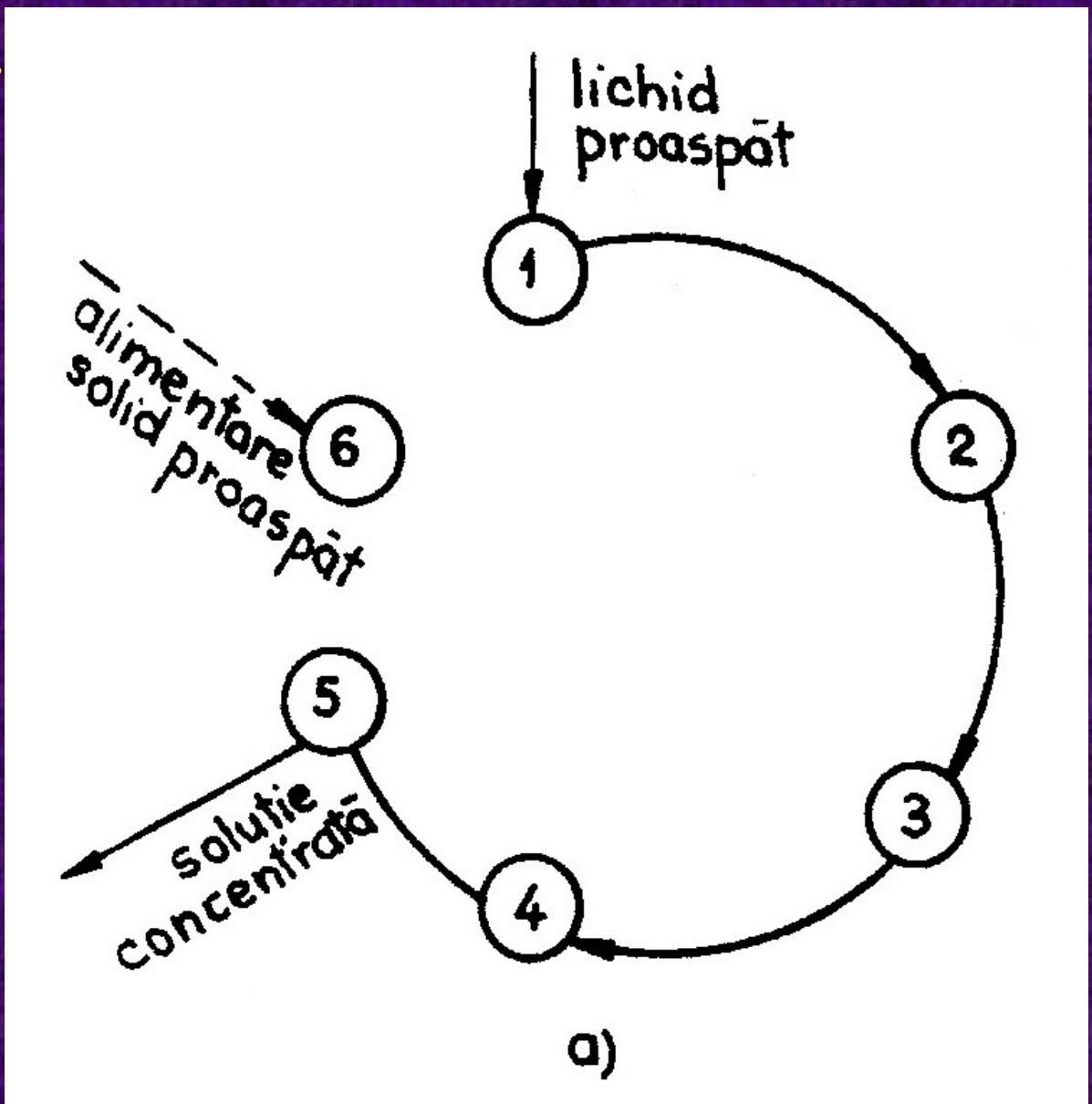
5-conducte de recirculare; 6-pompă de recirculare; 7-vas de colectare

Spalarea discontinua in contracurent

- **Scop:** obtinerea unei solutii cat mai conc. in component util si a unui reziduu solid cat mai bine spalat.
- Spalarea are loc in sistem Shanks
- Sistemul poate functiona cu 6 - 16 vase avand 4 - 12 m³, asezate:
 - in cerc
 - in lant (baterie de spalare)
- **Aplicatii:**
 - spalarea taninurilor din coji de copac

Spalarea discontinua în contracurent

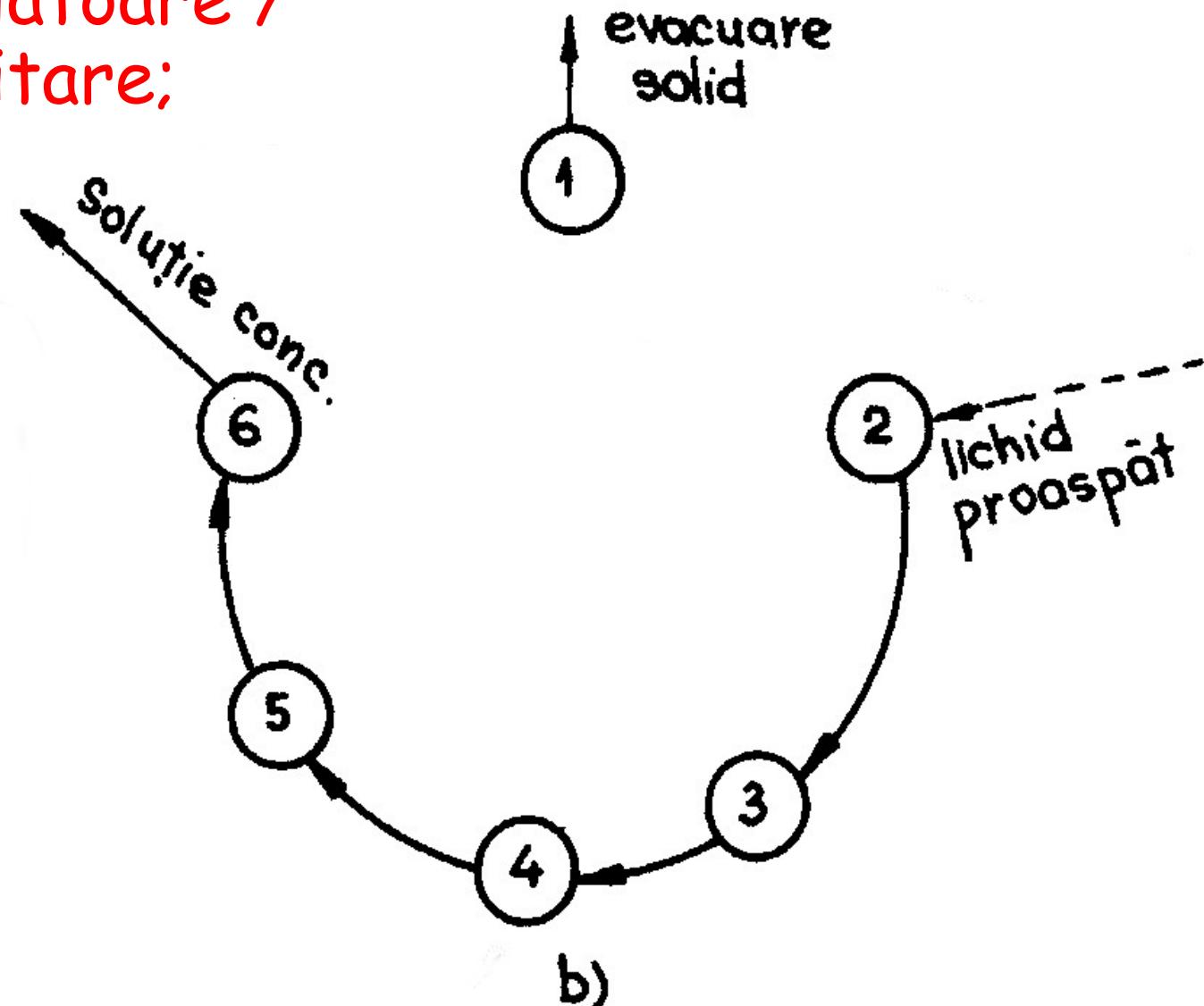
- 1 ... 6 - percolatoare / tancuri cu agitare;



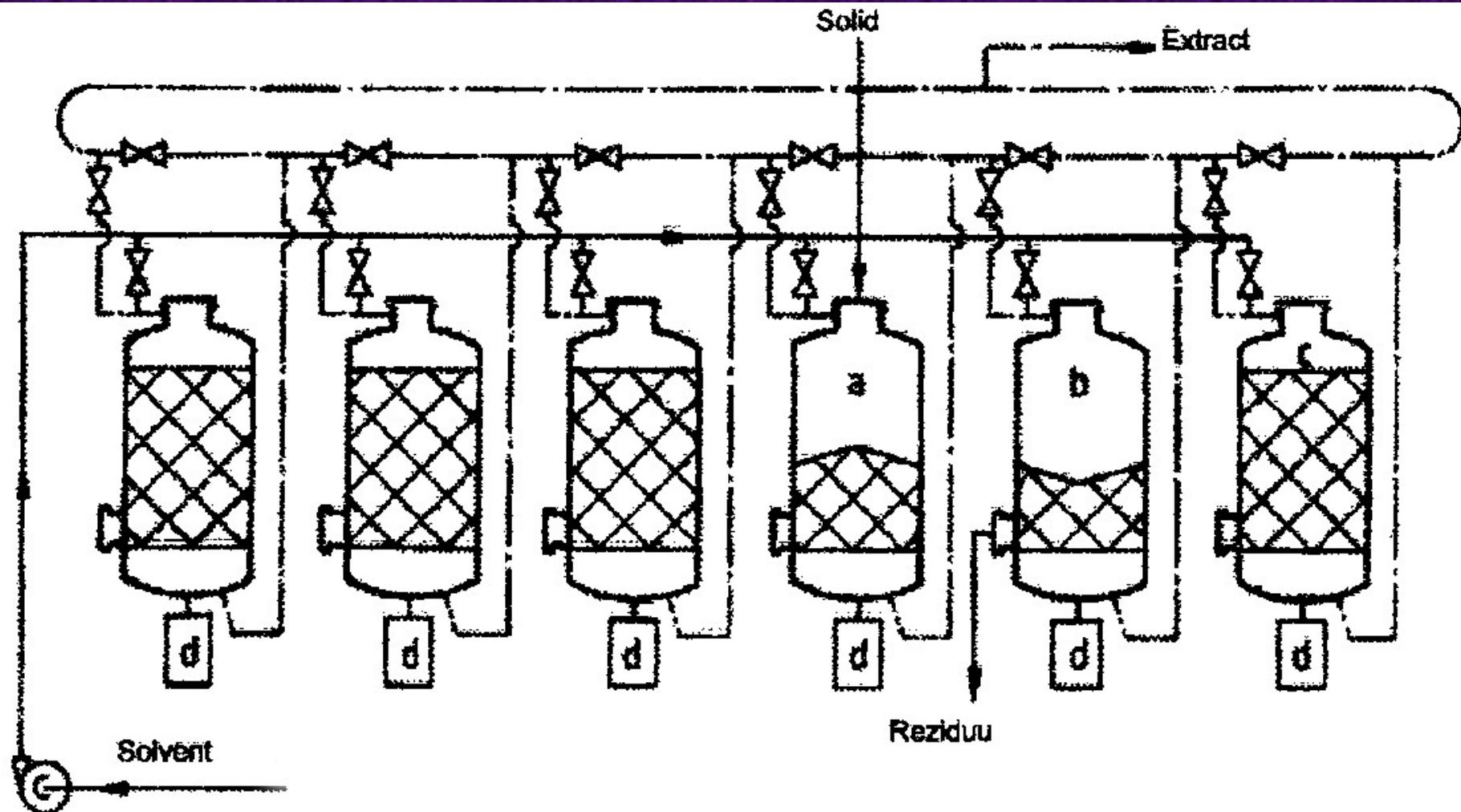
a)

Spalarea discontinua in contracurent

- 1 ... 6 - percolatoare / tancuri cu agitare;



Spalarea discontinua in contracurent



Baterie de extractoare

a. încărcarea solid; b. descărcare solid; c. alimentare solvent; d. descărcare reziduu

Spalarea stationara (continua)

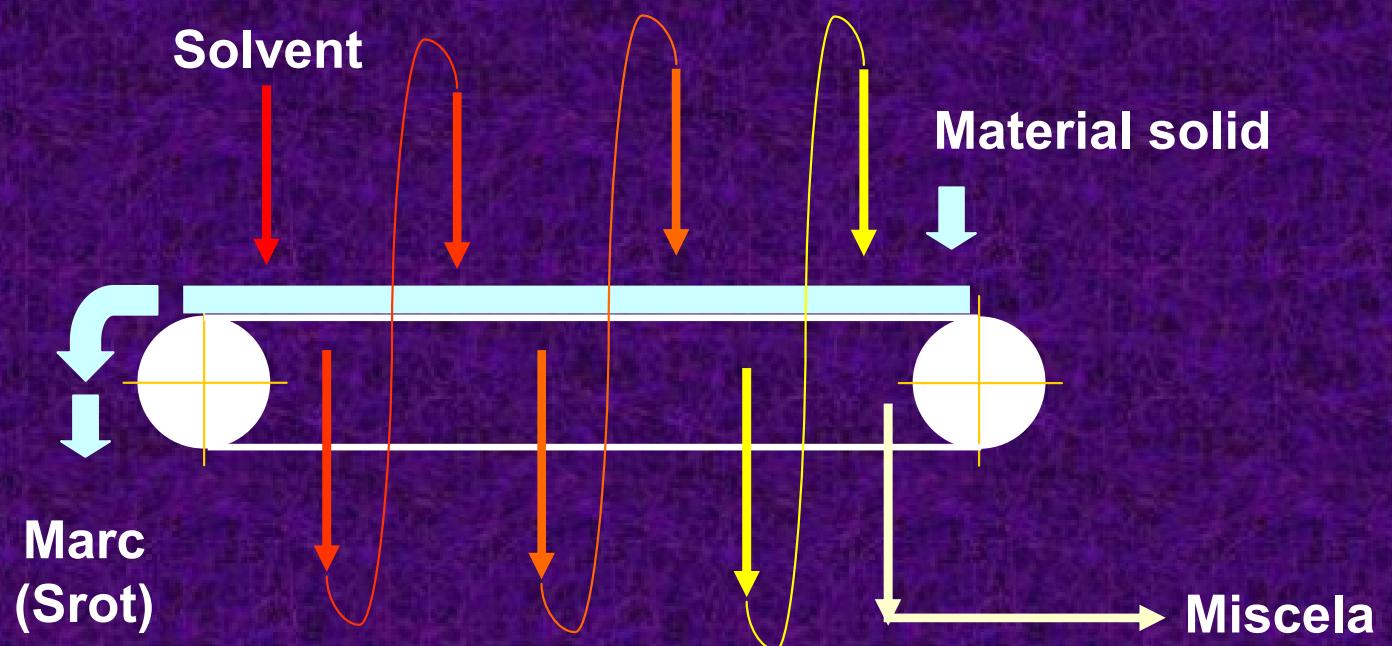
- Aplicatii principale:
 - extractia uleiurilor vegetale din diferite materii prime cu solventi organici:
 - hidrocarburi saturate - fractie C6,
 - solventi clorurati.
 - difuzia zaharului din celulele sfeclei in apa
- Denumiri consacrate:
 - MISCELA - solutia de ulei in solvent
 - MARC (SROT) - solidul brut spalat

Clasificarea extractoarelor continue

- Dupa modul de contactare a fazelor:
 - cu contact in trepte
 - cu contact diferential
- Dupa tipul constructiv:
 - tip transportor:
 - orizontal: cu banda, cu cupe (cosuri),
 - vertical: cu cupe (cosuri), elicoidal
 - inclinat: elicoidal
 - carusel (cu celule rotative in plan orizontal)
 - rotative;

Extractoare cu banda orizontala

- Extractorul De Smet
- Extractorul PTK
- Schema de principiu:



Extractorul De Smet

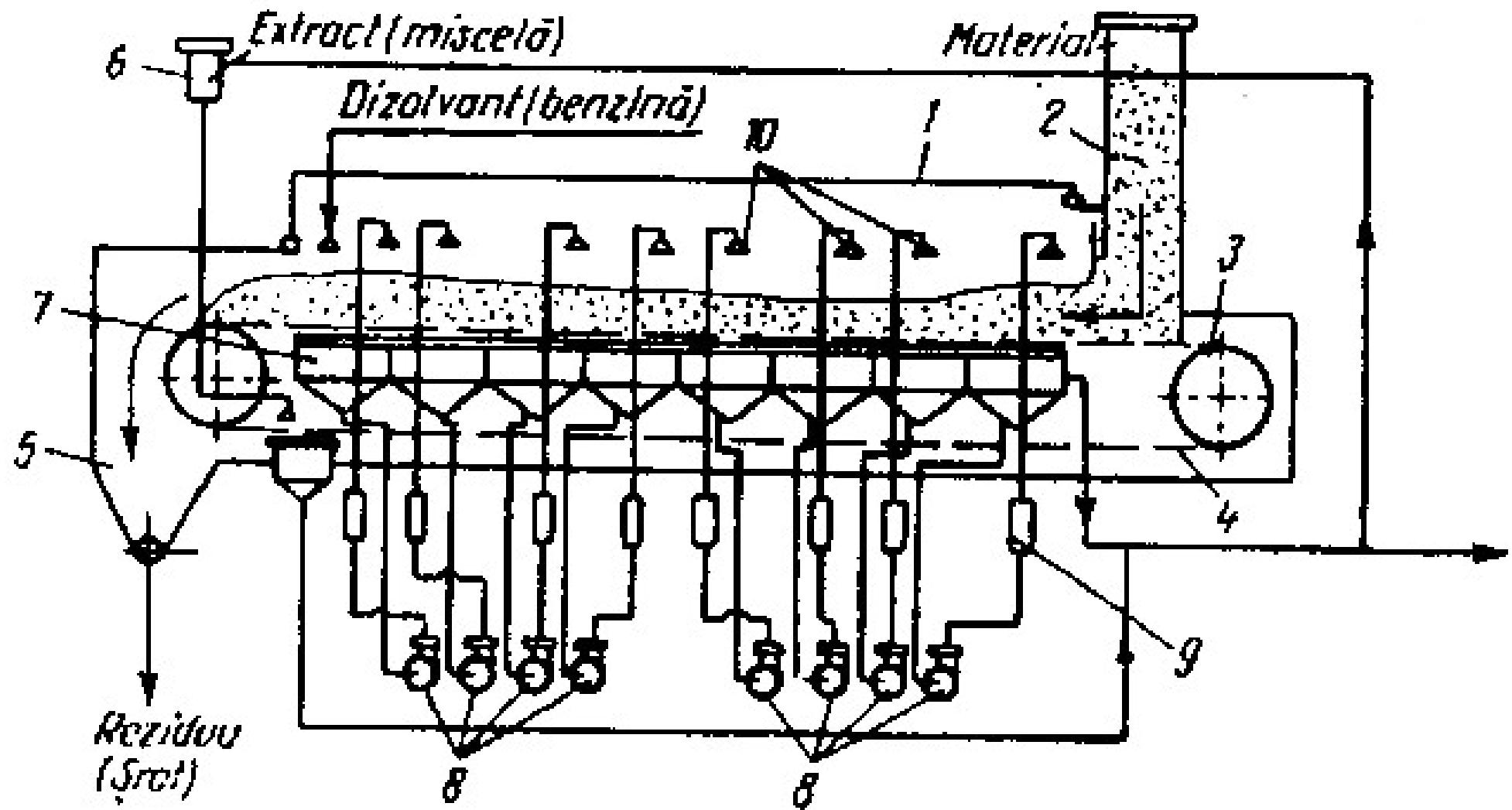


Fig. 339. Extractorul De Smet.

Extractorul PTK

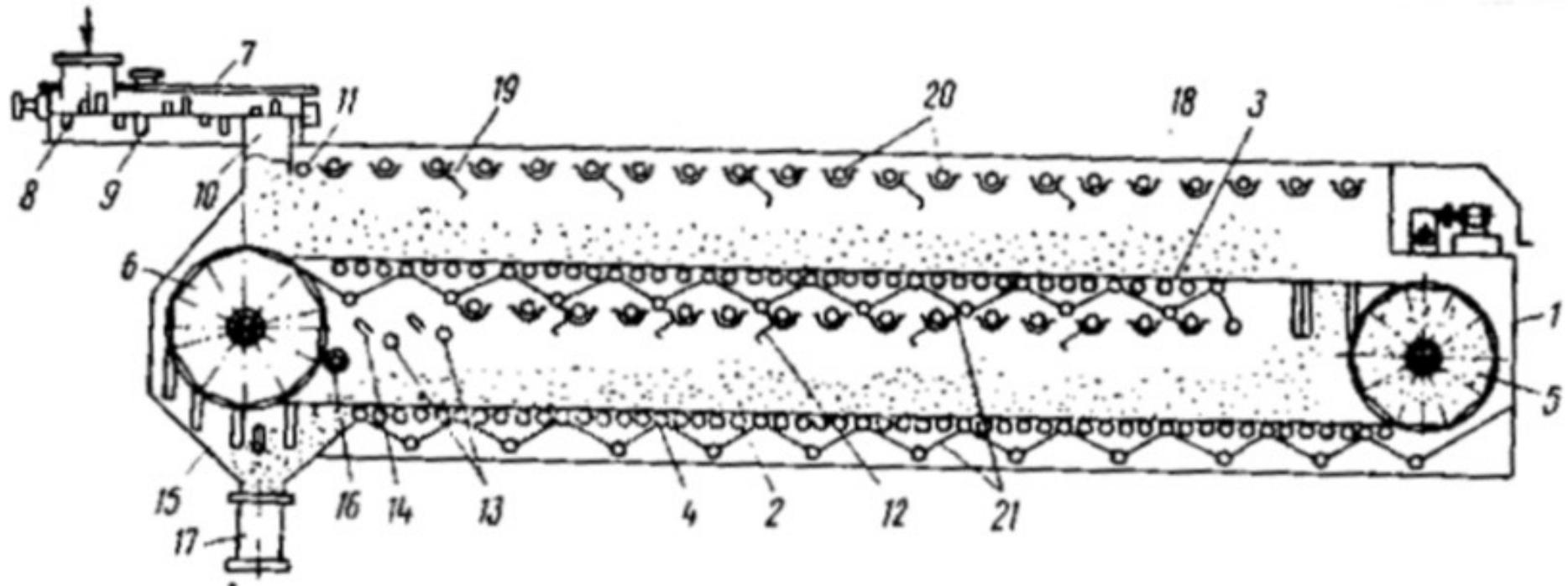


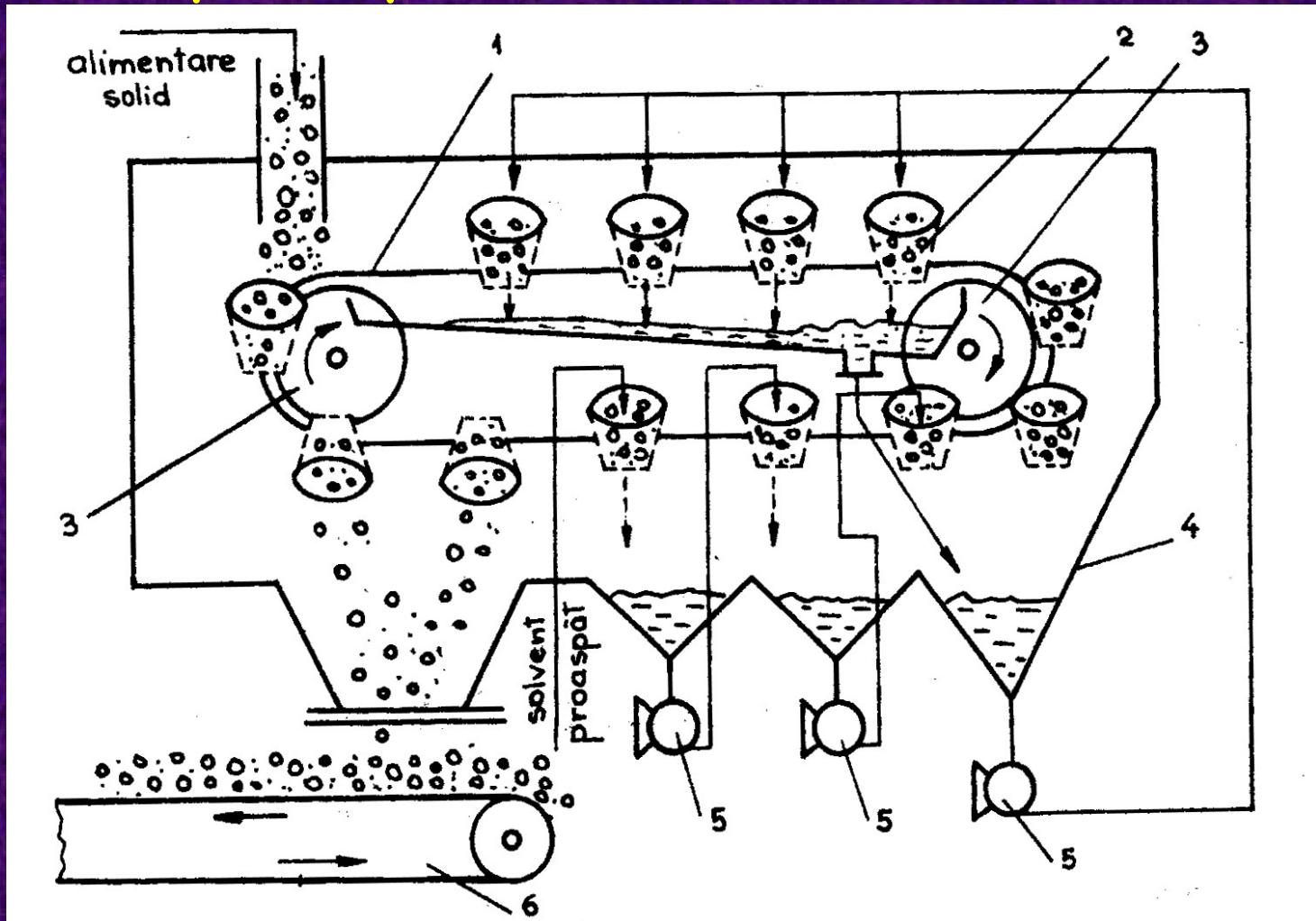
Fig. 340. Extractorul PTK

1 - corpul extractorului; 2 - bandă; 3, 4 - role de susținere; 5 - roată conducătoare; 6 - roată condusă; 7 - amestecător; 8 - pilule de alimentare; 9 - transportor melecul cu palete; 10 - pilule de încărcare; 11 - clapetă pentru reglarea înălțimii stratului; 12, 19 - dispozitiv pentru afinarea stratului superficial; 13 - valț de presare; 14 - raclete pentru curățire; 15 - pilule de descărcare; 16 - dispozitiv pentru afinarea materiilului presat; 17 - dozator; 18 - capac; 20 - dispozitiv de pulverizare; 21 -- rezervor colectare miscelă.

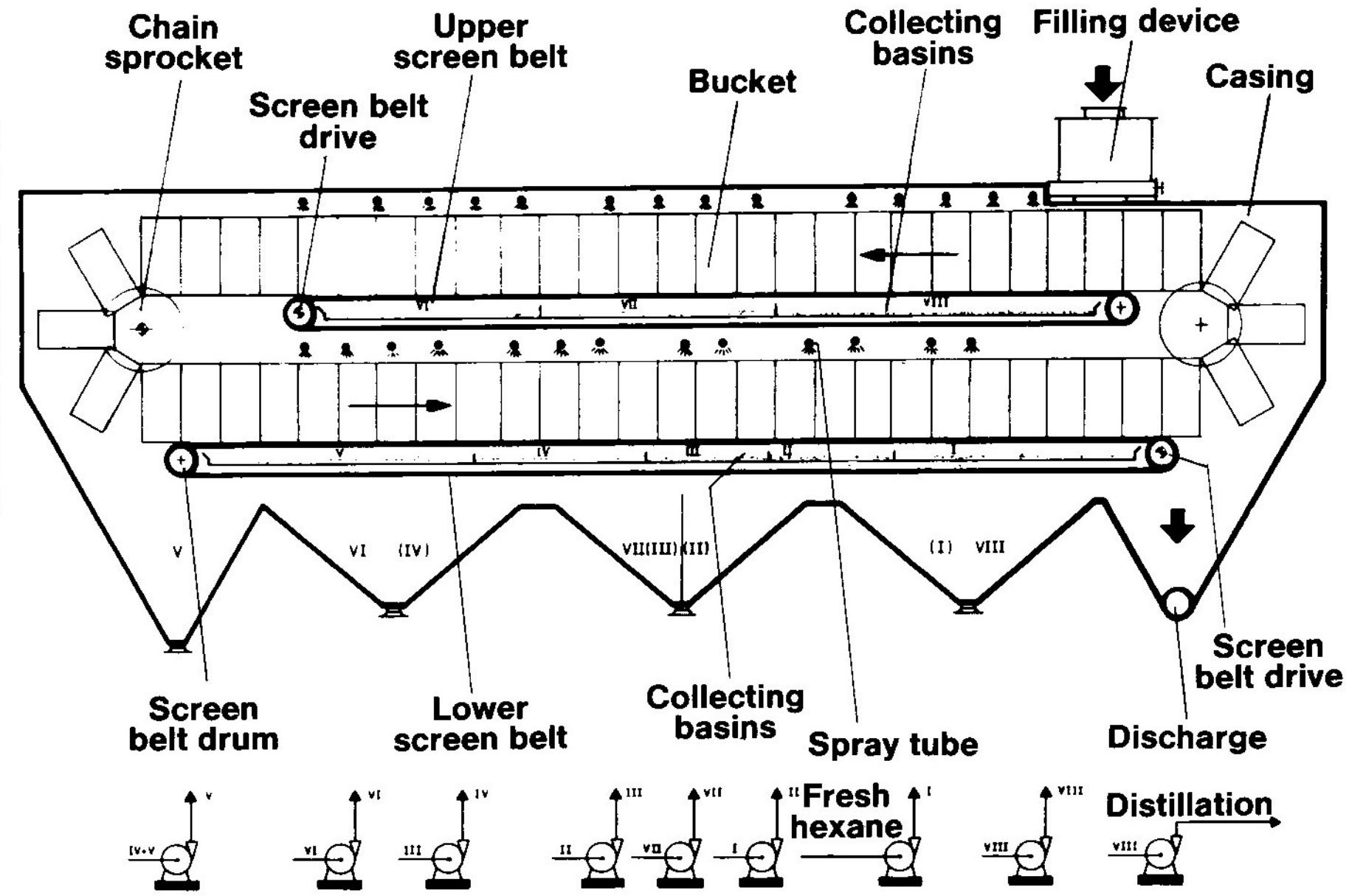
Extractoare orizontale cu cupe

- Extractoarele Lurgi
- Schema de principiu:

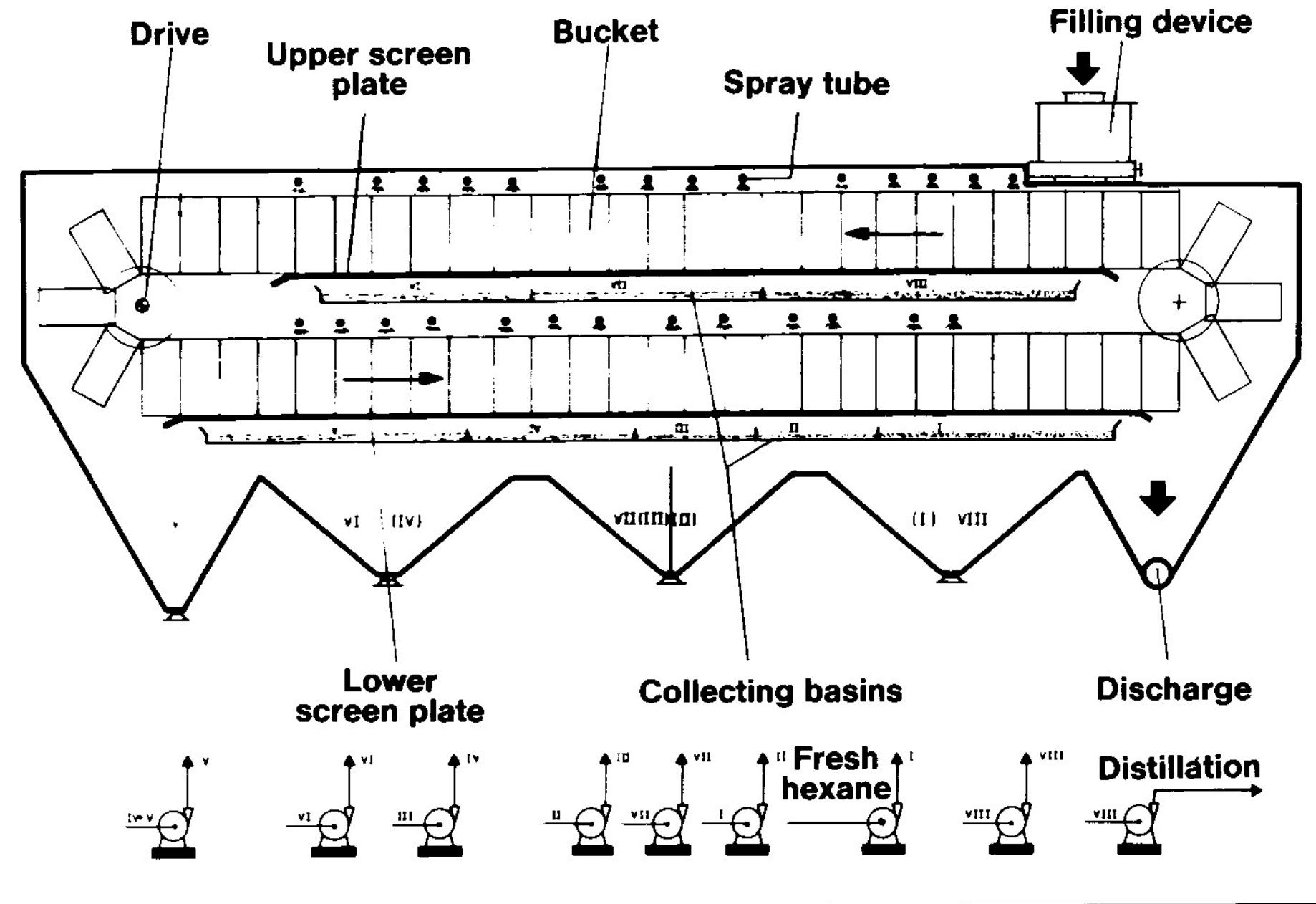
1-lanțul conveiorului, 2-coș perforat, 3-roțile conveiorului, 4-carcasa extractorului, 5-pompe vehiculare miscelă, 6-bandă descărcare solid epuizat



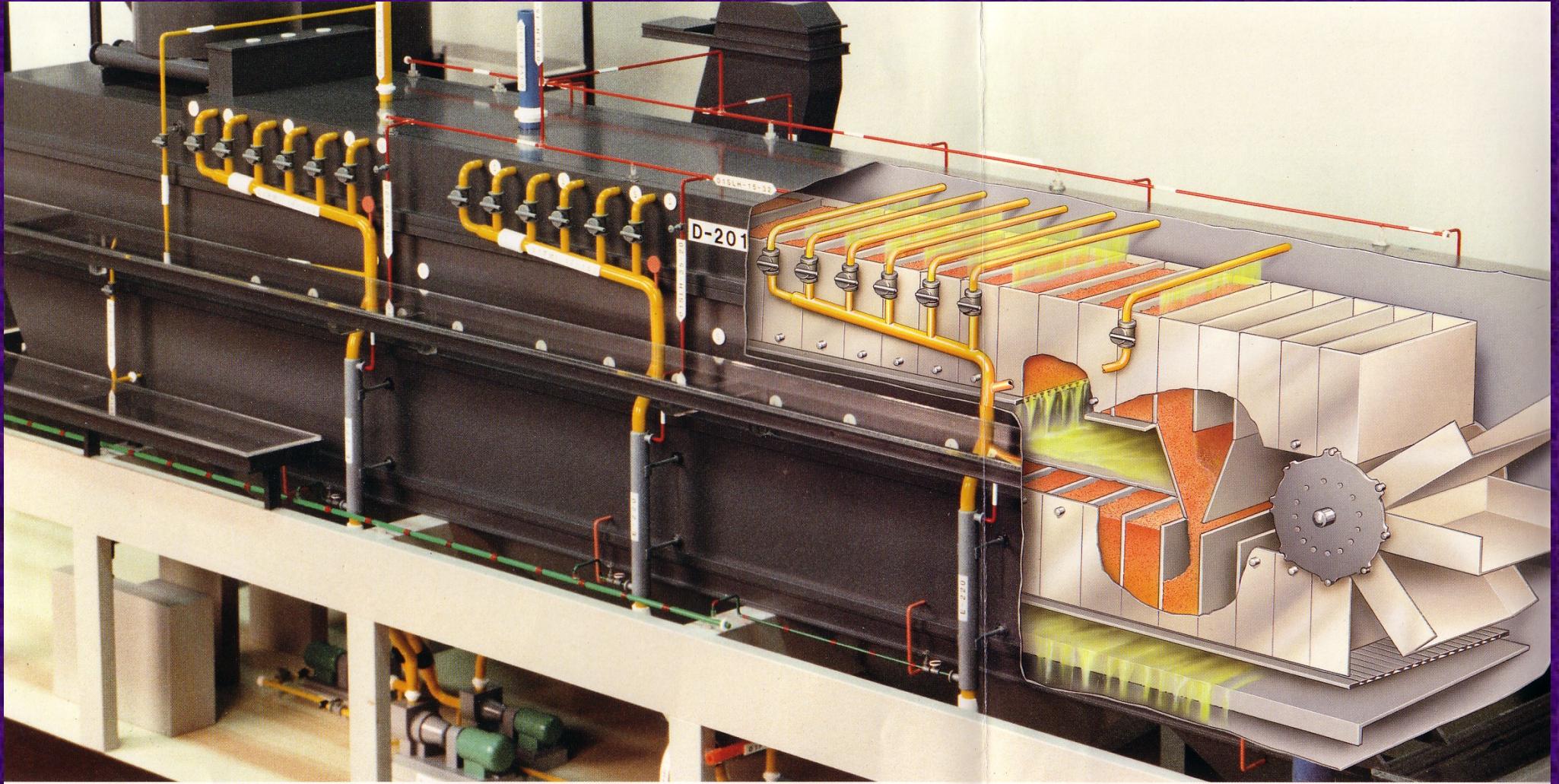
The Lurgi Frame Belt Extractor



The Lurgi Sliding Cell Extractor

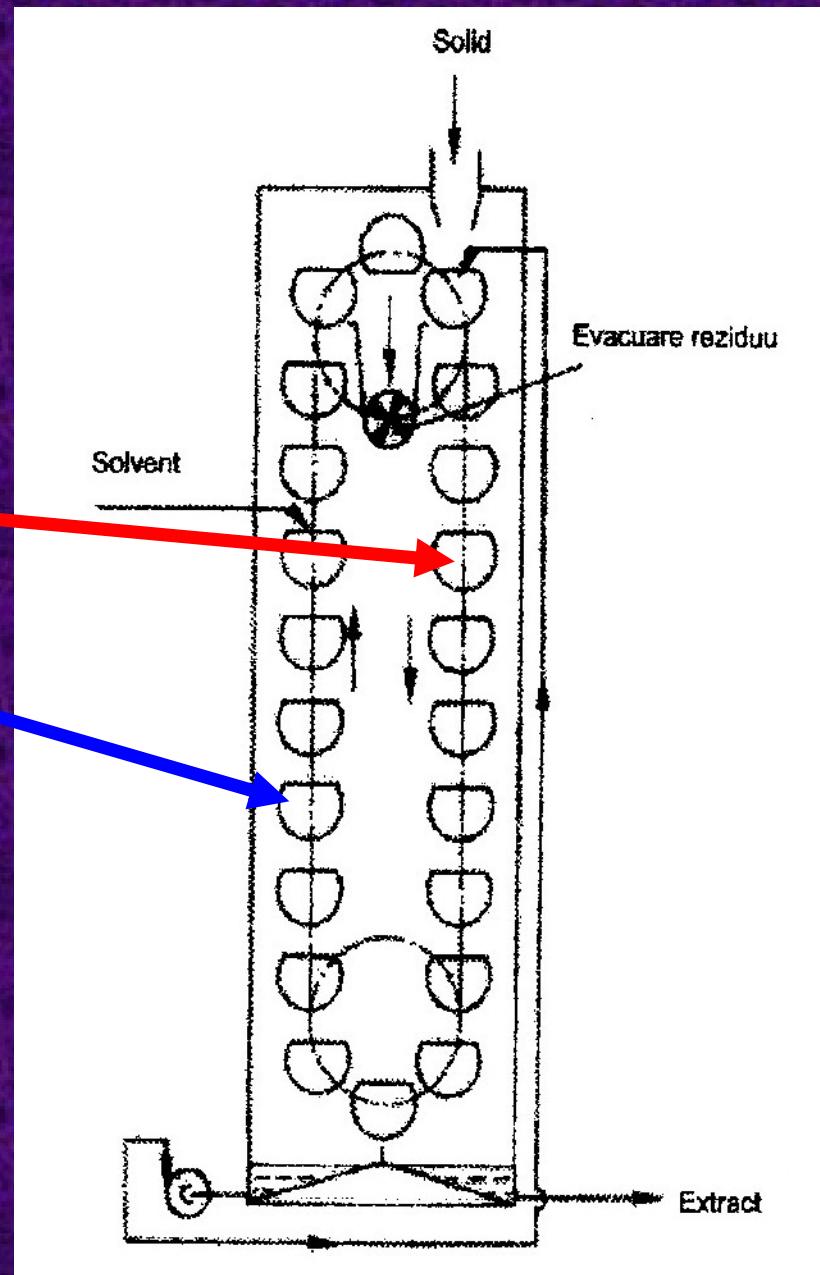


Extractor Lurgi



Extractoare verticale

- Extractorul Bollmann
- Doua circuite de spalare:
 - echicurent
 - contracurrent



Extractoare verticale

- Extractorul Bollmann:
detaliu umplere/golire
cupe (cosuri)

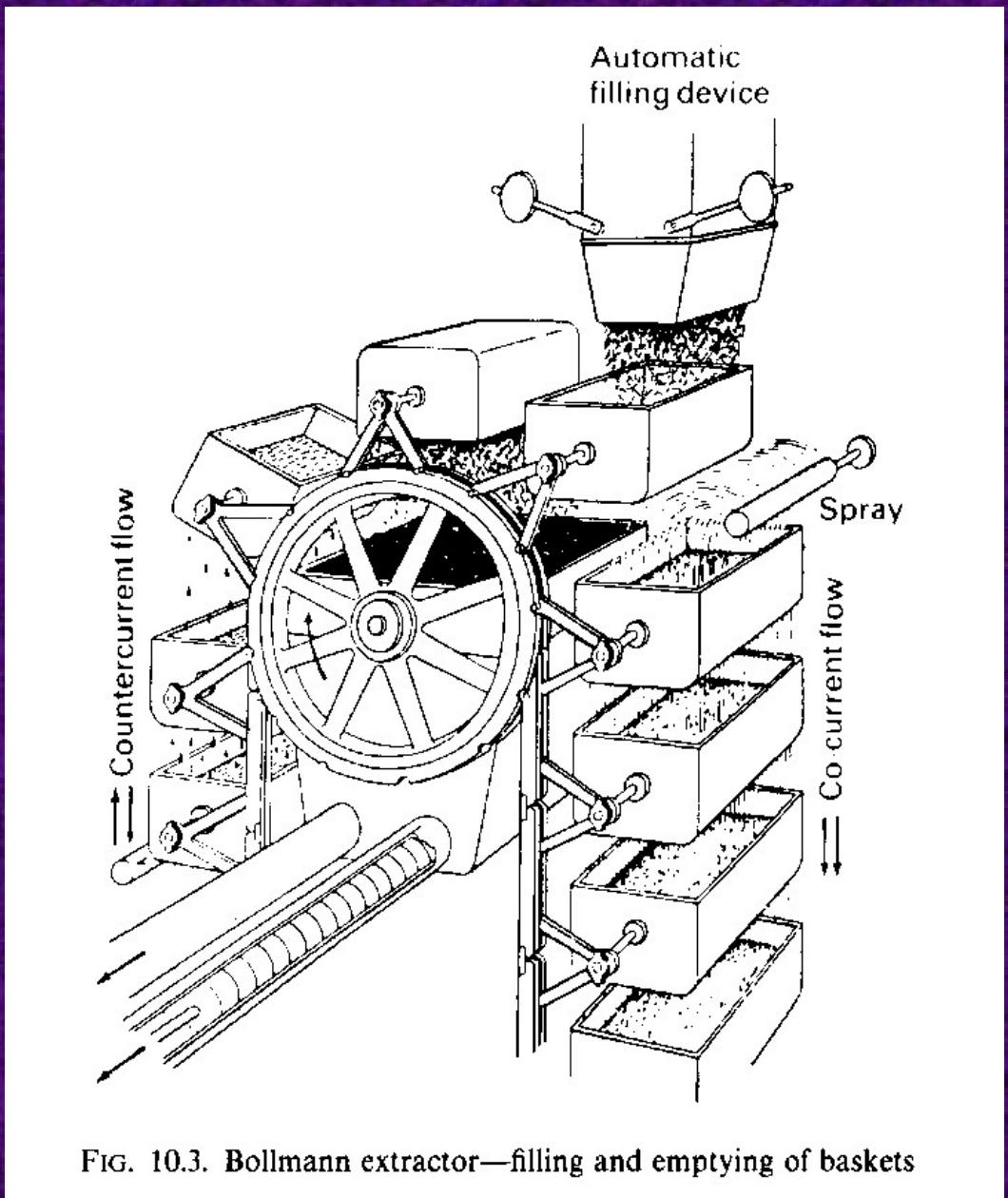


FIG. 10.3. Bollmann extractor—filling and emptying of baskets

Extractoare verticale

- Difuzorul Olier:
 - 6 coloane
 - transportor cu lant prevazut cu discuri perforate pt. transportul taiteilor
 - viteza lantului: 0,7 - 1 m/min

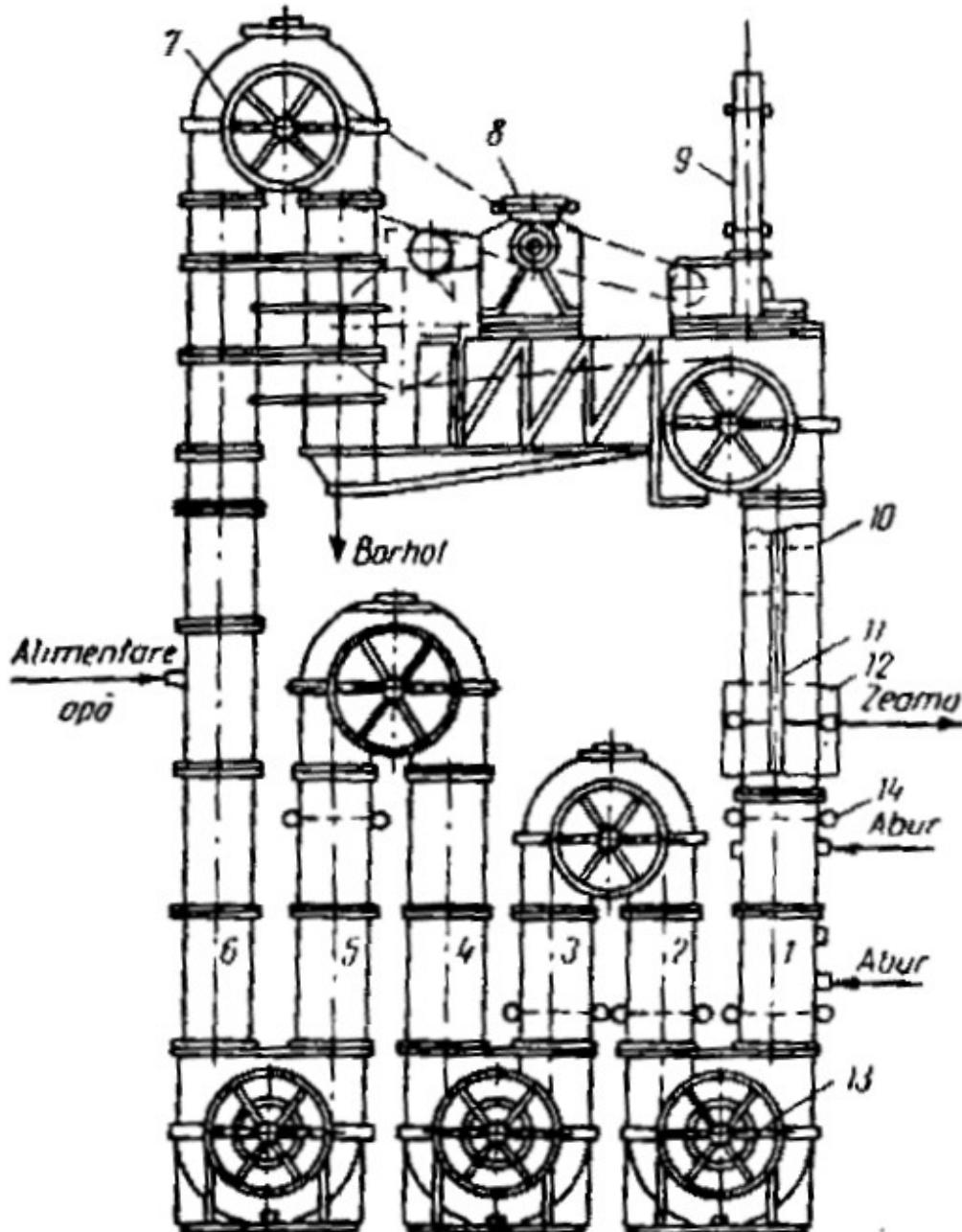


Fig. 341. Difuzor Olier.

Extractoare verticale

- Difuzorul BMA:
 - elementul de transport: suprafata elicoidală
 - turatia: 0,9 - 1,7 rpm
 - viteza taiteilor: 0,25 m/min

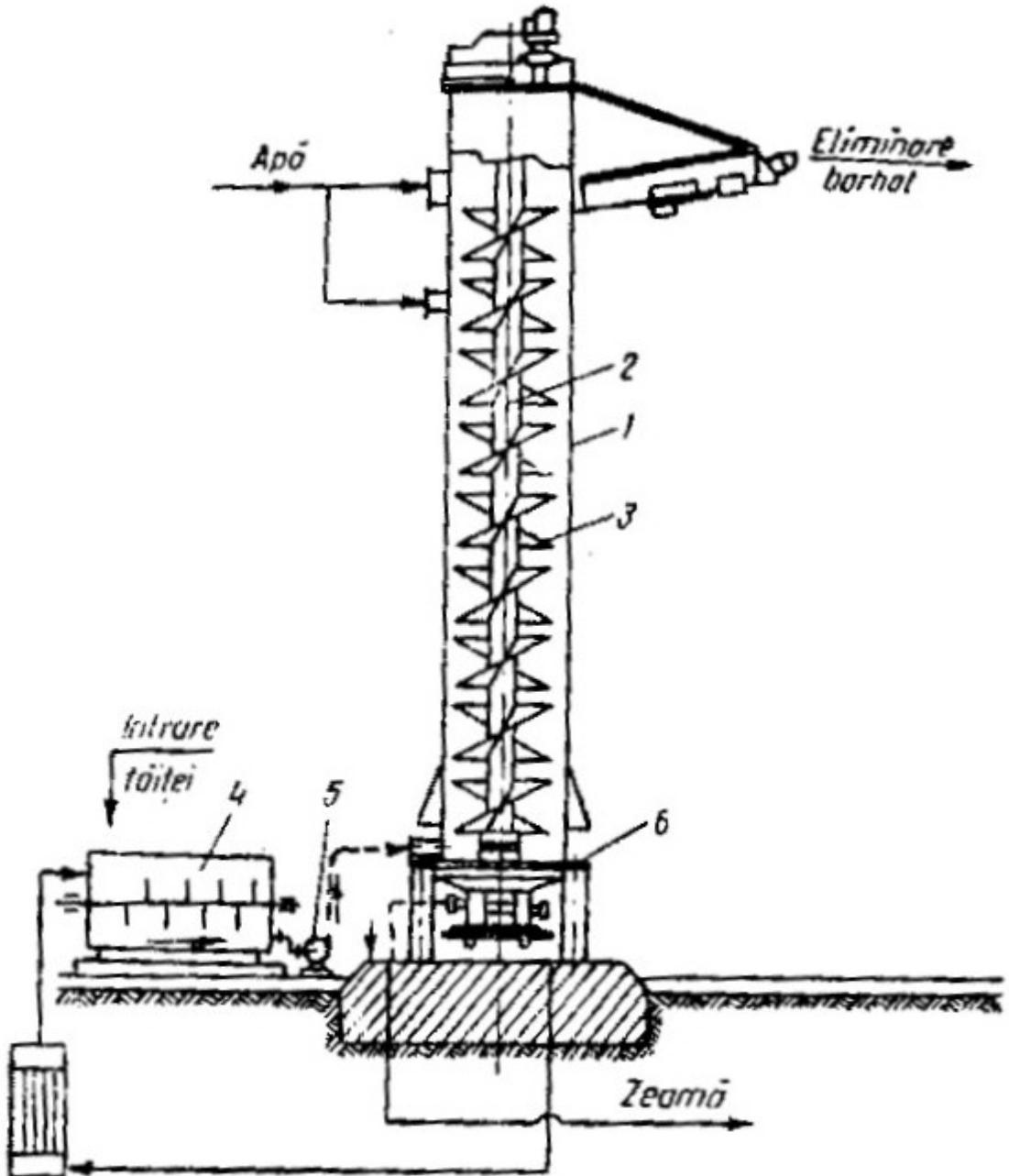


Fig. 342. Difuzor BMA.

Extractoare verticale

- Difuzorul Buchau-Wolf:

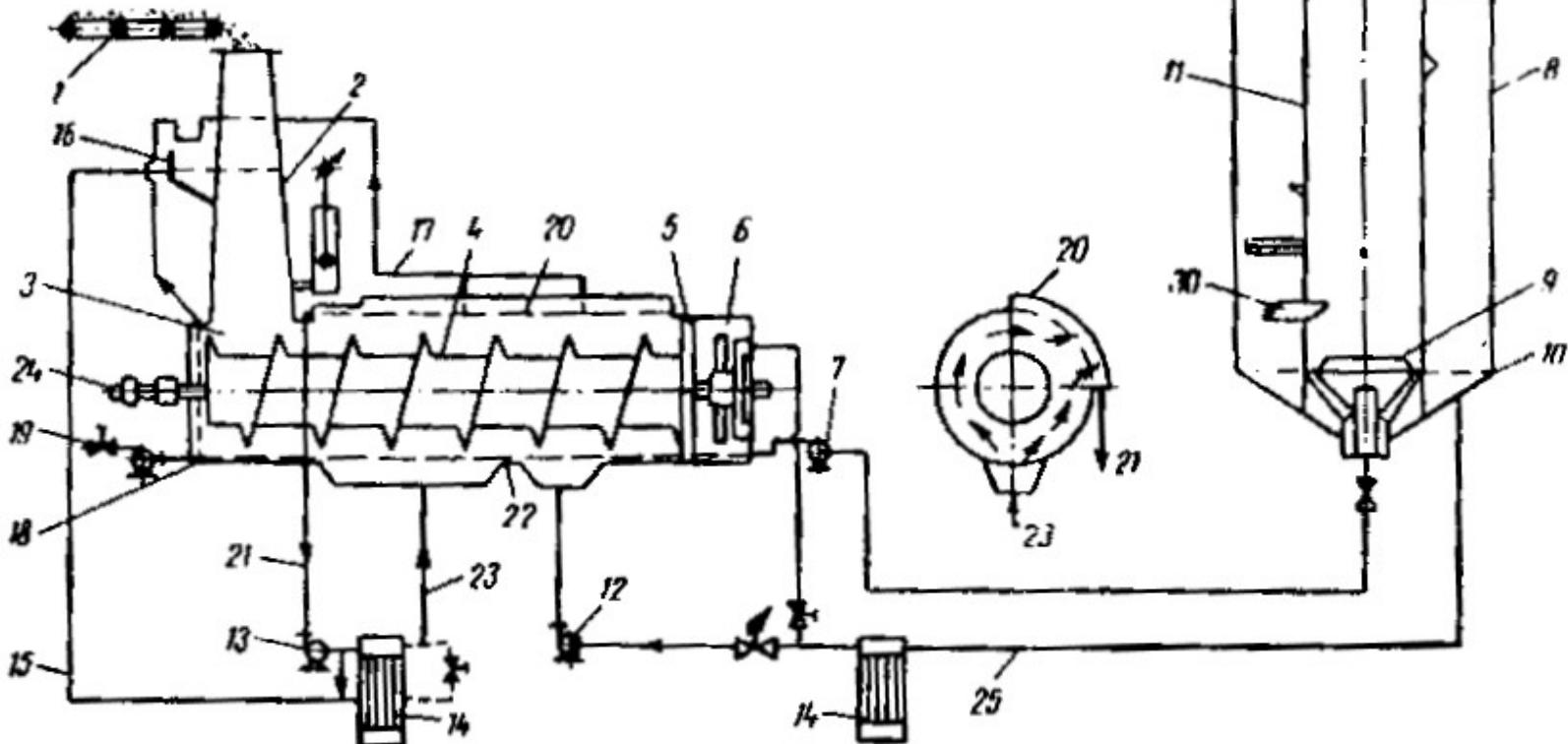
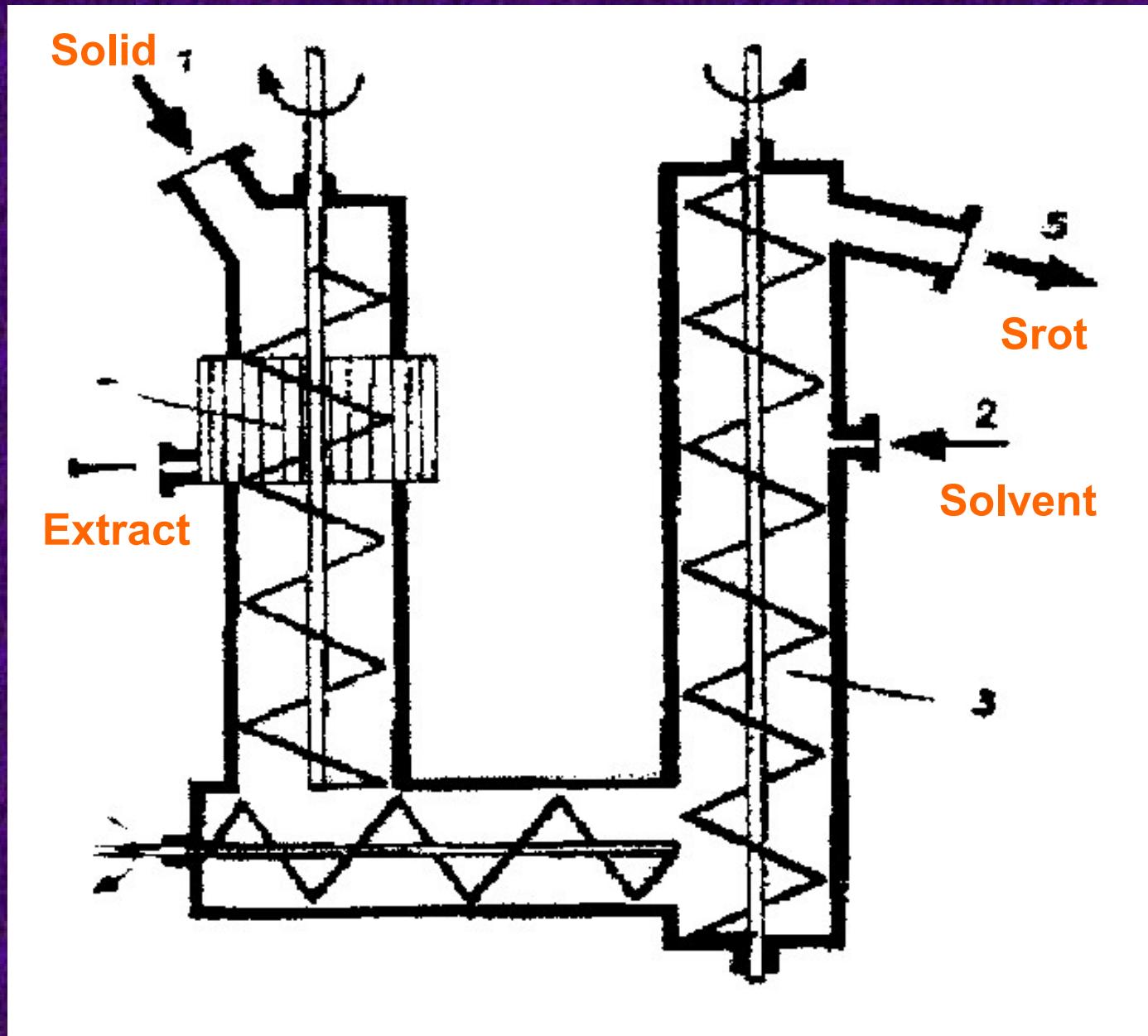


Fig. 343. Difuzor Buchau-Wolf:

1 - transportor; 2 - pfinie alimentare; 3 - baza pfiniei; 4 - axul tamburului; 5 - lamela de ghidaj; 6 - compartiment de amestec; 7 - pompă pentru tăișel; 8 - carcasa difuzorului; 9 - distributior de tăișei; 10 - sită; 11 - axul tubular (coloană) al difuzorului; 12, 13, 19 - pompă; 14 - preincălzitor; 15 - conductă de zeamă pentru spărgătorul de spumă; 16 - spărgător de spumă; 17 - conductă de acvare; 18 - sită frontală; 20 - sită cilindrică; 21 - conductă de aspirație a circuitului transversal; 22 - manta; 23 - conductă de presiune pentru circuitul transversal; 24 - acționare amestecător; 25 - conductă de zeamă de la coloană; 26, 27 - alimentare apă; 28 - acționare coloană; 29 - evacuare borbot; 30 - paletele difuzorului.

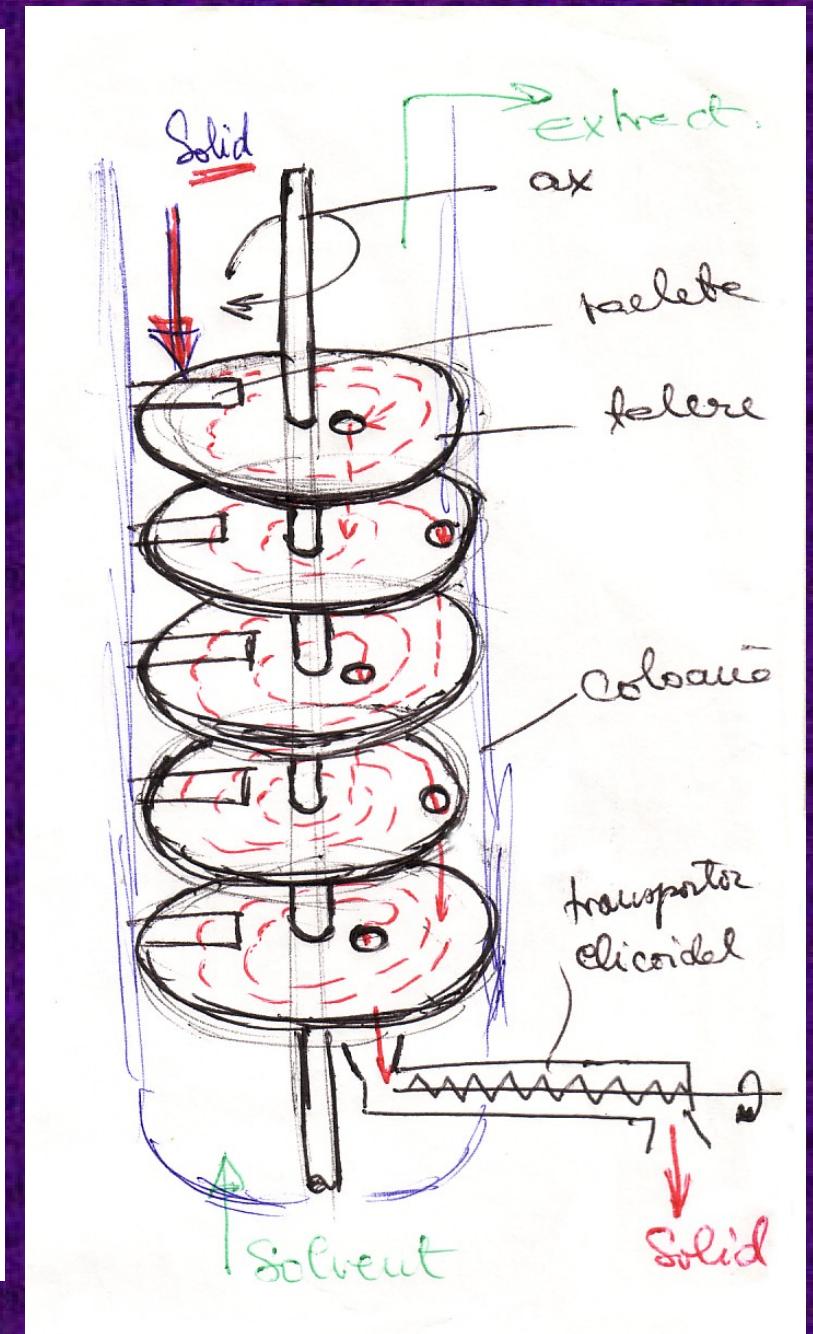
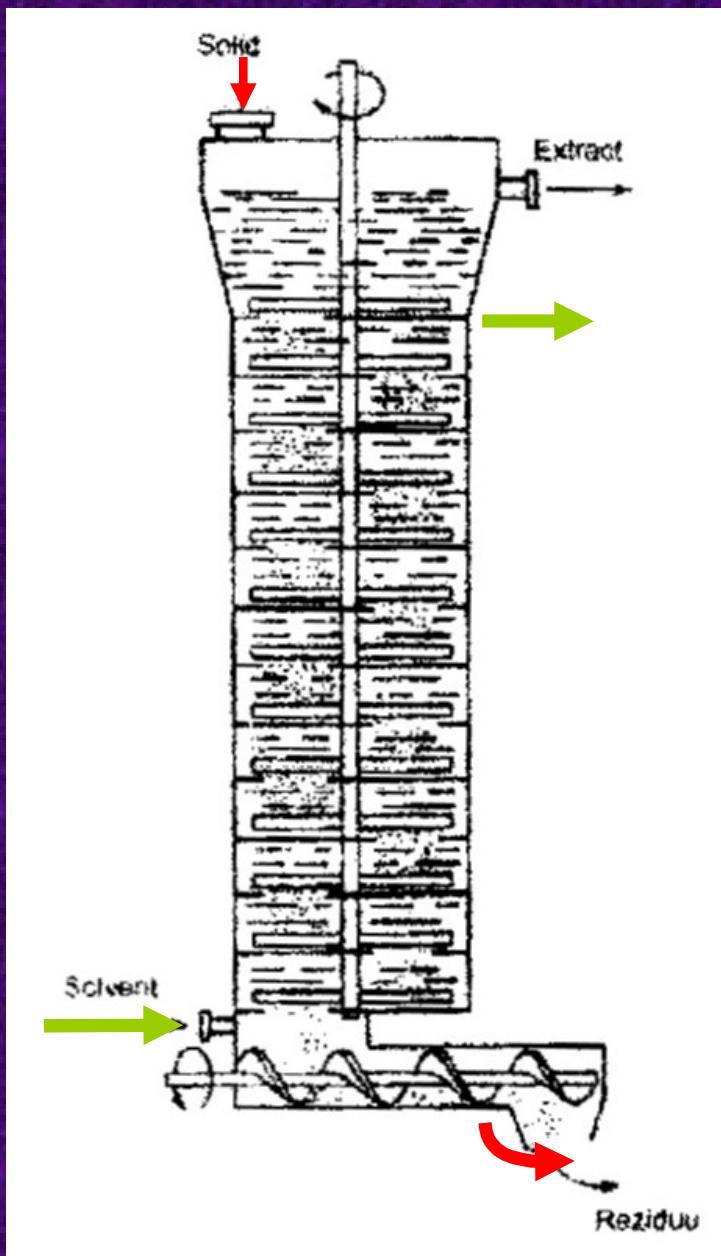
Extractorul cu imersie totală

- Extractorul Hildebrandt:
- 3 trsp. elicoidale perforate, cu viteze diferite
- util ptr. procesarea solidelor usoare, permeabile.



Extractorul Bonotto

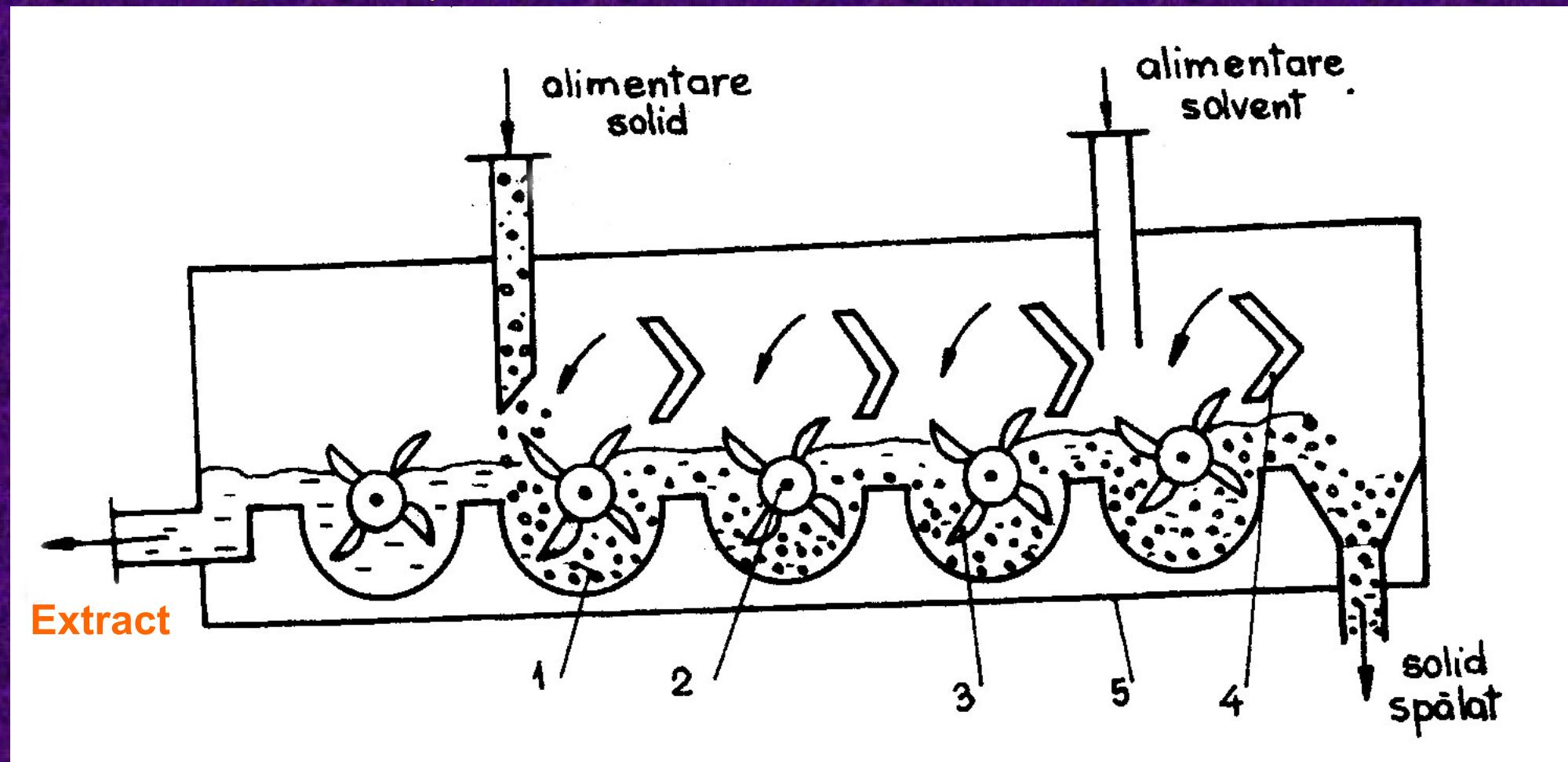
- Extractor vertical tip coloana



Extractoare inclinate

Extractorul Kennedy

1 - celula; 2 - rotor; 3 - palete (lopeti);
4 - stergator padela; 5 - carcasa



Extractoare inclinate

• Difuzorul DdS

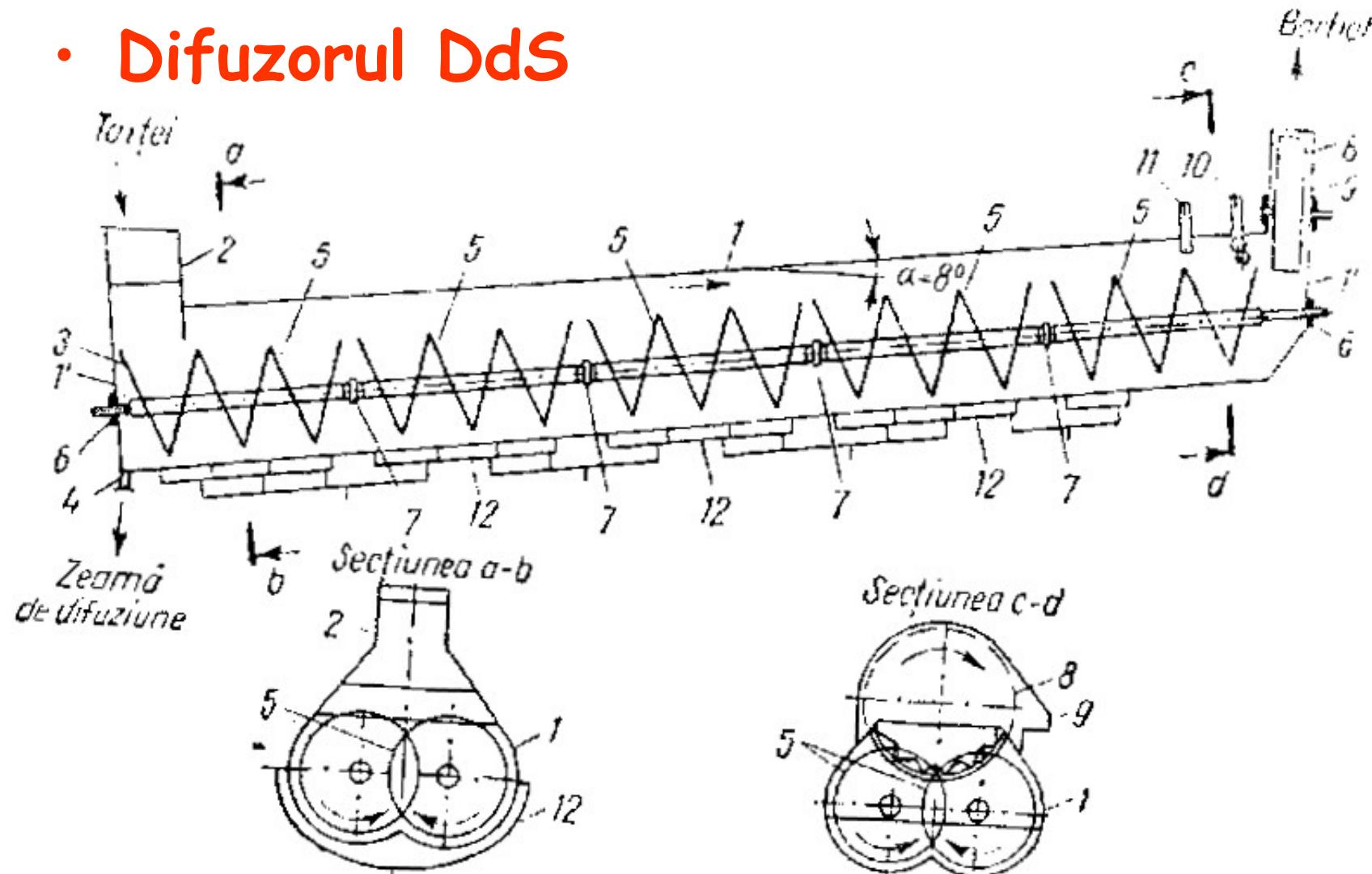
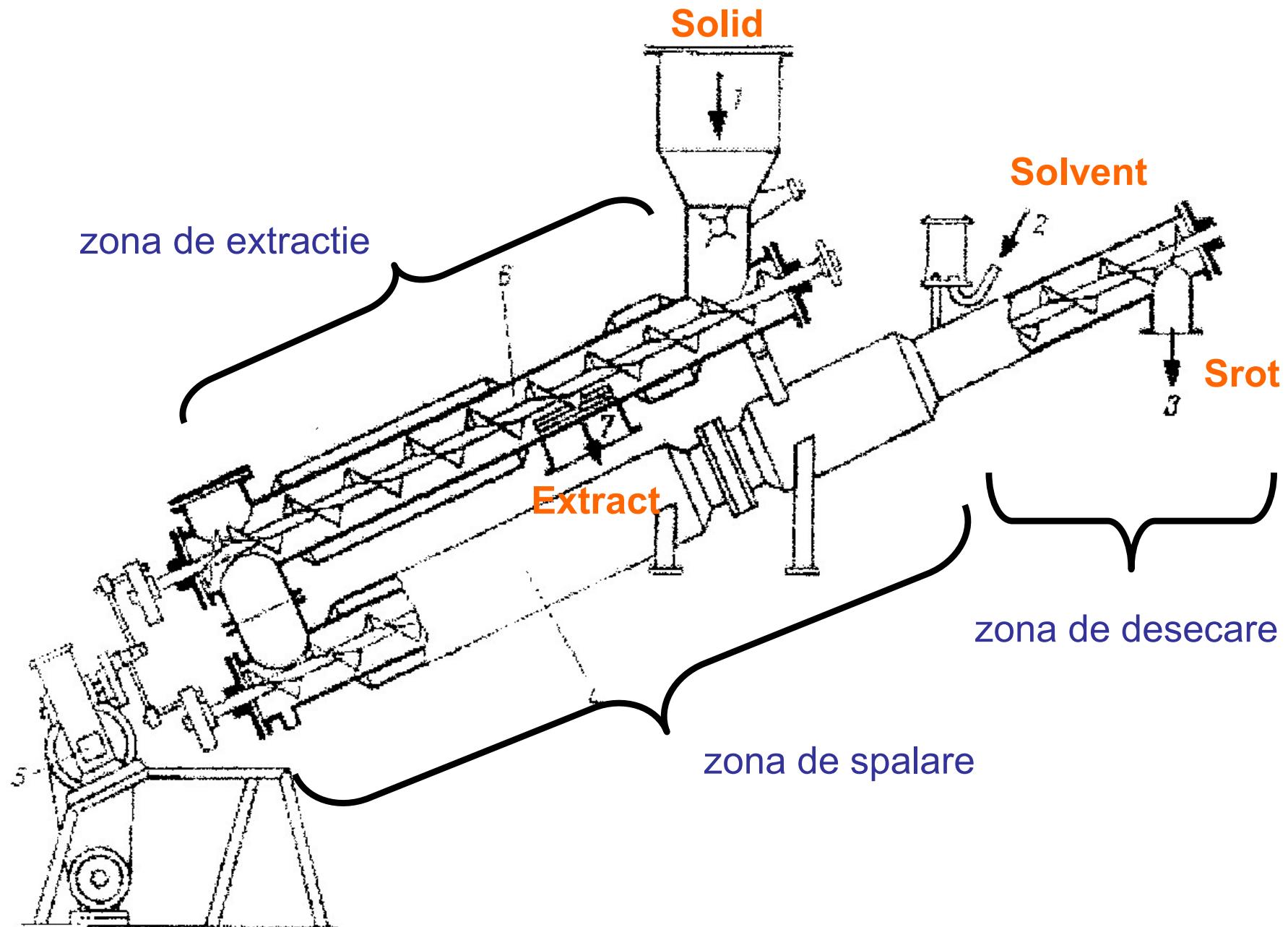


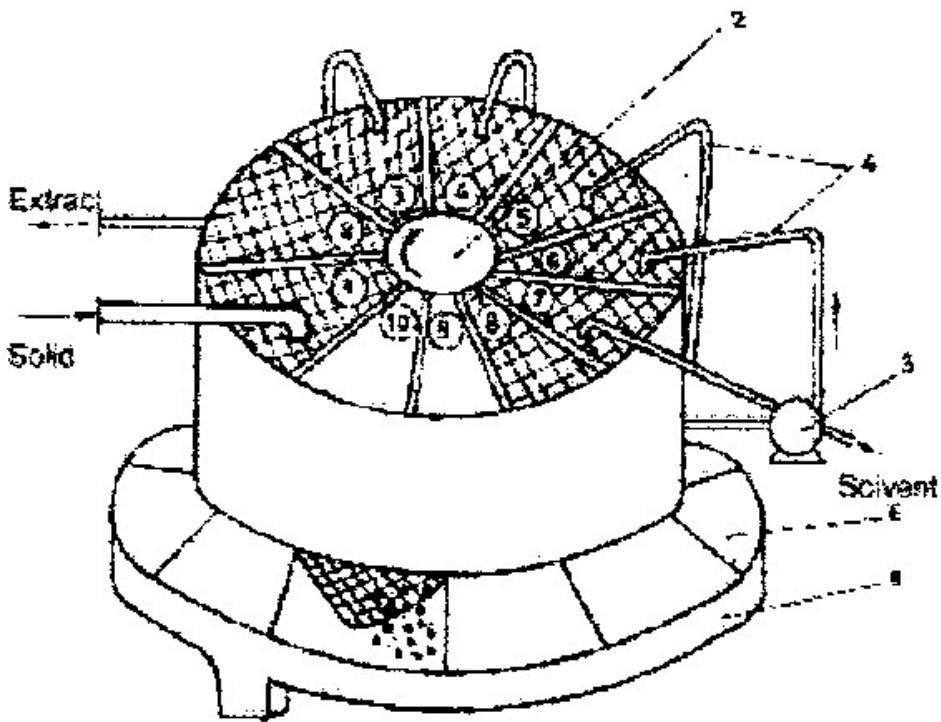
Fig. 57. Schița aparatului de difuziune D.d.S.

Extractoare inclinate



Extractoare carusel

- Extractorul Rotocel:
 - modificare a sistemului Shanks:
 - tancurile de spalare sunt mistrate continuu;
 - un rotor invarte 6 - 18 celule deasupra unei site fine care sustine solidul



Extractorul Rotoce!

1 - celulă de lucru; 2.- rotor; 3.- pompă transvazare lichid; 4.- conductă transvazare; 5.- masă fixă compartimentată; 6. – compartiment colectare extract

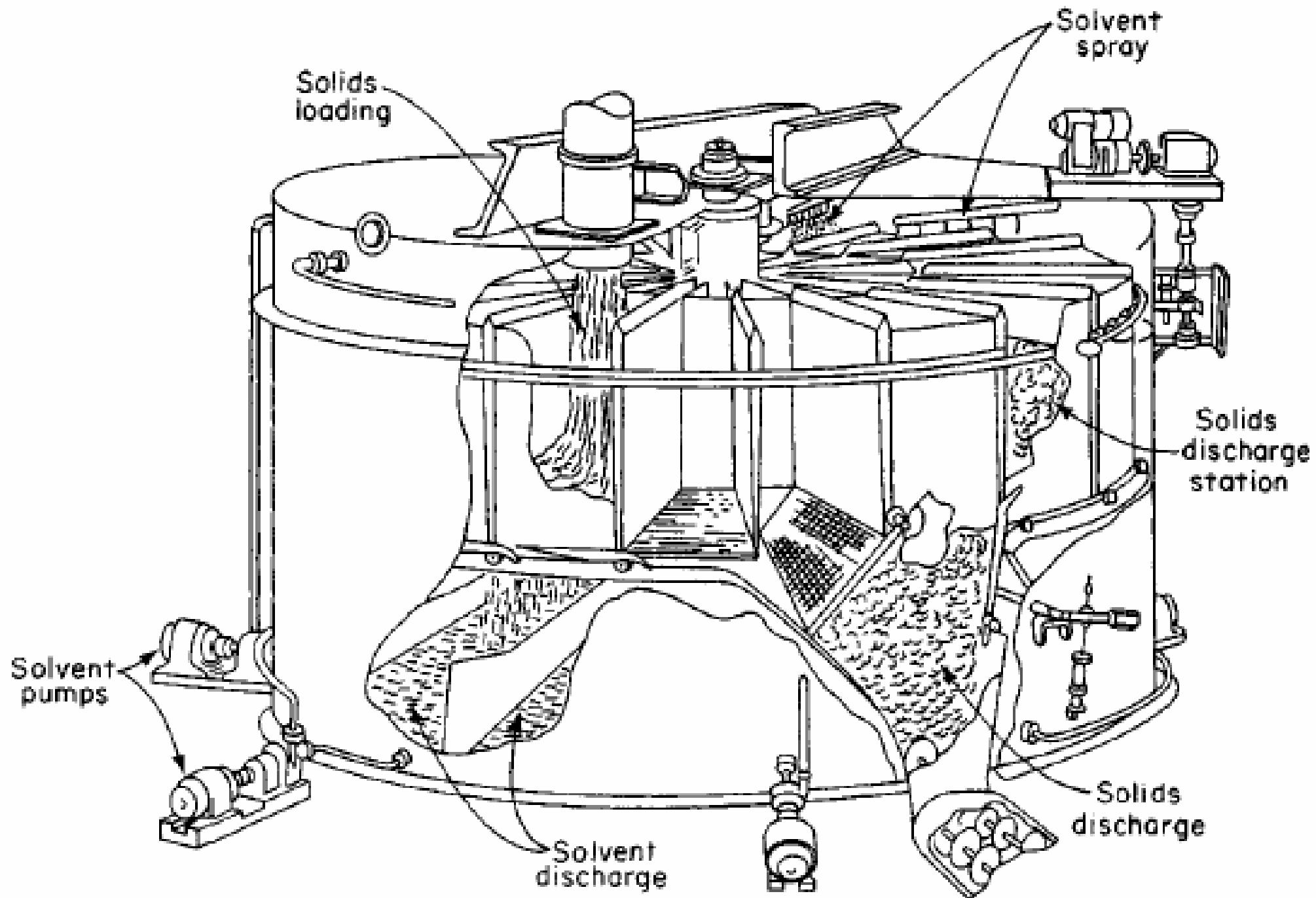


FIG. 18-77 Rotocel extractor. [Rickles, Chem. Eng. 72(6): 164 (1965). Used with permission of McGraw-Hill, Inc.]

Extractorul Rotocel

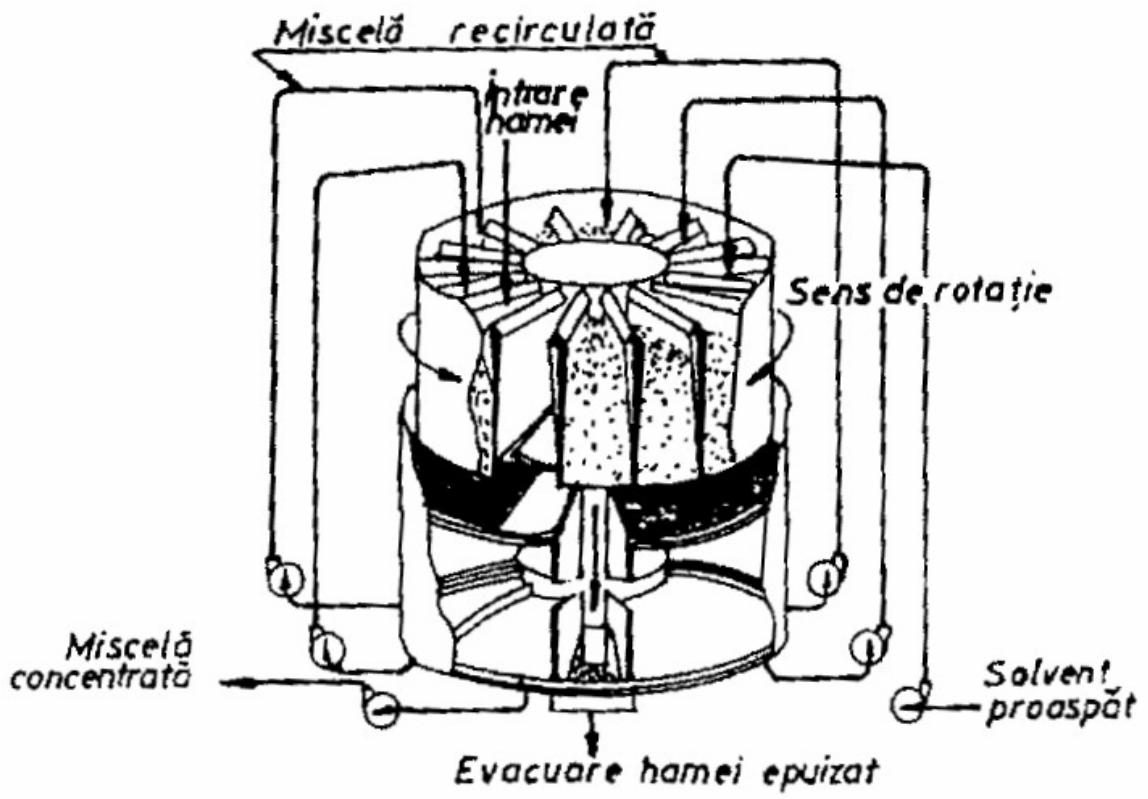
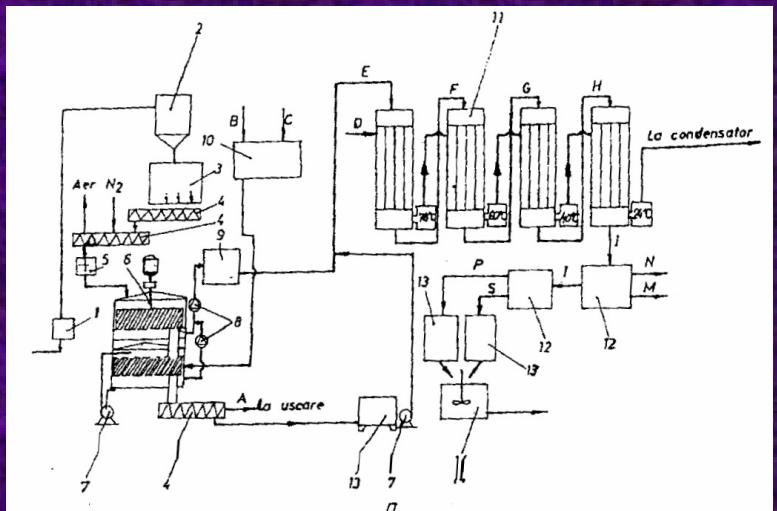


Fig. 22.18. Instalație pentru obținerea extractului de hamei cu alcool – procedeul Horst:
 a – schema instalației de extracție și concentrare: 1 – separator de impurități; 2 – buncăr; 3 – siloz; 4 – transportor; 5 – moară umedă; 6 – extractor; 7, 8 – pompe; 9 – filtru; 10 – rezervor solvent; 11 – instalație de evaporare; 12 – separator; 13 – rezervor; 14 – amestecător; A – hamei epuizat; B – alcool proaspăt; C – alcool de la rectificare; D – abur; E – miscelă cu concentrație 3%; F – produs concentrat 4%; G – produs concentrat 6%; H – produs concentrat 12%; I – concentrat; M – mircen; N – alcool; P – polifenoli; S – substanțe amare;
 b – schema de principiu a extractorului tip Carusel cu două compartimente suprapuse.

Extractoare rotative

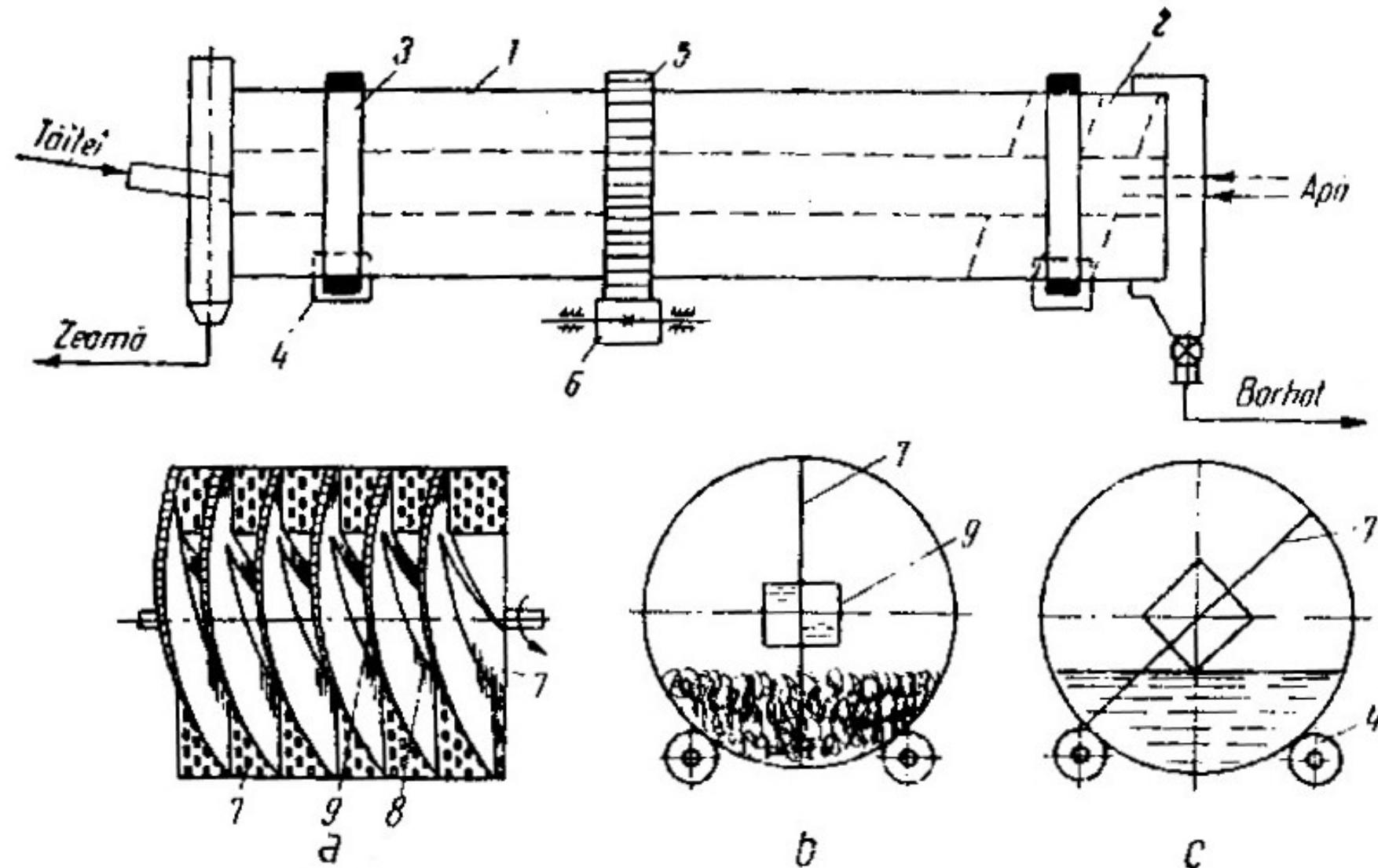


Fig. 338. Difuzoral R.T.:

1 - tambur orizontal; 2 - șurub miec; 3 - bandaj; 4 - rolă de susținere; 5 - coroană dințată; 6 - sistem de întreținere; 7 - site; 8 - placă centrală; 9 - table înclinate; a - detaliu interior; b, c - secțiuni transversale.