

“EXTRACCIÓN POR SOLVENTE DE ACEITES DE OLEAGINOSAS: INFLUENCIA DEL TIPO DE CONTACTO SÓLIDO-LÍQUIDO”


por

MARÍA DEL CÁRMEN PRAMPARO

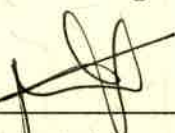
Esta Tesis fue presentada para la obtención del título de
Magister en Ingeniería Química
y aprobada en su forma final según la reglamentación vigente de la
Escuela de Postgrado de la Universidad Nacional de Río Cuarto



Prof. Dr. Miguel A. Mattea
Director

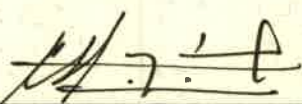


Prof. Dr. Joaquín A. Orejas
Coordinador Maestría en Ingeniería Química - UNRC




Prof. Pedro Ducanto
Secretario Académico Facultad de Ingeniería - UNRC

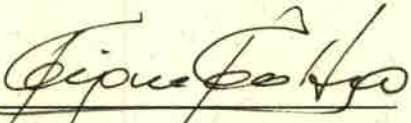
Jurado de Tesis:




Prof. Dr. Carlos Alberto Guzmán



Prof. Dr. Sergio Adrián Giner

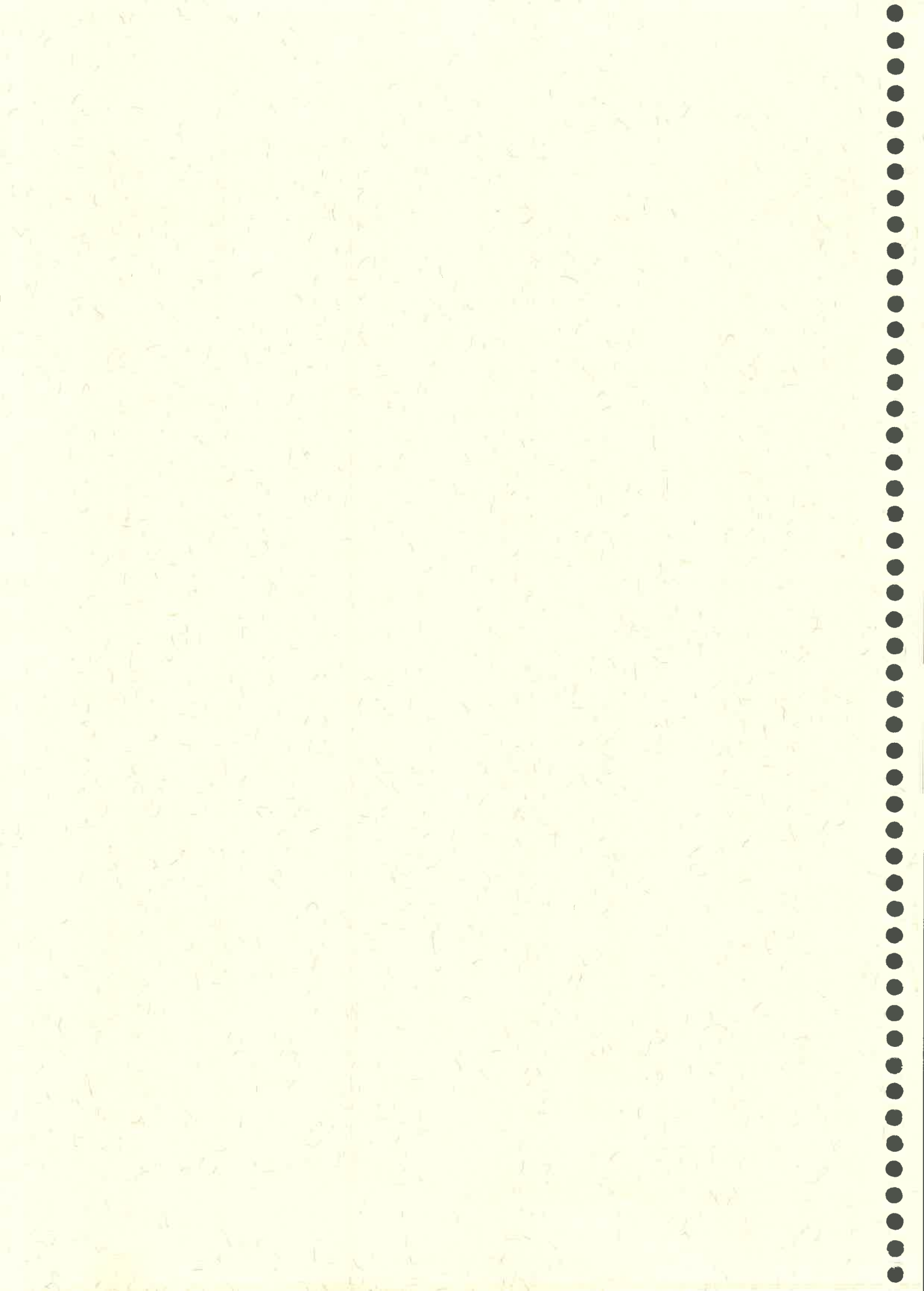


Prof. Dr. Miguel Ángel Mattea



Prof. Dr. Joaquín Aníbal Orejas

Río Cuarto, Agosto de 2002



DONACION

Don. : TESIS

Exp. :

Invl N : 59942



59942

FACULTAD DE INGENIERÍA
UNIVERSIDAD NACIONAL DE RÍO CUARTO

TESIS DE MAESTRÍA EN INGENIERÍA QUÍMICA

*“Extracción por solvente de aceites de oleaginosas:
influencia del tipo de contacto sólido-líquido”.*

MARÍA DEL CARMEN PRAMPARO

RÍO CUARTO, 2001

59942

MPN:
Quant:
T-353

Esta tesis se presenta como parte de los requisitos para optar por el grado Académico de Master en Ingeniería Química, de la Universidad Nacional de Río Cuarto. Las experiencias realizadas en el marco de este trabajo fueron llevadas a cabo en una primera etapa en el Food Protein Research and Development Center de Texas A&M University en College Station, Texas y se culminaron en las instalaciones de la Planta Piloto de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Río Cuarto, bajo la dirección del Dr. Miguel A. Mattea, Profesor Titular del área de Ciencias Aplicadas en Ingeniería Química, de la Universidad Nacional de Río Cuarto.



Dedicada a mi familia

Agradecimientos

Deseo agradecer a mi director, Miguel Mattea, por su valiosa colaboración y por la dedicación que ha prestado a mi trabajo de tesis y a mi formación.

A Steve Gregory y Chas Teeter por su cooperación durante mi estadía en Texas A&M University.

A la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Río Cuarto por brindarme los medios necesarios para la concreción de este trabajo.

A mis compañeras de trabajo, Miriam y Cecilia por su permanente apoyo y aliento.

ÍNDICE

Resumen

Introducción	1
1 La industria aceitera	
1.1. Tecnología de aceites.....	4
1.2. Tecnología para la obtención de aceite crudo	5
1.3. Descripción de las etapas de una planta de obtención de aceite crudo	5
1.4. Materias primas. Productos.....	10
2 La operación de extracción	
2.1. Descripción.....	12
2.2. Fuentes de aceite residual.....	13
2.3. Factores que influyen en el proceso de extracción.....	14
2.4. Equipos industriales	17
3 Desarrollo experimental	
3.1. Percolación versus inmersión.....	26
3.2. Intermitencias en el regado	30
3.3. Resultados	32
3.4. Conclusiones.....	35
4 Modelado del proceso de extracción	
4.1. Antecedentes.....	37
4.2. Desarrollo del modelo.....	39
4.3. Resultados	53
4.4. Convalidación de los modelos teóricos.....	58
4.5. Conclusiones	61
Conclusiones finales	62

Apéndices

Apéndice A. Propiedades físicas.....	64
Apéndice B. Programas de cálculo	69
Apéndice C. Resultados complementarios.....	92
Nomenclatura	94
Referencias	96
Publicaciones originadas a partir de esta tesis	102

Introducción

La obtención de aceites vegetales a partir de semillas oleaginosas tal como se lleva a cabo actualmente en la mayoría de las industrias aceiteras, involucra una etapa de extracción con un solvente orgánico (hexano es el más utilizado). En la transferencia del aceite desde el sólido hasta el solvente se presentan distintos mecanismos: el material a extraer (semilla preparada especialmente para la extracción) se pone en contacto con el solvente que inunda los poros interiores de cada partícula y disuelve el aceite formando una miscela (aceite en solución con el solvente) cuya composición queda establecida por el equilibrio logrado con el aceite contenido en el sólido. A través de esta miscela, el aceite difunde hacia el exterior de la partícula y posteriormente es transportado hacia la salida del lecho por la corriente global. Tan importante como la difusión del aceite dentro del sólido es el lavado o arrastre del aceite desde su superficie. El *tipo de contacto* sólido-líquido es un factor de relevante importancia en la eficiencia de esta operación (1,2).

En la mayoría de los extractores comerciales, las partículas sólidas están dispuestas sobre una base perforada formando un lecho que transporta los sólidos hacia la salida del equipo, mientras el líquido atraviesa el lecho de partículas siguiendo dos diferentes esquemas: inmersión y percolación. En el caso de extracción por inmersión, las partículas están completamente sumergidas en el líquido. En el caso de extracción por percolación, el líquido se esparce sobre la superficie del lecho a una velocidad lo suficientemente baja para evitar la inundación del mismo. Algunos extractores comerciales utilizan los dos esquemas combinados (3,4,5).

Entre las principales ventajas del método de inmersión está la de asegurar un buen contacto sólido-líquido, aunque los primeros diseños de extractores que utilizaban este método de contacto presentaban otros inconvenientes como el de no poder trabajar con grandes capacidades. El extractor por percolación, más usado actualmente, asegura buenas eficiencias de extracción y permite la construcción de equipos de gran capacidad. Sin embargo, la probabilidad de aparición de zonas de mal contacto sólido-líquido utilizando el método de percolación es mayor que con el de inmersión.

El modelado fenomenológico de la operación provee un medio de análisis que permite interpretar y explicar los resultados observados. Entre los modelos existentes al

presente, que describen el proceso de extracción, se cuenta con un método para predecir, a partir de determinaciones de laboratorio, el tiempo de retención y la concentración de miscela en extractores de aceite comerciales funcionando con percolación o inmersión (7). Si bien este modelo permite realizar el diseño de un extractor de escala industrial, posee las restricciones impuestas por los resultados empíricos.

Schwartzberg (8,9,10) realizó importantes aportes en el modelado de extractores, considerando al extractor continuo como un conjunto de etapas de lecho fijo las cuales pueden ser modeladas en forma independiente y luego ser unidas utilizando un principio de superposición. En este modelo es posible conocer las composiciones de cada etapa, sin describir las variaciones de las composiciones con la posición del lecho.

Con la utilización del modelo para el lecho fijo planteado por Majumdar (11), que a diferencia del propuesto por Crank (12), considera los efectos externos a la partícula, y mediante la resolución numérica de los balances micro y macroscópicos de masa planteados para las etapas, Pramparo et al. (13) presentaron una descripción del comportamiento de un extractor por percolación considerando completa inundación del lecho. Sin embargo no se encuentran disponibles en bibliografía modelos que incorporen la posibilidad de trabajar con un lecho que no se encuentra totalmente saturado de líquido.

En base a la hipótesis de que el método de contacto tiene influencia sobre la eficiencia del proceso de extracción de aceite a partir de semillas oleaginosas, se establecen como objetivos de la presente tesis los siguientes:

1- Comparar experimentalmente el comportamiento de un lecho de partículas oleaginosas cuando es sometido a un proceso de extracción bajo las siguientes formas de contacto sólido-líquido, a saber:

a- *Lecho de percolación completamente inundado*: pasaje continuo de miscela a través de un lecho fijo de partículas, donde la inundación asegura que la miscela ocupa todos los espacios libres.

b- *Lecho de percolación con lavado (aspersión) continuo*: pasaje continuo de miscela a través del lecho, el cual se encuentra parcialmente inundado.

c- *Lecho de percolación con lavado intermitente*: etapas intercaladas de lavado y drenaje del lecho.

2- Generar un modelo matemático basado en la interpretación física de los fenómenos involucrados en el proceso de extracción tal que permita predecir el

comportamiento de lechos sometidos a extracción bajo las condiciones de inmersión y percolación.

La presentación de este trabajo está organizada en cuatro capítulos. En el Capítulo 1 se realiza una descripción de la tecnología actualmente utilizada en la industria aceitera para la obtención de aceite crudo a partir de semillas oleaginosas. En el Capítulo 2 se presenta una descripción de la operación de extracción por solvente, un análisis de los parámetros que influyen en esta operación y los diferentes equipos que se utilizan a escala industrial.

En el Capítulo 3 se muestran los resultados experimentales obtenidos en las pruebas de extracción bajo diferentes formas de contacto, así como los procedimientos y los materiales utilizados en dichas pruebas. Finalmente en el Capítulo 4 se presenta el modelado teórico postulado para representar los resultados experimentales obtenidos, así como el comportamiento del modelo frente a cambios en los diferentes parámetros utilizados.

En el Apéndice A se presenta la información utilizada para la determinación de propiedades físicas y coeficientes utilizados en el modelado. En el Apéndice B se listan los programas computacionales desarrollados para la resolución numérica de las ecuaciones de los modelos matemáticos planteados. En el Apéndice C se muestran resultados complementarios tanto teóricos como experimentales.

Capítulo 1

La industria aceitera

Con el objetivo de presentar el contexto en el cual se halla enmarcado el tema objetivo de la presente tesis, se hace una descripción de la tecnología utilizada en la obtención de aceite crudo a partir de semillas oleaginosas.

1.1. Tecnología de aceites

La industria de procesamiento de oleaginosas, una de las más antiguas del mundo, representa actualmente un sector de gran importancia económica en la industria de los alimentos (3).

El procesamiento de semillas oleaginosas involucra las etapas desde que el grano llega a la planta de proceso hasta que se obtienen los productos de mayor interés: aceite crudo, aceite refinado y harina para alimentación animal.

Actualmente, con los nuevos desarrollos para obtención de otros subproductos de importante valor agregado, una planta completa para el manejo y el procesamiento de granos y semillas oleaginosas para producir productos alimenticios para humanos y animales, puede contener algunas o todas de las siguientes partes:

- 1- Manejo, secado y almacenamiento de granos.
- 2- Preparación de la semilla.
- 3- Extracción por prensado.
- 4- Extracción por solvente.
- 5- Refinado del aceite.
- 6- Intermedios farmacéuticos y químicos.
- 7- Procesos de ácidos grasos.
- 8- Proteínas comestibles y molienda seca.
- 9- Molienda húmeda.

1.2. Tecnología para la obtención de aceite crudo

Las plantas de extracción de aceites poseen básicamente la misma tecnología adoptada varios años atrás, aún vigente. A pesar de los esfuerzos realizados para encontrar tecnologías alternativas superadoras (fundamentalmente por el inconveniente del uso del hexano como solvente) no se vislumbra en la actualidad una posibilidad de cambios de tecnología para los próximos años.

En la **Figura 1.1.** se presenta un diagrama simplificado con las operaciones involucradas en el proceso de obtención de aceite crudo (39).

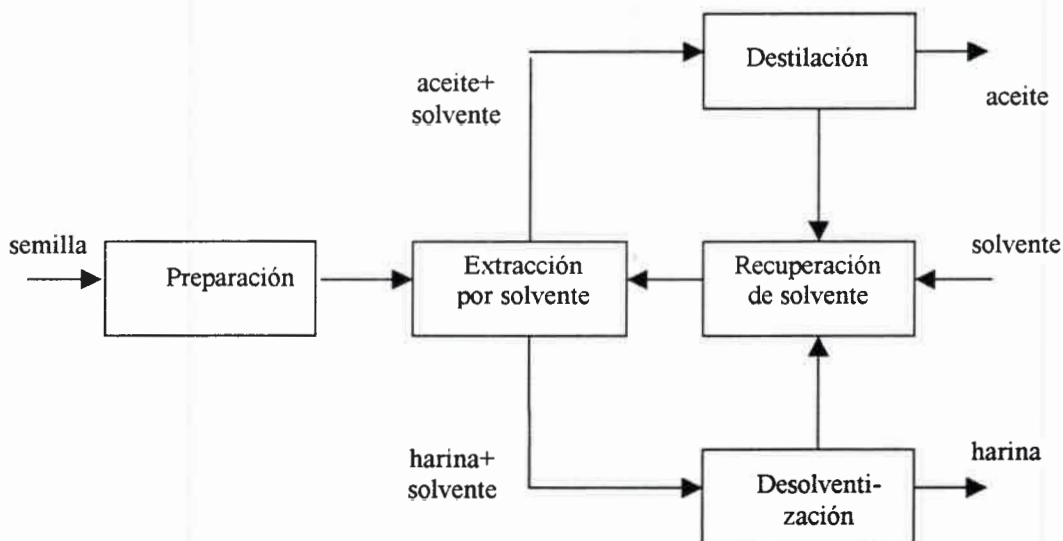


Figura 1.1. Diagrama de las operaciones involucradas en la obtención de aceites crudos

1.3. Descripción de las etapas de una planta de obtención de aceite crudo

A continuación se presenta una descripción de las operaciones típicas involucradas en el proceso de la mayoría de los tipos de semillas oleaginosas existentes.

Preparación de la materia prima

Los métodos de preparación dependen de la naturaleza de la semilla a tratar y de los equipos disponibles. En la **Figura 1.2.** se muestran las principales operaciones de preparación a las que se ven sometidos los granos y semillas oleaginosas.

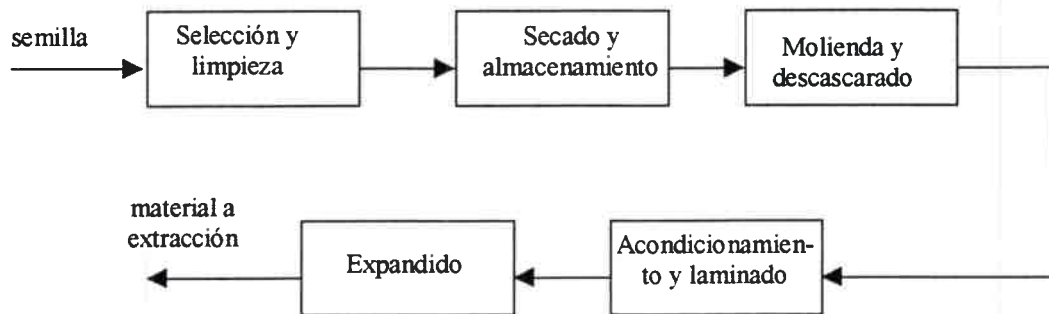


Figura 1.2. Esquema de las operaciones de preparación de la semilla.

A continuación se presenta una breve descripción de estas etapas.

Selección y limpieza: La semilla es seleccionada y limpiada antes de ser procesada. La selección de semillas elimina granos rotos, inmaduros, germinados, dañados físicamente o por el calor, ya que en estas condiciones las semillas se deterioran rápidamente.

También se remueven los materiales extraños que no son aceptables, generalmente utilizando la aireación. Elementos tales como hojas y tallos son eliminados antes de que se almacene el grano, puesto que estos materiales se descomponen rápidamente. Otros elementos como piedras, maderas, polvos, trozos de chatarra, también son eliminados en esta operación (1,3).

Secado y almacenamiento: Debido a que la humedad es el factor que más promueve el deterioro de los granos almacenados, en muchos casos es necesario un secado previo al almacenamiento de los granos que permanecerán a la espera de ser procesados. Los granos inadecuadamente secados son difíciles de descascarar y de extraer con solvente.

Los dos principales tipos de equipamiento de secado se basan en el uso de aire calentado en forma directa (combustión de gas) o indirecta (intercambiador de calor con vapor) (3).

Molienda y descascarado: En la molienda el grano es partido en varias partes. Esto es útil para su posterior descascarado y además porque favorece a los procesos de

calentamiento, acondicionamiento y laminado. El equipo de molienda generalmente depende del tipo de semilla y del propósito de molienda. Los molinos más utilizados son del tipo de cilindros acanalados (1,3,38).

El descascarado es necesario para la mayoría de las semillas. Generalmente se utiliza la aspiración como medio para extraer las cáscaras liberadas en la molienda (37). Las cáscaras no tienen prácticamente aceite, son ricas en fibras y su nivel proteico es bajo (1). Uno de los motivos para reducir el contenido de cáscara es el de disminuir la cantidad de fibra en la harina desolventizada, destinada a alimentos de aves y porcinos, aunque suelen agregarse en forma parcial al final para equilibrar el contenido de proteínas. Por otro lado, al descascarar se aumenta la capacidad del extractor y se disminuye la retención de hexano al final de la extracción. En el caso del girasol, las cáscaras tienen un alto contenido de ceras las que en la extracción por solvente son solubilizadas junto con el aceite. Este efecto es indeseable por los problemas posteriores que ocasiona, ya que de no separar las ceras del producto final producirán enturbiamiento del aceite durante el almacenamiento a bajas temperaturas (46).

Acondicionamiento y laminado: La semilla oleaginosa debe ser acondicionada en humedad y temperatura a condiciones óptimas de ser laminada. Los efectos benéficos del tratamiento de calor incluyen la reducción de la viscosidad del aceite, la coagulación parcial de las proteínas, un aumento de la permeabilidad de las células (rotura de pared celular) y la aglomeración de las gotas de aceite. En general el tratamiento con calor causa un aumento de extractables totales, la mayoría de los cuales no son triglicéridos sino fosfátidos, insaponificables y pigmentos (1,3).

El tamaño de las partículas influye en la eficiencia de la extracción por solvente. Por esta razón la mayoría de las semillas son laminadas para incrementar la cantidad de superficie por unidad de masa, proporcionando más superficie para el contacto con el solvente. Además del aumento del área de contacto, se logra la ruptura de los esferosomas de aceite en el tejido de la semilla y se disminuye la distancia de difusión del aceite dentro y fuera de la partícula. Los equipos laminadores son del tipo de cilindros lisos, con uno o dos pares de cilindros, los cuales producen espesores entre 0,25-0,45mm (1,4,29).

Expandido: Con la finalidad de obtener partículas más densas, menos frágiles y a la vez más porosas que las láminas, logrando de esta manera reducir el solvente retenido en el

material después de la extracción por solvente, se lleva a cabo un expandido de las láminas. El expandido de las láminas produce partículas cilíndricas (con irregularidades en su forma) llamadas 'collets'. Las láminas de soja tienen normalmente una retención de hexano del 30-33% en la torta extraída en comparación con el 20-25% de retención residual en los 'collets', produciendo un importante ahorro de energía en las etapas posteriores a la extracción por solvente (37,40).

El equipo utilizado para producir estos 'collets' se conoce con el nombre de 'expander'. El 'expander' es un equipo extrusor por cocción que contiene un tornillo sinfin discontinuo con pernos trituradores y calentamiento por camisa y/o inyección de vapor. Debido a la combinación de fricción, corte, vapor por la camisa, e inyección directa de vapor, el material sólido se calienta hasta por encima del punto de ebullición normal del agua y se 'hincha'. Posteriormente, el material comprimido se expande a la presión atmosférica, produciendo la liberación del agua como vapor, lo cual produce un material poroso y denso a la vez (1,37).

Una consecuencia directa del uso del expander es la de aumentar la capacidad del extractor debido a la mayor densidad del material a extraer. Por otra parte se logra una reducción de los finos ya que éstos son incorporados al 'collet' (1,3). La tecnología de utilización de 'expanders' es más reciente que el resto de las operaciones. Aún en la actualidad, sus ventajas comparativas son motivo de análisis y discusión (34).

Extracción

Dependiendo del contenido inicial de materia grasa de la semilla, la extracción del aceite se lleva a cabo en una o dos operaciones diferentes: extracción por presión mecánica y extracción por solvente.

Extracción por prensado: En los casos en que la cantidad de materia grasa de la semilla es mayor de 20%, usualmente la materia prima es prensada hasta reducir el contenido de materia grasa a valores aproximados al 18-20% (36,37). Este límite no es absoluto; la estructura física de las partículas después de la preparación y la clase de semilla son tan importantes como el contenido de aceite a la hora de decidir si realizar un prensado mecánico previo a la extracción por solvente. Antes del prensado se efectúa un tratamiento de calor y secado que mejora la extracción por prensa. El calor produce cambios de naturaleza química y fisicoquímica que hacen que el aceite sea más fácilmente

extraíble. El prensado mecánico se lleva a cabo en prensas continuas, siendo las de tornillo giratorio las más utilizadas. Luego, la torta prensada se granula o se reduce de tamaño antes de la extracción con solvente (1,37).

Extracción por solvente: En la extracción por solvente la materia prima es puesta en contacto con un solvente adecuado (hexano es el más utilizado) de modo tal que posibilite la transferencia del aceite desde el sólido hasta el solvente, obteniéndose así una fase líquida llamada miscela (aceite en solución con solvente) y una fase sólida formada por la torta extraída o 'harina'(4). Esta operación así como los equipos de extracción utilizados industrialmente serán tratados en detalle en el Capítulo 2.

Desolventización

Los desolventizadores reciben harina con aproximadamente un 30% de contenido de hexano el cual debe ser disminuido a niveles comercialmente aceptables (3).

Los desolventizadores son carcazas verticales que contienen platos calentados con vapor, secciones con vapor directo, brazos de barrido y sistemas de conducción de sólidos, descargando el vapor con hexano por el tope y la harina por el fondo. El material húmedo con hexano entra por la parte superior y es puesto en contacto en los primeros platos con vapor directo, el que condensa sobre el sólido permitiendo la evaporación del solvente. En los platos inferiores, la harina se calienta para permitir reducir su humedad mediante platos calentados con vapor. Algunos equipos incorporan más platos y producen el tostado de la harina (3). Las harinas adecuadamente procesadas tienen un alto valor nutritivo para consumo animal. Para conservar el valor nutritivo de la harina en algunos casos es necesario un tratamiento final que permita destruir factores antinutricionales presentes en la misma. En el caso de la soja, esto es posible mediante un tostado, donde con la acción combinada del calor y de la humedad se consigue la desactivación de dichos factores antinutricionales (49).

Secado, enfriamiento y almacenamiento de la harina

La harina debe ser secada antes de su almacenamiento. Se utilizan secaderos del tipo rotatorio (horizontal) o de platos (vertical). Una vez seca, la harina es enfriada con aire antes de ser enviada a almacenamiento. Estas operaciones suelen ser realizadas en un

mismo equipo con la desolventización como ocurre con los DTDC (desolventizer, toaster, drier, cooler) (3).

Destilación y sistema de recuperación de solvente

Esta parte incluye toda el área de manejo de solvente excluyendo extracción y desolventización. Sólo se manejan líquidos y vapores e incluyen las siguientes operaciones (3):

1. Evaporación del hexano de la miscela hasta lograr una concentración de aceite final de aproximadamente 90% (en un evaporador de simple o doble efecto).
2. Evaporación y separación del vapor a baja presión para remoción del hexano a menos de 0,15% p/p de contenido de humedad y de volátiles.
3. Intercambios de calor y sistemas economizadores de vapor.
4. Condensadores, separadores de solvente, separadores de agua y tratamiento de los efluentes acuosos para recuperación del hexano de un modo seguro.
5. Condensadores de venteo, sopladores, y eyectores para la remoción final de solvente a partir de los gases de salida.
6. Sistema de absorción de aceite mineral y sistema de recuperación para remoción final de solvente de los gases de salida.
7. Bombas, cañerías, instrumentos y controles para operar todo el sistema.

1.4. Materias primas. Productos

Materias primas

Entre las materias primas de mayor producción en nuestro país se destacan la soja, el girasol, el maní y el maíz. En la **Tabla 1.1.** se muestra el contenido promedio de aceite en cada una de estas materias oleaginosas (42,51-57).

Material	% Aceite
Girasol	40
Soja	19
Maní	47
Maíz (germen)	6 (50)

Tabla 1.1. Contenido promedio de aceite en las materias primas.

Productos

Aceite: Los aceites de girasol, maíz y maní pertenecen al grupo de los aceites de alto oleico y linoleico, mientras que el de soja al de los de alto linolénico. El aceite de soja es de color ámbar suave, se usa principalmente en la manufactura de margarinas y manteca. El aceite crudo contiene cantidades importantes de materiales no-glicéridos, principalmente fosfátidos con los que se produce la lecitina de soja.

El aceite de girasol es inodoro y de color ámbar claro. Se utiliza para propósitos comestibles en la preparación de mantecas y margarinas, como aceite de cocción y como aceite para ensaladas. El aceite de maíz es de color ámbar rojizo. Su bajo punto de enturbiamiento y de fusión y sus buenas cualidades de conservación lo hacen un aceite de cocción deseable.

El aceite de maní es de color amarillo pálido y tiene el olor y el sabor característicos del maní. Es utilizado principalmente para propósitos comestibles en la preparación de mantecas, margarinas y mayonesas, como aceite de cocción y de fritura y como aceite para ensaladas.

Harina: La harina desolventizada y tostada es un producto altamente proteico. Es principalmente comercializada como alimento para rumiantes y aves de corral (3,48). Una menor proporción es utilizada en otras aplicaciones tales como aislados y concentrados de proteínas.

Capítulo 2

La operación de extracción

En el presente capítulo se presenta una descripción de la operación de extracción aplicada a semillas oleaginosas. Se analizan los fenómenos que tienen lugar en esta operación y los factores que influyen en ella, entre ellos el modo de contacto, objetivo de análisis de la presente tesis. Se presenta una descripción de los principales equipos industriales de extracción y sus condiciones de operación, con el objetivo de mostrar características operacionales comunes a las pruebas experimentales llevadas a cabo en el desarrollo de este trabajo.

2.1. Descripción

La operación de extracción del aceite de las semillas oleaginosas fue en sus comienzos una separación física por compresión del material sólido. En los comienzos del siglo XX algunas empresas (French Oil Mill Machinery Company y Anderson IBEC) desarrollaron prensas mecánicas de tornillo, las cuales con modificaciones y actualizaciones se usan en la actualidad. Posteriormente, luego de la Primera Guerra Mundial, los alemanes desarrollaron un nuevo método para la extracción de aceites: la extracción por solventes. En los últimos treinta años, la extracción por solvente se ha convertido en el principal proceso de separación y recuperación del aceite de las semillas oleaginosas. La extracción por solvente fue desarrollada y perfeccionada porque es capaz de remover más aceite que por presión mecánica, además del hecho que requiere menos energía y produce mayores beneficios (3,19).

En la **Figura 2.1.** se muestran esquemáticamente las etapas de transferencia que tienen lugar en la operación de extracción. Los sólidos secos son mojados por el solvente (etapa 1), logrando que éste alcance la superficie de la partícula. Posteriormente, el solvente difunde a través del sólido hasta alcanzar el material lipídico a disolver (etapa 2).

La disolución del material extractable (etapa 3) forma una miscela dentro de los poros internos por los cuales difunde el aceite (etapa 4) hacia el exterior de la partícula y es finalmente lavado de la superficie del sólido (etapa 5) (1,2,3,19).

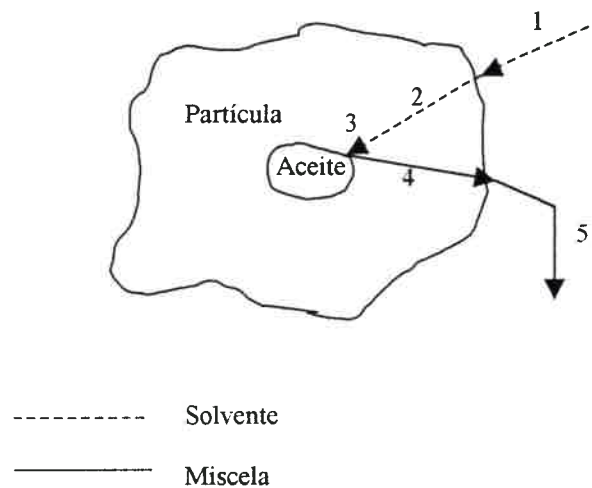


Figura 2.1.: Esquema de las etapas de transferencia de masa en el proceso de extracción de aceite

La velocidad de extracción es alta al comienzo pero se reduce a medida que el aceite residual disminuye (1).

2.2. Fuentes de aceite residual

Existen dos fuentes para el aceite residual que queda en el sólido luego de completarse el proceso de extracción (2). La primera es el 'aceite no extraído', considerando por tal al material lipídico que ha quedado retenido dentro de la partícula. La segunda es el 'aceite superficial' ó aquel aceite que ha salido de la partícula, pero que debido a características de escaso drenaje ha quedado en la superficie del sólido, es decir, no ha sido lavado.

La preparación del material a extraer incide fuertemente en la relación de estas dos fuentes de aceite residual. Para reducir al mínimo el 'aceite no extraído', el material debe prepararse de modo de romper todas las células oleíferas y proporcionar la mayor área de contacto posible entre el solvente y el aceite, mientras que para reducir al mínimo el 'aceite superficial', el material debe proporcionar un medio que permita un lavado eficiente.

2.3. Factores que influyen en el proceso de extracción

Modos de contacto. Tiempo de contacto

Estos dos factores están íntimamente relacionados. Mientras mejor es el contacto sólido-líquido menor es el tiempo requerido para completar la extracción y viceversa.

Los dos principios básicos de contacto utilizados en la extracción por solvente son: extracción por percolación y extracción por inmersión o inundación (3).

Inmersión: En este modo de contacto el material sólido se halla completamente inmerso en el solvente. Los sólidos pueden ser agitados para mejorar la transferencia. En algunos tipos de extractores la inmersión se utiliza combinada con la percolación.

Este esquema es muy usado para la extracción de material pulverulento, o para materiales de difícil extracción como los pigmentos y los fármacos. La alta eficiencia de extracción debido al elevado contacto entre las fases se ve opacado por el inconveniente de tener que trabajar con menores capacidades y por el problema de la separación del material particulado (por lo general demanda la instalación de equipos auxiliares como ciclones, filtros y centrifugas) (36).

Percolación: En este sistema el solvente percola a través del lecho de material a extraer. El contacto del solvente con el material puede ser continuo o por etapas. En el caso de etapas, es posible el drenaje sin aspersión entre cada una de ellas de modo de evitar el mezclado entre etapas.

En este esquema de contacto la preparación del material tiene mayor influencia en la eficiencia de extracción, puesto que se necesita un material tal de modo de lograr una buena percolación del solvente a través del lecho.

El material actúa como filtro natural de la mezcla y en general no se requieren equipos auxiliares para la clarificación de la misma (36).

Preparación de la materia prima

La preparación de los sólidos tiene importantes efectos en el proceso de extracción. El tamaño y estructura de la partícula son los principales factores asociados al sólido que afectan la velocidad de extracción. En el esquema de percolación, el material a extraer

debe tener las características de un lecho poroso; por lo tanto debe estar adecuadamente preparado para permitir buena percolación de solvente por el mismo, no contener material finamente particulado que bloquee el paso de líquido y ofrecer la máxima superficie de contacto con el solvente (36).

El uso de partículas finas o pequeñas usualmente mejora la transferencia difusiva de los solutos del sólido al extracto. Sin embargo, en el esquema de percolación, si las partículas son demasiado pequeñas, el extracto fluirá más lentamente a través del lecho. La pérdida de carga puede ser excesiva y causar indeseable compactación del lecho, quedando más extracto retenido. Por lo tanto existe un compromiso en la selección del tamaño de partícula adecuado (3,19).

Varias formulaciones matemáticas han sido propuestas para establecer la relación entre el tiempo de extracción y el espesor de la lámina a extraer. En un caso, estudios sobre el efecto que el tamaño de la partícula tiene sobre el tiempo de extracción a un nivel de aceite residual especificado (0,5% aceite residual según norma AOCS Ac 3-44) aportaron la siguiente relación (3):

$$\frac{t_a}{t_b} = \left(\frac{e_a}{e_b} \right)^{2.2} \quad [2.1]$$

donde:

e_a = espesor de la lámina a

e_b = espesor de la lámina b

t_a = tiempo de extracción para e_a

t_b = tiempo de extracción para e_b

Entre otros resultados, se encuentran algunas relaciones donde el coeficiente 2.2 varía desde 2 (para la solución de la ecuación de difusión) a valores de aproximadamente 4 (1,18). Las diferencias observadas en el valor de este coeficiente son el resultado de las distintas condiciones experimentales empleadas en cada uno de estos trabajos.

El tamaño de la partícula no es el único factor asociado a la preparación de la materia prima que incide en la eficiencia y la velocidad de extracción. Aún cuando la partícula sea del mismo tamaño, el grado de rotura o desgarro puede diferir debido a cambios en el secado, molienda, cocción o acondicionamiento (1).

Humedad

La humedad es un factor muy importante en la extracción, aunque los efectos causados por sus variaciones no estén del todo claros. Este parámetro influye tanto sobre la extractabilidad del material sólido, como en la percolación del lecho a extraer. A bajos niveles de humedad se disuelve menor cantidad de fosfátidos, mientras que a niveles altos de humedad las proteínas se hinchan restringiendo el lugar de paso del solvente (1).

Solvente

El solvente a utilizar en el proceso de extracción debe reunir ciertas características. Idealmente debe ser económico, no-corrosivo, no-inflamable, no-explosivo, no-tóxico, selectivo, fácilmente removible y recuperable (6,19).

El hexano (fracción parafínica de petróleo con alto porcentaje de *n*-hexano) es el solvente más utilizado actualmente para la operación de extracción. Es relativamente volátil e inmiscible en agua. Su manejo es peligroso dado que con el oxígeno del aire forma una mezcla explosiva, lo que obliga a tomar precauciones en el diseño y operación de una planta de extracción (3).

Su composición puede variar ligeramente de un proveedor a otro y con las etapas de destilación - condensación a que se ve sometido durante su recuperación para volver a ser utilizado en el proceso (1). El hexano comercial tiene una alta proporción de hexano (45-70%), algo de pentano, metil ciclopentano, 2metilpentano, 3metilpentano, 2,3 dimetilbutano, muy poco de heptano y ciclohexano y trazas de benceno. Posee un punto de ebullición que va de 65 °C (primer gota) a 70°C (95% destilado), con un punto seco (máximo punto destilado) en 92 °C (36).

Los alcoholes y mezclas de alcoholes con agua han sido ampliamente estudiados como solventes alternativos (19). Estos solventes pueden proveer mayor selectividad que el hexano y pueden ser separados del aceite más fácilmente con menos gasto de energía. Por la no-toxicidad del CO₂ se ha analizado la posibilidad de utilizar este compuesto como solvente, en condiciones de alta presión (supercrítico), ya que en estas condiciones tiene buena selectividad. Hidrocarburos y halocarburos también han sido testeados a alta presión, dando mejores rendimientos de extracción a bajas presiones que con CO₂. Sin embargo, ninguna de estas alternativas han resultado ser rentables hasta el momento.

Temperatura

La temperatura de extracción debe ser lo más alta posible para mejorar la eficiencia de extracción. La limitación está dada por la cercanía del punto de ebullición del solvente, donde el vapor formado produce una disminución del contacto entre el solvente y el material sólido a extraer, además de producir más gastos en el sistema de condensación de vapores (1).

Basadas en pruebas de laboratorio y en estudios operacionales de planta, varias ecuaciones empíricas han sido desarrolladas para predecir la relación entre la temperatura y el tiempo de extracción. Entre ellas se tiene, para un determinado nivel de aceite residual (0,5% de aceite residual según norma AOCS Ac 3-44) (3):

$$\frac{t_a}{t_b} = \left(\frac{T_b}{T_a} \right)^2 \quad [2.2]$$

donde:

T_a = temperatura absoluta

T_b = temperatura absoluta

t_a = tiempo de extracción para T_a

t_b = tiempo de extracción para T_b

Un incremento de la temperatura de extracción produce un incremento en la velocidad de extracción debido a una disminución de la viscosidad del aceite y un aumento de la difusividad y solubilidad de los componentes extractables (1).

2.4. Equipos industriales

Desarrollo cronológico

Para la extracción a escala industrial, se usan equipos multietapas por su mayor rendimiento de extracción. Los sólidos y líquidos que se transfieren entre las etapas son arreglados de modo de lograr un contacto global de co-corriente o de contracorriente (19). Los primeros extractores multietapas fueron de inmersión, tales como: Kennedy (ver **Figura 2.2.**), Hildebrand, Detrex, Allis Chalmers, Anderson, Bonotto.

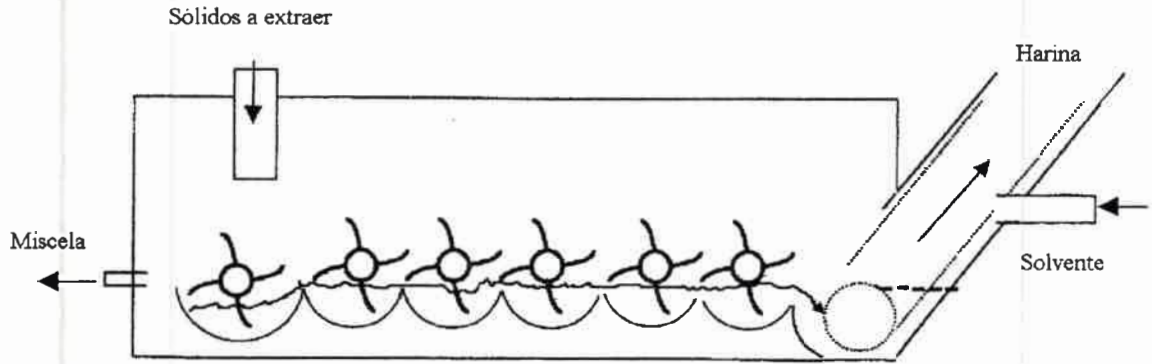


Figura 2.2. Extractor por inundación Kennedy

El extractor Hildebrand (de origen alemán) fue uno de los primeros extractores que se desarrollaron. En este aparato el material sólido (semilla preparada) es movido por un tornillo a través de un sistema en U, cuyo interior se encuentra inundado con miscela (3,36). En la **Figura 2.3.** se muestra un esquema de funcionamiento de este tipo de extractores.

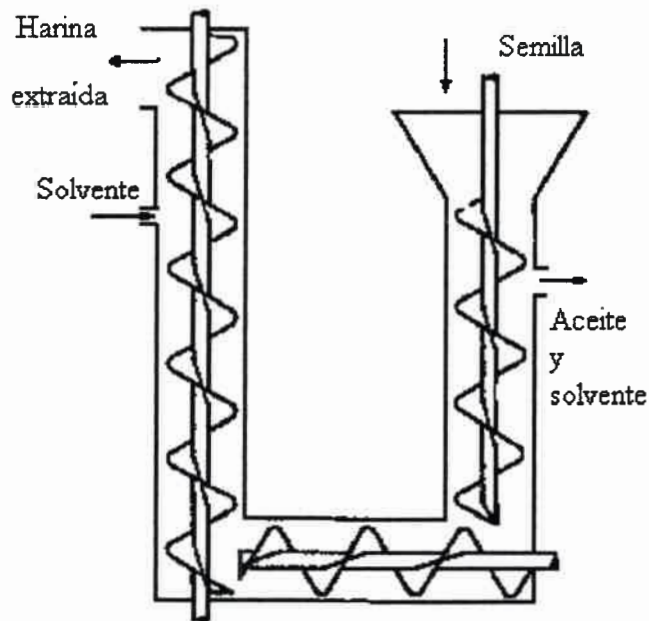


Figura 2.3. Extractor Hildebrand

Posteriormente se construyeron extractores de cesta o balde, utilizando el esquema de percolación. Entre los primeros extractores por percolación se encuentra el extractor de Bollman (también llamado de Hansa Muller), donde el solvente percola a través de canastas que contienen el material sólido (ver **Figura 2.4.**). Las cestas se mueven en un circuito cerrado. Para extraer en la porción ascendente del circuito se usa solvente fresco y para la porción descendente se utiliza miscela. Estos aparatos requerían mucho espacio y eran difíciles de controlar (3).

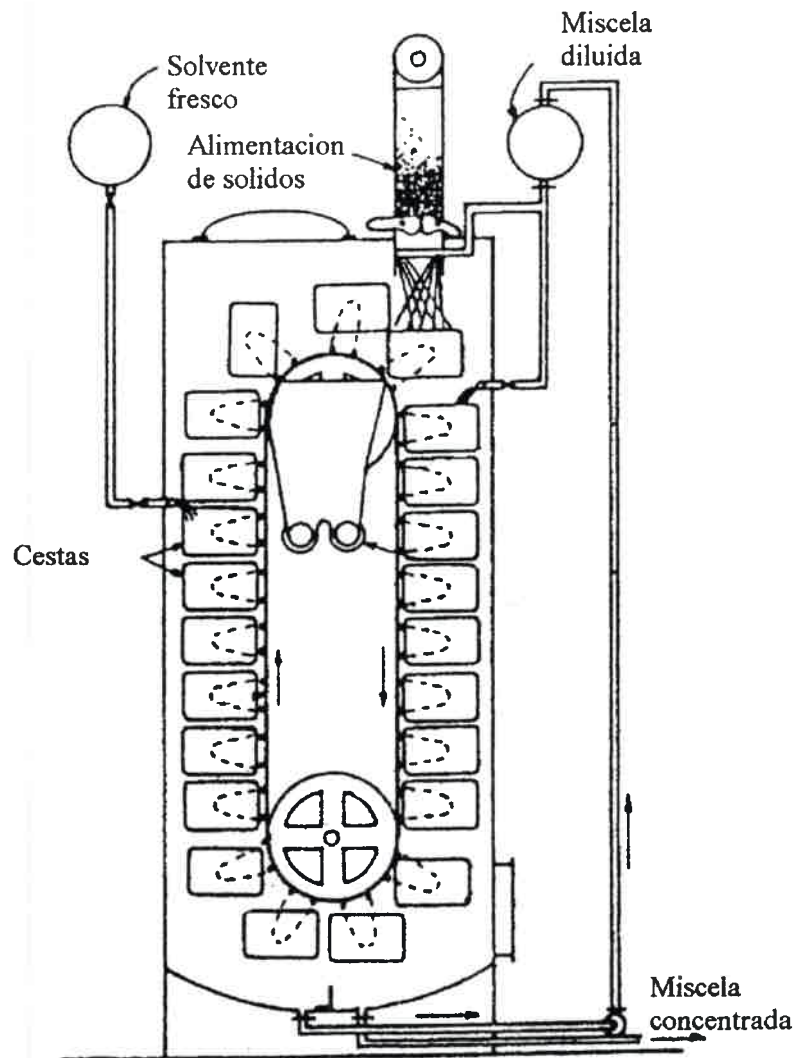


Figura 2.4. Extractor de cesta vertical

La alternativa de baldes horizontales (Krupp, Lurgui, HLS, Gianazza, Buhler, Anderson y Bernardi), resultó de manejo más sencillo que la de baldes verticales. Posteriormente aparecieron los rotativos o Rotocel, con celdas rotativas y piso móvil, tipo Dravo (ver **Figura 2.5.**), Blow Knox, Simon Rosedowns, Krupp y EMI. Estos extractores trabajan con el esquema de percolación. Varias celdas rotan dentro de una carcasa circular; dentro de las celdas el material sólido es mojado con miscela y finalmente con hexano fresco para el lavado final. El fondo de cada celda es un piso agujereado y con bisagras, el cual está soportado por rodillos sobre una pista. La parte inferior está dividida con placas verticales que reciben las miscelas de las distintas etapas o celdas. Las miscelas son transportadas desde los compartimentos de cada etapa a la etapa siguiente en dirección opuesta a la de rotación de las celdas. En la última etapa, el material agotado es desalojado de la celda por la abertura del piso. Las ventajas de estos extractores son su simplicidad mecánica, lavado ajustable y sistema auto-limpiante de finos en la miscela (3).

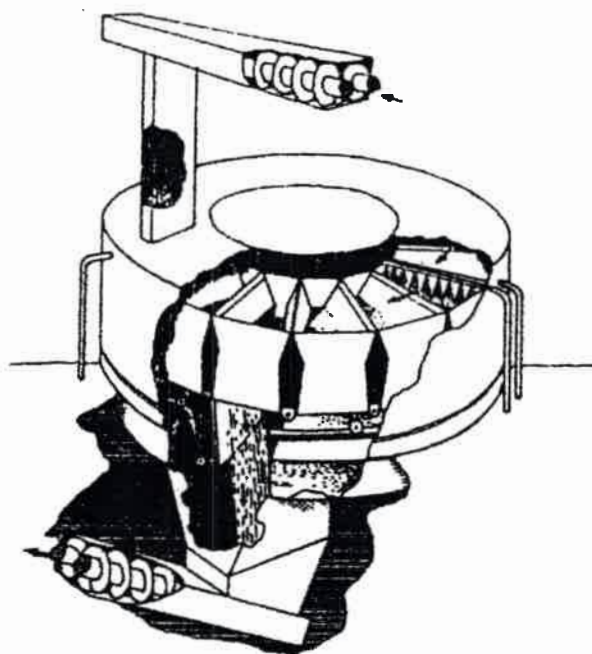


Figura 2.5. Extractor de flujo cruzado Rotocel.

Luego se diseñaron los rotativos de baldes estacionarios con distribuidor de solvente y tolvas de sólidos rotantes, tipo French y Speichim (36). Como variante a estos diseños algunos fabricantes como Extraktionstechnik (hoy Krupp) y French (ver **Figura 2.6.**) propusieron un esquema de celdas móviles y piso fijo.

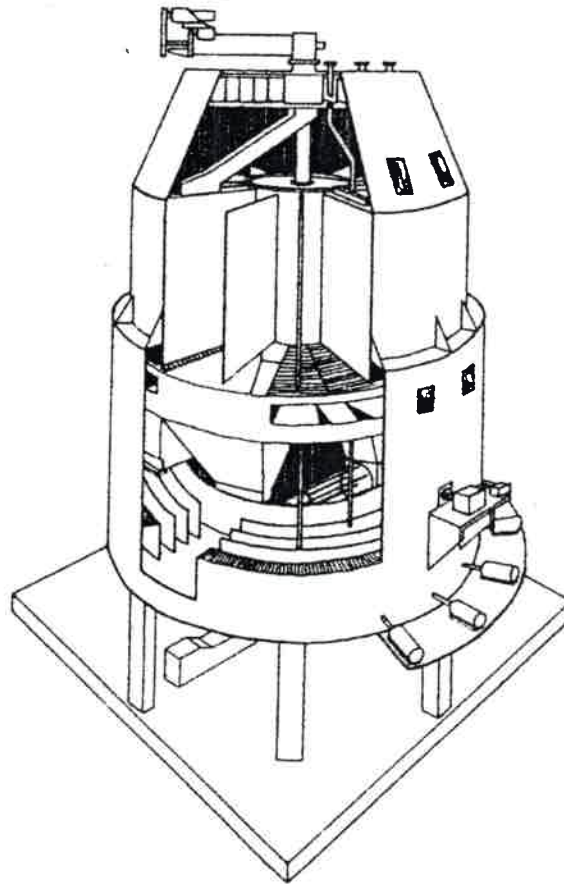


Figura 2.6. Extractor de cesta estacionario French

Finalmente aparecieron los de cinta perforada móvil, una tela metálica perforada con agujeros de alrededor de 30 mesh, (DeSmet, ver **Figura 2.7.**) o fija (Lurgui). El extractor DeSmet es un equipo de flujo cruzado, multietapa del tipo de 'cinta'. Los extractores de flujo cruzado comerciales más utilizados pueden manejar una gran variedad de productos sólidos; poseen longitudes muy variadas (los más grandes tienen hasta 11 m de ancho, 52 m de largo y pueden manejar hasta 10000 tn/día). Pueden contener hasta 18 etapas y el lecho de sólidos usualmente tiene una profundidad entre 0.5 y 3 m (19).

Métodos similares son los usados en los extractores Crown (ver **Figura 2.8.**). El extractor Crown se parece a un lazo completo de masa en movimiento. Durante el lazo completo utiliza ambos sistemas: percolación e inmersión. El lecho es poco profundo y se invierte completamente durante la última parte del ciclo del extractor (3).

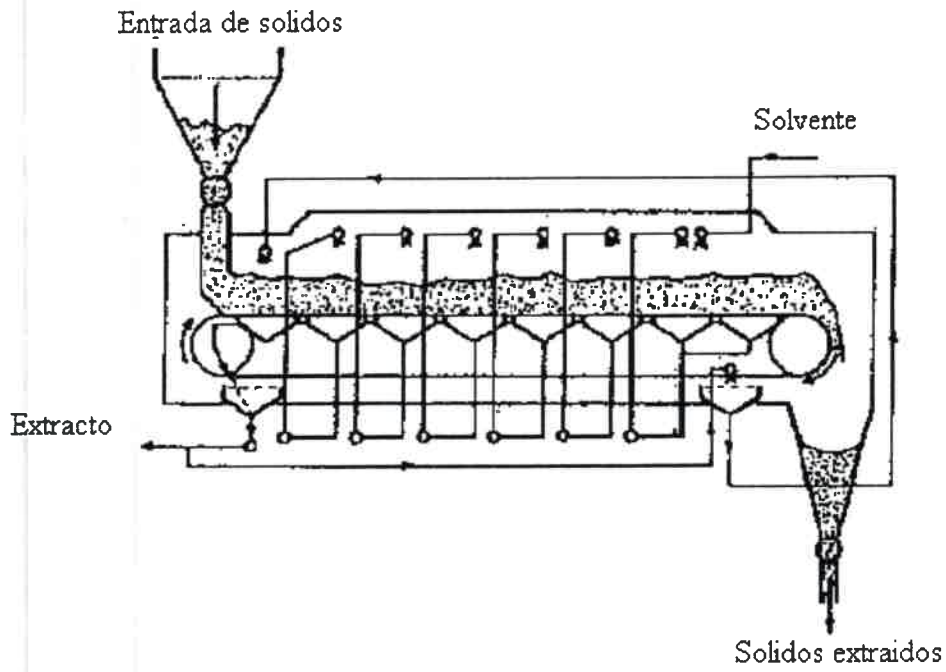


Figura 2.7. Extractor de flujo cruzado tipo cinta.

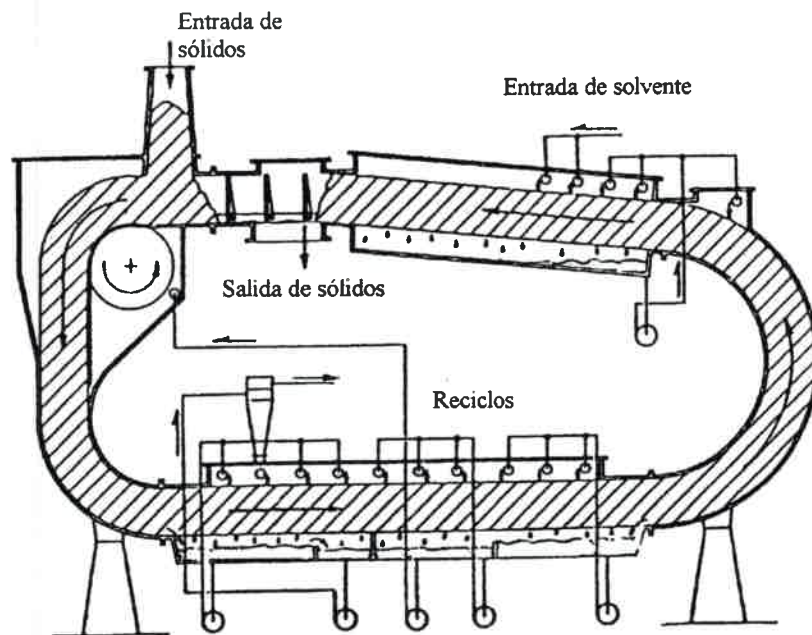


Figura 2.8. Extractor Crown

Actualmente hay un nuevo diseño de Crown (Model IV- ver **Figura 2.9.**), para materiales finos, que trabaja exclusivamente utilizando el esquema de contacto por inmersión (2,36).

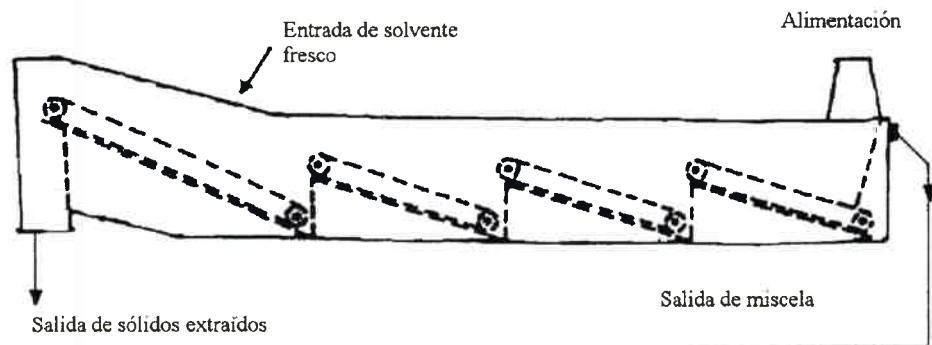


Figura 2.9. Extractor Crown Modelo 4, desarrollado para extracción de materiales finos

Características de los principales extractores disponibles comercialmente

Los extractores más utilizados en la actualidad (DeSmet, Crown, Dravo, French), responden a un esquema de flujo cruzado en multietapas, contracorriente, en los cuales un lecho de sólidos depositado sobre una superficie perforada es sometido a una serie de lavados con extractos de diferentes concentraciones. El extracto percola a través del lecho, drena a través de la superficie soporte hacia un depósito desde donde es luego re-esparcido en el tope de otra porción de lecho. Los aspersores y los reservorios de solvente están dispuestos de modo que el extracto se mueve en forma opuesta a la dirección de movimiento de los sólidos, produciendo de esta manera una extracción en contracorriente (19).

Según las características de permeabilidad del lecho, se puede seleccionar el esquema de riego entre las dos posibilidades siguientes (ver **Figura 2.10.**):

- Esquema de riego 1: *en recirculación*. Este esquema se usa cuando el drenaje es muy rápido no permitiendo completar el tiempo de contacto de una etapa con una sola pasada del solvente. El flujo en contracorriente es provisto por desborde de reservorio a reservorio.
- Esquema de riego 2: *en avance de la miscela*. Este esquema se utiliza cuando el drenaje es muy lento. El extracto es esparcido más adelante, dejando un tramo sin regado.

La superficie perforada se puede mover en forma rectilínea o en forma circular (4,19,47).

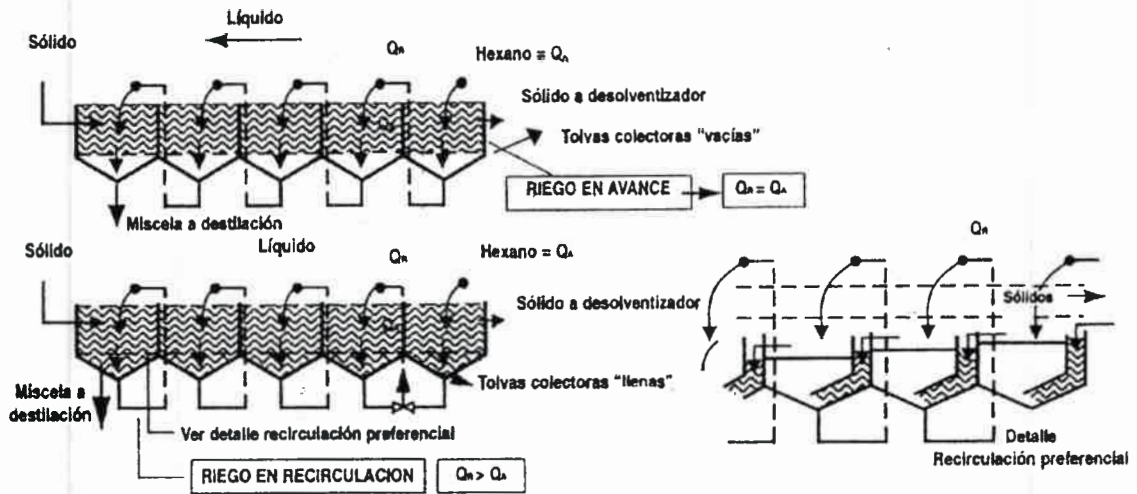


Figura 2.10. Esquemas de riego

Profundidad del lecho: Los extractores se clasifican según la profundidad en dos categorías: de lecho profundo y de lecho poco profundo (32,36).

- extractores de lecho profundo (DeSmet, French, Extechnic, Krupp, HLS, Lurgi): altura $> 1\text{m}$ ó (longitud total del extractor)/(altura) < 20 .
- extractores de lecho poco profundo (Crown): altura $< 1\text{m}$ ó (longitud total del extractor)/(altura) > 20 .

La profundidad del lecho y la preparación del material son factores que inciden en la elección del esquema de contacto. En los extractores de lecho profundo, las semillas oleaginosas laminadas obligan a trabajar bajo inmersión debido a que éstas presentan una baja porosidad, ofreciendo de esta manera una alta resistencia a la percolación. El espesor de la lámina es mayor que en los extractores poco profundos (0,3-0,45 mm frente a 0,25-0,4 mm para poco profundo) para darle mayor resistencia a la compactación del lecho. Los 'collets' tienen mayor densidad y porosidad que las láminas; el lecho que conforma el conjunto de 'collets' también tiene mayor densidad y porosidad que el lecho de láminas, posibilitando el empleo del esquema de percolación. En los extractores de lecho poco profundo tanto con láminas como con 'collets' es usual trabajar bajo el esquema de percolación, ya que se da un menor 'efecto de pared' y una menor probabilidad de

canalización (33). Para lograr una buena eficiencia de la operación no se debe producir mezclado entre las miscelas de las distintas etapas. En los lechos profundos, donde el mezclado es más problemático, las etapas son separadas por compartimentos. Estos compartimentos producen canalizaciones, que perjudican el contacto (aparición de zonas secas) y obligan en muchos casos a trabajar con un baño de miscela que fluye lentamente produciendo una inmersión que acompaña a la percolación. En los lechos poco profundos, el solvente que atraviesa una etapa es rociado sobre la superficie de la etapa siguiente. El mezclado entre etapas se evita separando las toberas de rociado una cierta distancia (34). Si bien esto produce una mejor definición de las etapas, también conduce a la existencia de zonas donde el lecho no es regado con miscela (sólo se produce drenaje).

Parámetros de operación a controlar: Entre los parámetros que se utilizan como control de la operación de extracción se encuentran los siguientes (2,36):

- Materia grasa residual.
- Características de preparación y extracción (tamaño de partícula, humedad).
- Retención de solvente.
- Contaminación con aceite del solvente puro.
- Concentración de las miscelas.
- Extractabilidad del material a extraer (curva de extracción).

Capítulo 3

Desarrollo experimental

En este capítulo se presenta una descripción del equipo experimental desarrollado con el objetivo de simular la operación de una etapa de un extractor comercial bajo diferentes modos de contacto: inmersión, percolación con lavado continuo y con lavado intermitente. Se detallan los procedimientos utilizados para las experiencias realizadas y se muestran los resultados obtenidos.

3.1. Percolación versus inmersión

Descripción del equipamiento

Para analizar la influencia del modo de contacto entre el solvente y el sólido sobre la eficiencia de extracción se llevaron a cabo dos grupos de experiencias. En el primero de ellos, se utilizaron las instalaciones existentes en la Universidad de Texas A&M – College Station (USA). Allí fueron realizadas las pruebas correspondientes a la simulación de lechos poco profundos. Se utilizó la Unidad de Prueba de Extractabilidad del Food Protein Research and Development Center de la mencionada Universidad.

Para el segundo grupo, y con el objetivo de observar el comportamiento de lechos profundos, se desarrolló en la Universidad Nacional de Río Cuarto un equipamiento similar al utilizado previamente pero con mayores alturas de lecho. Dado que el procedimiento experimental en ambos casos es básicamente el mismo se describirá sólo uno de los equipos. En la **Figura 3.1.** se muestra esquemáticamente el equipamiento utilizado para las experiencias.

La unidad de extracción consiste de dos equipos principales desde el punto de vista operacional: el extractor y el tanque de acondicionamiento del solvente. El extractor, de forma cilíndrica (diámetro interno: 95mm, altura: 600mm), está construido en vidrio y

permite alojar en su interior una canasta de alambre para contener la muestra. Cuenta además con una camisa para la circulación de agua caliente de modo de poder operar el equipo en forma isotérmica.

El solvente se incorpora al extractor a través de un regador ubicado en la parte superior de la canasta de forma tal que se logra una aspersion homogénea del mismo sobre la superficie del sólido. La temperatura del sólido durante la extracción se mide mediante una termocupla insertada en el seno del material sólido.

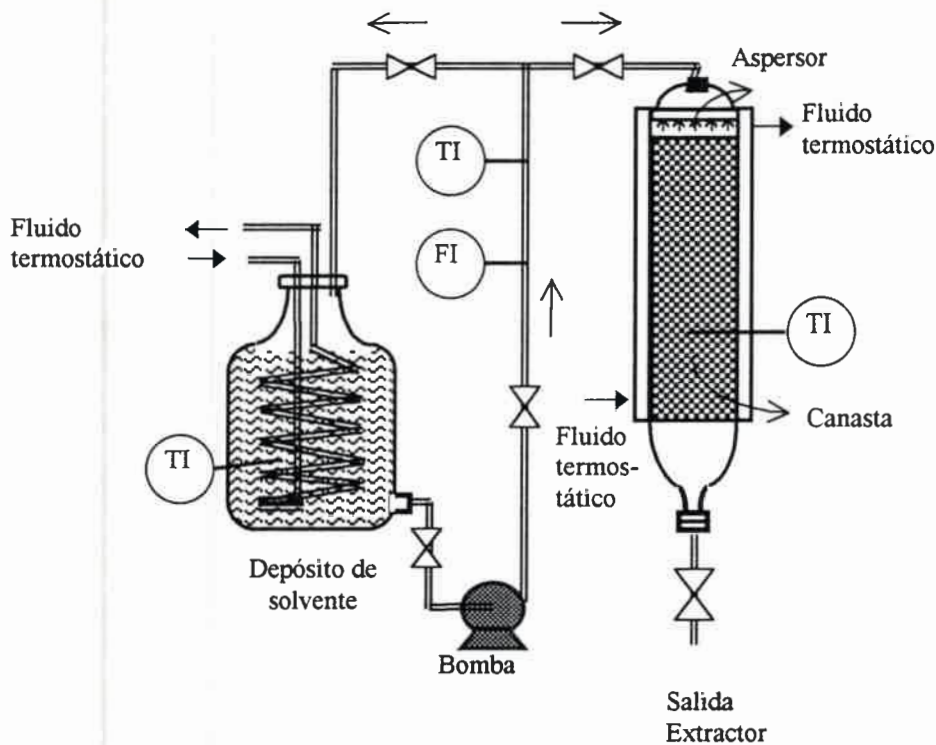


Figura 3.1. Esquema del equipamiento utilizado.
TI: Indicador de temperatura. FI: Indicador de flujo

El flujo de solvente es producido por una bomba centrífuga antiexplosiva (marca March MFG, modelo TE MDX MT3) y controlado por medio de una válvula de regulación y un indicador de flujo (rotámetro de flotador esférico Gilmont tamaño 14). El depósito de solvente (12 lt. de capacidad) posee un serpentín calefactor que permite regular su temperatura. La medición de la temperatura (termómetro bimetálico) de la mezcla de entrada al extractor así como del interior del lecho de partículas (termocupla) permiten regular las condiciones operativas de los baños termostáticos de modo de lograr la temperatura de extracción necesaria.

Esta unidad de funcionamiento discontinuo permite simular una etapa de extracción en los extractores continuos (multietapas) de escala industrial. Por esta razón, tanto el procedimiento como los valores elegidos de las variables de operación guardan estrecha relación con los correspondientes a la escala industrial.

Experiencias

Las formas de operación o modos de contacto analizados en este conjunto de pruebas fueron:

- 1) inmersión con pasaje continuo de solvente a través del lecho,
- 2) percolación continua de solvente a través del lecho.

En el primer caso, el lecho de sólidos se mantuvo inundado de solvente durante la extracción, mientras que en el segundo el solvente se descargó inicialmente del lecho y luego se agregó a un caudal similar al de la experiencia 1) pero evitando la inundación del mismo.

El procedimiento experimental seguido en cada ensayo fue el siguiente:

- En forma simultánea, se llevan a la temperatura de extracción tanto el solvente (en el depósito) como una cantidad conocida de material sólido a extraer.
- Cuando el solvente y el material se encuentran a temperatura de extracción, se introduce solvente en el extractor hasta un nivel tal que permita la inundación inicial del lecho.
- A tiempo cero de extracción el material sólido y la canasta son introducidos en el extractor y puesto en contacto con el solvente puro, a la vez que se inicia la entrada de solvente por el aspersor y la salida de solvente/miscela por la parte inferior del equipo.
- Para el caso de contacto con inmersión, durante la extracción se regula el caudal de salida con la válvula de descarga del extractor para asegurar que el nivel de líquido permanezca constante (mayor a la altura del lecho) durante toda la operación.
- Para el caso de percolación, el material es sumergido en solvente fresco, de modo de tener condiciones iniciales de concentración de aceite en miscela nulas (al igual que en inmersión para hacer comparables ambas experiencias). Un instante después del tiempo cero se descarga totalmente el solvente/miscela y se mantiene sólo la percolación de solvente a través del lecho.

- En ambos casos, la extracción se realiza durante un tiempo prefijado (t_{ex}). A distintos tiempos se toman muestras de la miscela emergente del extractor con el fin de seguir la velocidad de extracción.
- Una vez finalizada la extracción, se deja drenar el lecho. Luego del drenaje, el material sólido se saca de la canasta, se determina su peso (me) y se desolventiza depositándolo sobre una superficie plana hasta que su peso permanece constante (md). Con esta información se evalúa el porcentaje de retención, $\%RS$, como:

$$\%RS = \frac{(me - md)}{md} 100 \quad [3.1]$$

donde:

me : masa de sólido después de la extracción

md : masa de sólido después de la desolventización

Además, se obtienen en cada experiencia las concentraciones de aceite en el sólido antes (mi) y después (mf) de la operación de extracción, a los efectos de determinar la eficiencia de extracción, $\%EE$, como sigue:

$$\%EE = \frac{(mi - mf)}{mi} 100 \quad [3.2]$$

siendo:

mi : materia grasa inicial

mf : materia grasa final

Condiciones operativas

Se utilizaron láminas de soja de 0,37 mm de espesor promedio, provistas por una industria de la región. El solvente utilizado fue hexano grado técnico. El peso de material sólido utilizado en las experiencias de lecho poco profundo fue de 200 gr y en las de lecho profundo de 800 gr. La altura correspondiente a esta cantidad de material fue de 100 ± 20 mm en lecho poco profundo y 340 ± 20 mm en lecho profundo.

El flujo de solvente se fijó en un valor constante para todas las experiencias, siendo éste de $0,7 \pm 0,1$ lt/min. El tiempo total de extracción, t_{ex} , se fijó en 10 min, tiempo al cual, bajo las condiciones experimentales adoptadas, la variación de la composición de

aceite del material sólido es prácticamente despreciable. El tiempo de drenaje se fijó en 10 min. Este tiempo se eligió de modo de minimizar la retención de solvente de forma tal que ésta no sea una variable de incidencia en las diferencias de materia grasa final en los dos esquemas de contacto. La temperatura de operación fue de $50\pm 1^\circ\text{C}$, un valor al cual la eficiencia de extracción es alta sin producir pérdidas significativas de solvente por evaporación.

Determinaciones analíticas

La materia grasa del sólido se determinó de acuerdo a la norma AOCS Ac 3-44 y la humedad del material a extraer según norma AOCS Ac 2-41 (35). La concentración de la miscela se determinó por evaporación del solvente.

3.2. Intermitencias en el regado

Con el objetivo de analizar la influencia de las intermitencias en el regado se llevaron a cabo experiencias de extracción en las cuales el solvente fue esparcido sobre el lecho por periodos predeterminados de tiempo. En los extractores comerciales de lecho poco profundo, las intermitencias son llevadas a cabo para evitar el mezclado entre etapas, y con este mezclado una subsecuente disminución de rendimiento. El análisis de los efectos de estas intermitencias, más notorios cuando se utiliza material expandido por sus características de drenaje, permite evaluar las ventajas y desventajas de este tipo de contacto en la extracción.

Equipamiento utilizado

El equipamiento utilizado para estas experiencias es el mismo ya descrito en la sección anterior.

Experiencias

El lecho de sólidos no se mantiene inundado sino que es regado en forma intermitente con el solvente que ingresa por el aspersor en la parte superior.

El procedimiento experimental seguido en las experiencias, diseñado de modo de poder hacer comparativos los resultados, se describe a continuación:

- En forma simultánea, se llevan a la temperatura de extracción tanto el solvente (en el depósito) como una cantidad conocida de material sólido en la canasta del extractor.

- A tiempo cero, se comienza a introducir solvente por la parte superior, en periodos de tiempo prefijados, abriendo y cerrando la válvula de ingreso al extractor.
- En cada una de las experiencias se toman muestras de la miscela que abandona el lecho a diferentes tiempos para determinar su concentración, así como también se realizan las determinaciones de materia grasa antes y después de la operación para determinar la eficiencia de extracción.
- El procedimiento de desolventizado es el ya descrito para las experiencias de percolación e inmersión.

Condiciones operativas

Se usó expandido de soja dado que, debido a su menor resistencia a la percolación del solvente/miscela, ofrece una mayor probabilidad de aparición de zonas secas con intermitencias en el lavado. Las dimensiones promedio de los expandidos fueron de 9.9 mm de diámetro promedio y 18 mm de altura promedio, considerando a la partícula como un cilindro. El solvente utilizado fue hexano grado técnico. El tiempo total de extracción fue de 15 min. El tiempo de drenaje final fue de 10 min, de modo de tener una retención final similar en todas las experiencias. La temperatura de operación fue de 50°C.

El peso de material sólido que se utilizó en las experiencias fue de 1100 gr. La altura correspondiente a esta cantidad de material fue de 320 ± 20 mm. El flujo de solvente se mantuvo constante en $0,7 \pm 0,1$ lt/min.

Cada lavado tiene una duración tal que el tiempo total de lavado es el mismo en todas las experiencias, de modo de mantener constante la relación solvente/sólido utilizada. En la **Tabla 3.1.** se presentan los cronogramas de tiempos para las experiencias en función de los distintos números de lavados.

Nro lavados	Tiempo de cada lavado	Tiempo entre lavados
1	5min	10min
3	1min 40seg	3 min 20 seg
6	50 seg	1min 40 seg
10	30 seg	1min

Tabla 3.1. Cronograma de tiempos para las experiencias de lavado intermitente.

Determinaciones analíticas

Las determinaciones analíticas de materia grasa antes y después de la extracción, humedad del material a extraer y concentración de miscela fueron realizadas con los mismos procedimientos indicados para las experiencias de inmersión versus percolación.

3.3. Resultados

En la **Figura 3.2.** se representa la concentración de aceite en la miscela a la salida del lecho, x_H , en función del tiempo de extracción, t , para las experiencias de inmersión y percolación con lechos poco profundos.

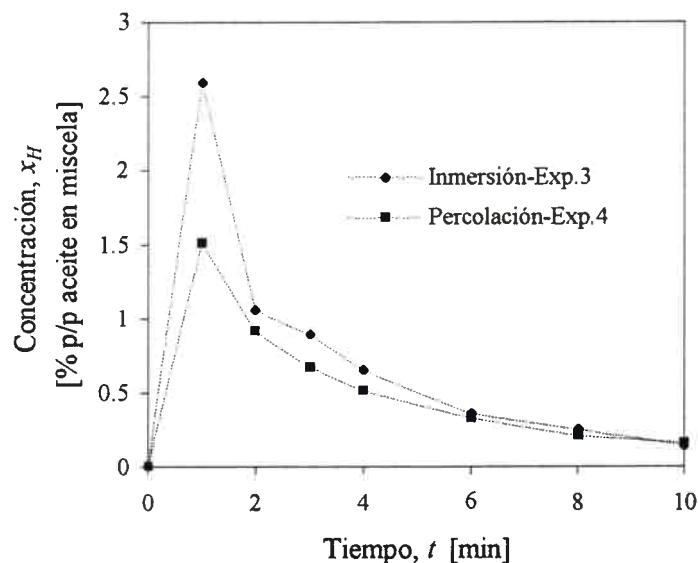


Figura 3.2. Efecto del modo de contacto sobre la concentración de la miscela en lecho poco profundo.

Se observa que durante todo el período de extracción el esquema de inmersión produce mayores valores de x_H que el de percolación, lo cual permite predecir una mayor eficiencia en el primer caso. Debido a que la velocidad del fluido a través del lecho es la misma en ambos casos, dando lugar a coeficientes de transferencia similares, esta diferencia puede ser explicada en términos de un mejor aprovechamiento del área de contacto sólido-líquido en el esquema de inmersión que en el de percolación.

En la **Figura 3.3.** se muestra el comportamiento de x_H para el caso de lechos profundos. Los resultados son similares a los mostrados en la **Figura 3.2.** pero la

diferencia entre los dos métodos de contacto se incrementa. Ello concuerda con la hipótesis de un mejor aprovechamiento del área de contacto en el caso de inmersión.

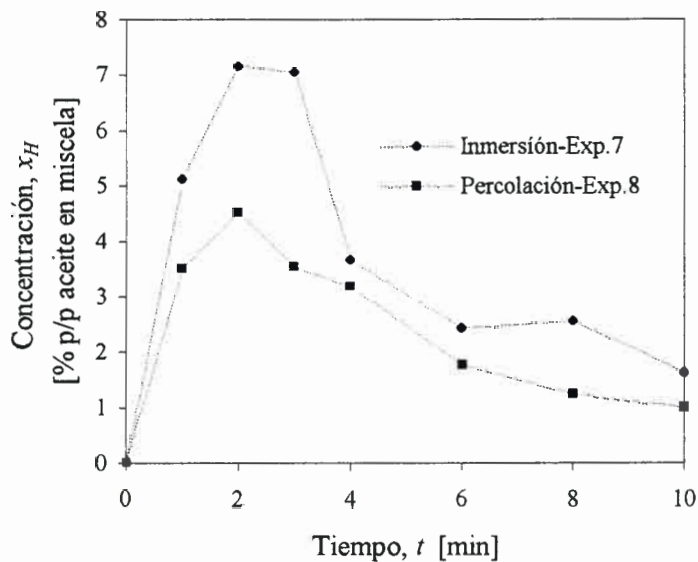


Figura 3.3. Efecto del método de contacto sobre la concentración de la miscela en lecho profundo.

En el Apéndice C se muestran los perfiles temporales de x_H para todas las experiencias realizadas.

Los valores de retención de solvente RS y de eficiencia de extracción EE obtenidos en cuatro experiencias de lecho profundo y cuatro de lecho poco profundo son mostrados en la **Tabla 3.2**.

Exp. N°	Altura de lecho	Modo de contacto	RS , % Retención de solvente	mi , % Materia grasa inicial	% Humedad	EE , % Eficiencia de extracción
1	Poco profundo	Inmersión	21,62	19,88	8,98	77,01
2	Poco profundo	Percolación	21,69	19,88	8,98	70,52
3	Poco profundo	Inmersión	23,89	22,23	8,07	82,54
4	Poco profundo	Percolación	25,55	22,23	8,07	82,00
5	Profundo	Inmersión	26,24	20,65	9,33	75,77
6	Profundo	Percolación	26,97	20,65	9,33	66,84
7	Profundo	Inmersión	27,06	22,96	8,48	83,93
8	Profundo	Percolación	26,61	22,96	8,48	75,40

Tabla 3.2. Resultados obtenidos en las experiencias de extracción por inmersión y por percolación. Flujo de solvente: 0,7 lt/min.

Los resultados de eficiencia de extracción han sido analizados estadísticamente según la prueba t-Student usando el diseño de 'comparación de a pares'(58). Este análisis arrojó los resultados mostrados en la **Tabla 3.3**. Los resultados indican que el esquema de inmersión mostró ser más eficiente (a 5% de nivel de significancia) que el esquema de percolación para las condiciones de lecho profundo, sin observarse diferencias significativas (al 5%) para el caso de lechos poco profundos.

Con respecto a la retención de solvente, los resultados indican que no hay diferencias significativas debidas al tipo de contacto empleado en la extracción pero sí debido a la altura del lecho.

Experiencias	Diferencia en % EE (inmersión-percolación)	Significancia^a
Lecho Profundo - Exp.5 y 6	8,96	Significante al 5 %
Lecho Profundo - Exp.7 y 8	8,53	
Lecho Poco Profundo- Exp.1 y 2	6,49	No significativo al 5 %
Lecho Poco Profundo- Exp.3 y 4	0,07	

^aComparación de a pares usando t-Student.

Tabla 3.3. Análisis de varianza sobre los resultados experimentales.

En lo que respecta a las experiencias con intermitencias en el regado, se realizaron experiencias para 1, 3, 6 y 10 lavados respectivamente (con 2 réplicas). Los resultados promedios obtenidos se muestran en la **Tabla 3.4**.

Numero de lavados	RS, % Retención de solvente	% Humedad	mi, % Concentración inicial
1	10,21	9,95	22,70
3	11,77	7,26	21,62
6	17,06	7,26	21,62
10	19,54	8,42	22,86

Tabla 3.4. Resultados obtenidos en las extracciones con intermitencias en el lavado.

A partir de estos resultados se observa un incremento de la retención de solvente con el número de lavados, aún cuando el volumen de solvente utilizado es el mismo en todos los casos. Este hecho probablemente se relaciona con el mayor tiempo final

disponible para el drenado en los casos con menos lavados que en aquellos con un número mayor de ellos.

En la **Figura 3.4.** se muestra la variación de la eficiencia de extracción en función del número de lavados.

La eficiencia de extracción aumenta considerablemente al pasar de un lavado a tres pero luego el cambio se vuelve muy pequeño alcanzando un valor asintótico de aproximadamente 73% para estas condiciones.

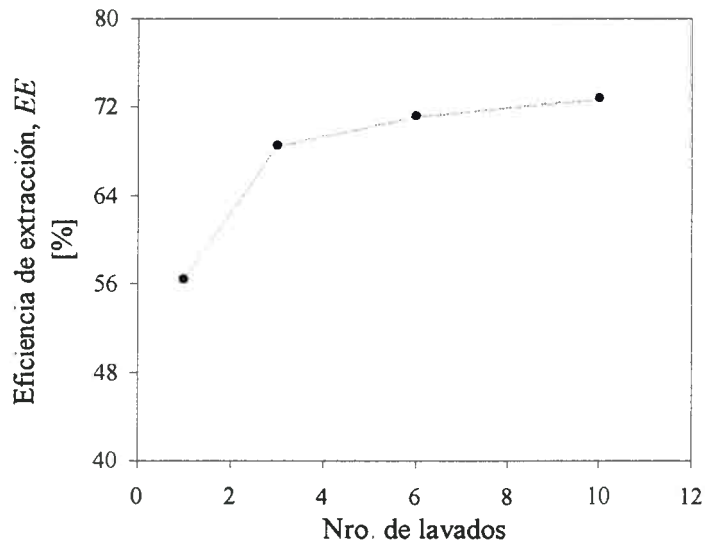


Figura 3.4. Eficiencia de extracción en función del número de lavados

3.4. Conclusiones

Se desarrolló un equipo experimental para la extracción de láminas y/o 'collets' provenientes de semillas oleaginosas. Se diseñó un procedimiento de extracción de forma tal que permita simular una etapa de un extractor continuo de escala industrial.

En las experiencias de percolación versus inmersión y bajo las condiciones experimentales utilizadas, el valor de la eficiencia de extracción fue superior para el esquema de inmersión frente al de percolación. Dado que los valores de humedad, materia grasa inicial y solvente retenido tienen efecto sobre el valor de la eficiencia de extracción obtenido, las experiencias fueron realizadas de forma de minimizar su incidencia.

En las condiciones de operación utilizadas, un buen regado de la mezcla sobre el lecho de sólidos parece no ser suficiente para superar la ventaja de la inmersión al

aprovechar todos los espacios disponibles para contacto sólido-líquido. Este resultado fue más notorio a mayores profundidades de lecho.

En la presencia de percolación con intermitencias en el lavado, los resultados obtenidos predicen un aumento de la eficiencia de extracción para un aumento del número de lavados, con una tendencia más marcada a bajos valores de esta variable. Para mayor número de lavados, la mejora en la eficiencia de extracción no es muy notoria, y es de esperar que el aumento del costo operativo y/o de inversión de implementar un número grande de lavados sea preponderante.

Capítulo 4

Modelado del proceso de extracción

El modelado de las pruebas experimentales tiene el objetivo de permitir el análisis teórico de los fenómenos involucrados en los procesos estudiados y de evaluar su correspondencia con los resultados experimentales obtenidos. En este capítulo se presenta el modelado de la operación de extracción llevada a cabo en lo que representaría una etapa de un proceso de extracción multietapas, adaptando dicho modelo al funcionamiento bajo el esquema de inmersión y el de percolación.

4.1. Antecedentes

En la descripción teórica del fenómeno se han reportado numerosos trabajos que aportan al modelado de la operación. Es posible separar los antecedentes encontrados en: **i)** modelos que describen la extracción en una etapa de la operación total (extracción en un lecho fijo de partículas), y **ii)** modelos que describen la operación completa (multietapas).

Entre los modelos que describen *una etapa (i)*, se cuenta con una solución analítica al problema del comportamiento transiente de un lecho fijo (14). Se trata de un modelo difusivo para la partícula junto con un modelo convectivo para el seno del líquido. La solución se presenta en forma de una integral infinita, la cual posee una velocidad de convergencia muy baja requiriendo, en algunos casos, de un importante trabajo numérico para su resolución. A partir del modelo antes mencionado, Rice (15) introduce un perfil parabólico para aproximar la distribución de concentración dentro de la partícula lo cual le permite obtener importantes simplificaciones de la solución analítica.

En el modelado de los procesos de sorción, se ha trabajado en el análisis de las distintas resistencias a la transferencia de masa que aparecen en lechos con adsorbentes biporosos. Hay al menos tres distintas resistencias a la transferencia de masa: 1) resistencia a la difusión en los microporos, 2) resistencia a la transferencia de masa en los macroporos, 3) posible barrera a la transferencia de masa en la superficie de la micropartícula. Por otra

parte, para el caso de fluidos circundantes binarios (como en el presente caso) aparece una resistencia externa a la partícula asociada con la difusión a través de una película de flujo laminar. La magnitud relativa de estas resistencias varía ampliamente dependiendo del sistema particular y las condiciones (16).

Entre los estudios sobre extracción de partículas oleaginosas, se conocen resultados de la influencia de la estructura de la lámina de soja en el proceso de extracción, tanto en la retención de aceite como en la velocidad de extracción (17,18).

A pesar de la naturaleza difusiva del proceso de extracción, la concentración de soluto durante la extracción de aceites vegetales a partir de láminas no obedece la solución estándar de la ecuación diferencial parcial basada en la segunda ley de Fick debido a la heterogeneidad estructural de la lámina, lenta disolución del aceite, difusividad dependiente de la concentración, interacciones aceite-sólido y transporte no-difusivo de aceite (17,19-21).

Entre los modelos que describen el proceso *multietapas* (ii), se cuenta con un método para predecir, a partir de determinaciones de laboratorio, el tiempo de retención y la concentración de miscela en extractores de aceite comerciales funcionando con percolación o inmersión (7). Si bien este modelo permite obtener el diseño de un extractor de escala industrial, posee las restricciones impuestas por los resultados empíricos.

Sobre la base de un principio de superposición y tomando la solución propuesta por Crank (12) para la extracción de un soluto desde una matriz sólida, Schwartzberg y Desai (8) propusieron un modelo que describe el comportamiento del extractor continuo. Este modelo permite obtener resultados globales de las etapas (concentración total del lecho como una función del tiempo), no disponiendo por consiguiente de una descripción de la variación de la concentración con la coordenada espacial dentro del lecho.

Entre las aplicaciones específicas a aceites vegetales, se ha desarrollado un modelo para el lecho fijo (11) el cual no considera la resistencia a la transferencia de masa dentro de la partícula. Aunque recientemente se han propuesto modelos que tienen en cuenta esta resistencia interna (13), ninguno de ellos contempla la posibilidad de contar con un cierto grado de insaturación volumétrica en el lecho, tal como ocurre cuando se trabaja con el esquema de percolación (31).

Con el objetivo de analizar la influencia del modo de contacto sobre la eficiencia de extracción, se desarrolla en el presente trabajo un modelo teórico basado en los fenómenos que tienen lugar durante el proceso de extracción, tanto para el esquema de inmersión

como para el de percolación.

4.2. Desarrollo del modelo

Los métodos utilizados para analizar la transferencia de masa en los sistemas de extracción dependen de los esquemas de contacto utilizados y de cómo ellos son combinados en el equipamiento multietapa. En algunos casos, los métodos de análisis apropiados pueden ser los mismos para dos tipos diferentes de contacto. Tal es el caso de la extracción de flujo cruzado, donde tanto el sólido como el líquido se mueven. Sin embargo esta operación puede ser analizada considerando una extracción de etapas de lecho fijo (19). Bajo esta modalidad, el modelo desarrollado en el presente trabajo puede ser extendido al funcionamiento en más de una etapa, de modo de poder adaptar este modelo a la simulación de un extractor comercial.

Descripción teórica

Se desarrolla un modelo unidimensional en estado no estacionario. El proceso de extracción se lleva a cabo en una columna vertical la cual se llena con un lecho de material oleaginoso pretratado; el solvente es incorporado por la parte superior. El solvente percola a través del espacio entre partículas, toma el aceite de los sólidos a su paso y ambos, solvente y aceite en solución, dejan el lecho por el fondo de la columna. La **Figura 4.1.** muestra un esquema del lecho fijo con una vista aumentada de una parte del lecho de partículas.

Una parte del solvente que atraviesa el lecho ingresa a los poros de las partículas para disolver el aceite. Entre el solvente en los poros interiores de la partícula y el aceite dentro del sólido se establece un equilibrio, el cual es función de la concentración de aceite en el sólido, la temperatura y las características propias del sólido y del solvente. El aceite se transfiere dentro de los poros por un mecanismo difusivo, ingresando a la fase global a través de un mecanismo del tipo convectivo producido por una diferencia de concentración entre la composición en los poros y la del seno global de fluido. Finalmente, el aceite es arrastrado por un movimiento convectivo hacia la parte inferior del lecho. En la fase global (espacio interpartículas) se forma un gradiente de concentraciones producido por el enriquecimiento que la miscela va adquiriendo a medida que desciende por el lecho. Este gradiente de concentración conduce a un flujo de dispersión que se contrapone al flujo

convectivo de la miscela.

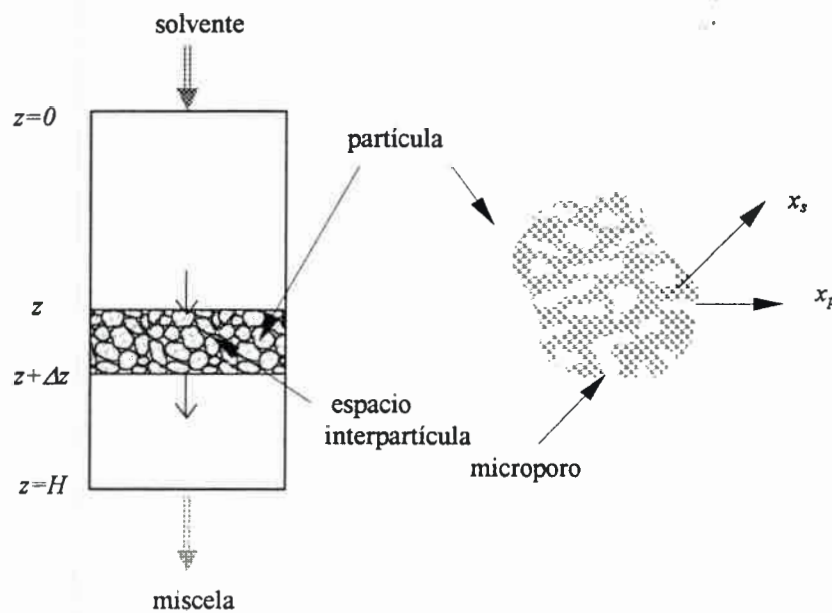


Figura 4.1. Esquema del lecho fijo con vista aumentada de una parte del lecho de partículas.

Consideraciones del modelo

Para el desarrollo del modelo, se establecen las siguientes consideraciones:

- Un lecho de partículas esféricas, porosas e isotrópicas distribuidas en forma aleatoria conforma una etapa del proceso total de extracción.
- El material sólido preparado para la extracción no es estructuralmente homogéneo, sin embargo esta operación se trata como un proceso de transferencia de masa entre las siguientes fases: una fase sólida (matriz de sólidos insolubles), una fase ocluida (miscela ocluida en los poros de las partículas) y una fase líquida global (miscela que se mueve a través del espacio entre partículas).
- El aceite vegetal es un compuesto simple, ya que los componentes presentes en mayor proporción (triglicéridos) son todos altamente solubles en hexano.
- El solvente que inunda los poros disuelve el aceite proveniente de la fase sólida formando una miscela cuya composición queda establecida por el equilibrio logrado con la composición de aceite en el sólido. Esta relación de equilibrio depende de la temperatura y humedad del sólido, del tipo de sólido y del solvente. Se propone una relación del tipo:

$$x_s = K x_p \quad [4.1]$$

donde K es la constante de equilibrio, x_s es la fracción másica de aceite en el sólido en la posición r y x_p es la fracción másica de aceite en la fase ocluida a la misma posición r .

- En todo momento y en cualquier posición del lecho, la transferencia de aceite va desde el poro (fase ocluida) hacia la fase líquida global, debido a una diferencia de concentración entre ambas fases.
- La relación profundidad del lecho al diámetro del mismo es tal que permite despreciar la existencia de gradiente radial de concentración.
- Tanto la porosidad de la partícula como la del lecho son constantes y uniformes.
- La temperatura es constante a lo largo del proceso.
- El calor de mezclado es despreciable.
- El efecto de la humedad del sólido está contemplado en la constante de equilibrio.

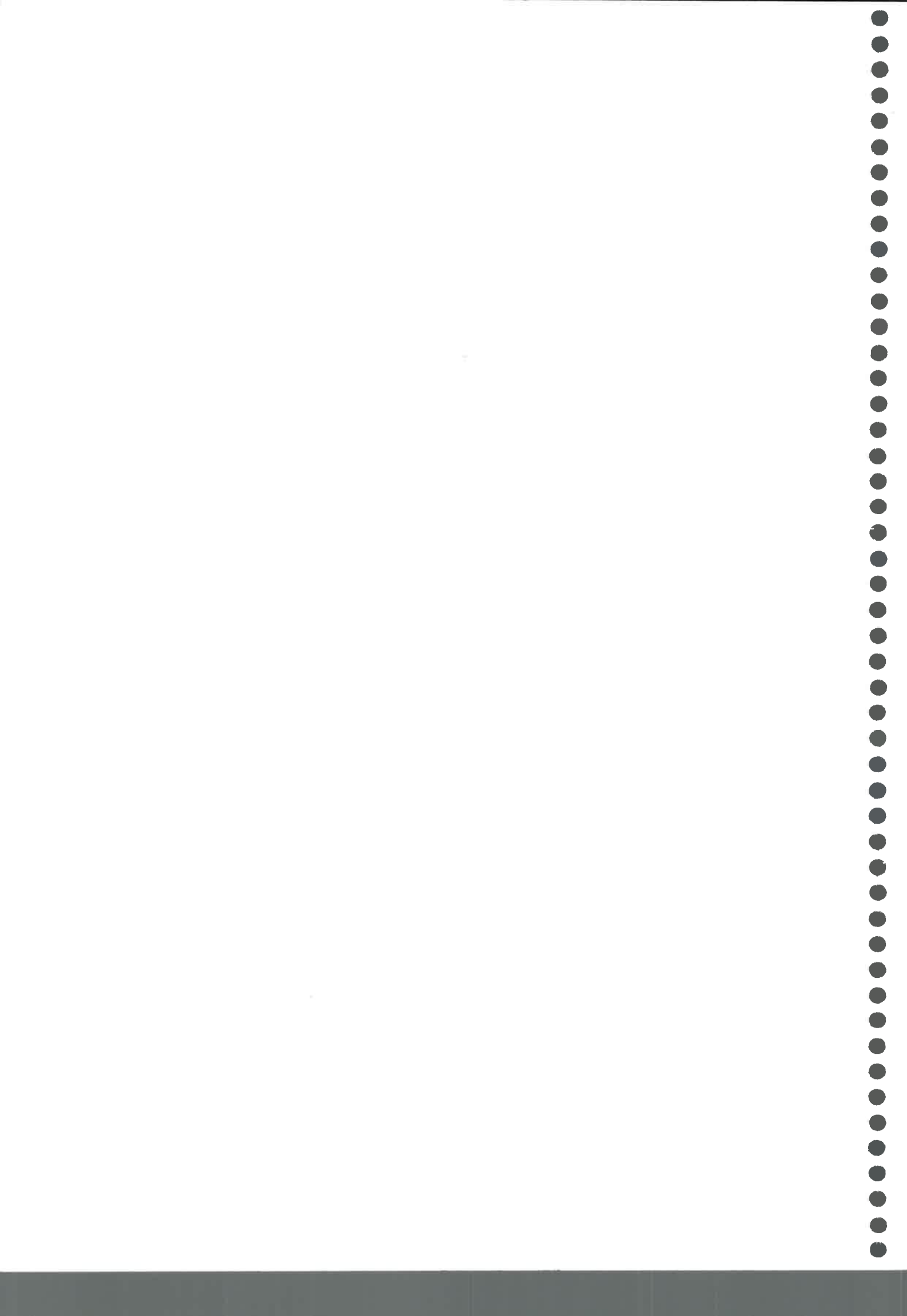
Formulación matemática

El modelo propuesto consiste en la aplicación de dos balances de materia para el aceite; uno de ellos en el interior de la partícula considerando la disolución del aceite en los poros del interior de la partícula y su desplazamiento hasta salir de la misma. El otro balance considera la aparición, en el seno de fluido del lecho, del aceite proveniente del interior de la partícula, y los fenómenos de transferencia que producen su desplazamiento en la dirección axial.

La ecuación de continuidad (44) para el aceite dentro del poro de la partícula resulta en:

$$\rho_m \varepsilon_p \frac{\partial x_p}{\partial t} = D_p \rho_m \varepsilon_p \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} \left(r^2 \frac{\partial x_p}{\partial r} \right) - \rho (1 - \varepsilon_p) \frac{\partial x_s}{\partial t} \quad [4.2]$$

El miembro izquierdo de la ecuación representa la acumulación de aceite en el



poro del interior de la partícula. El primer término del miembro derecho de la ecuación representa el aporte difusivo y el segundo la velocidad de disolución de aceite proveniente de la parte sólida de la partícula. En esta ecuación ε_p es la porosidad de la partícula, ρ_m es la densidad de la miscela, ρ es la densidad de la sustancia sólida y D_p es el coeficiente de difusión del aceite en la miscela dentro del poro de la partícula.

Sobre la base de la ecuación [4.1], el término que valora la desaparición de aceite en el sólido de la ecuación [4.2] puede ser expresado en términos de la composición de aceite en la miscela, de modo que esta ecuación resulta:

$$\left[\rho_m \varepsilon_p + \rho K(1 - \varepsilon_p) \right] \frac{\partial x_p}{\partial t} = D_p \rho_m \varepsilon_p \left(\frac{2}{r} \frac{\partial x_p}{\partial r} + \frac{\partial^2 x_p}{\partial r^2} \right) \quad [4.3]$$

Las condiciones límite y de borde impuestas para la resolución de esta ecuación son:

$$\begin{aligned} t = 0 & \quad x_p = x_p^0 & \quad \forall r \\ r = 0 & \quad \frac{\partial x_p}{\partial r} = 0 & \quad \forall t \\ r = R & \quad -D_p \frac{\partial x_p}{\partial r} = k_x (x_p|_R - x) & \quad \forall t \end{aligned} \quad [4.4]$$

El coeficiente k_x es el correspondiente coeficiente convectivo de transferencia de masa, utilizado para cuantificar la transferencia de aceite por convección que tiene lugar a través de la película líquida alrededor de cada partícula. x representa la fracción másica de aceite en el seno del fluido, composición que es función de la posición axial y del tiempo.

Para resolver la ecuación [4.3] con sus condiciones de borde [4.4] es necesario conocer el valor de x . El mismo varía con la posición axial y con el tiempo según lo propone la ecuación de continuidad planteada para el aceite en un elemento de volumen del lecho, la cual resulta ser (44,59,60):

$$\varepsilon_l \frac{\partial x}{\partial t} + \varepsilon_l v \frac{\partial x}{\partial z} = \varepsilon_l D_z \frac{\partial^2 x}{\partial z^2} + k_x a_{ef} (x_p|_R - x) \quad [4.5]$$

donde ε_l es la porosidad del lecho, D_z corresponde al coeficiente de dispersión axial, v es la velocidad intersticial del fluido, igual a $v_s \varepsilon_l$ (v_s =velocidad superficial=flujo volumétrico/área transversal del lecho) y a_{ef} es el área de contacto sólido-fluido por unidad

de volumen de lecho.

Esta ecuación debe ser resuelta sujeta a las siguientes condiciones:

$$\begin{aligned}
 t = 0 & \quad x = x^0 & \quad \forall z \\
 z = 0 & \quad v x|_{z=0^+} = D_z \frac{\partial x}{\partial z} \Big|_{z=0^+} & \quad \forall t \\
 z = H & \quad \frac{\partial x}{\partial z} \Big|_{z=H} = 0 & \quad \forall t
 \end{aligned} \tag{4.6}$$

Definiendo las siguientes variables adimensionales:

$$\begin{aligned}
 z^* &= \frac{z}{H} \\
 r^* &= \frac{r}{R} \\
 t^* &= \frac{t \cdot v}{H}
 \end{aligned} \tag{4.7}$$

La ecuación [4.3] resulta en:

$$\frac{\partial x_p}{\partial t^*} = \frac{1}{Pe} \frac{H}{R} A \left(\frac{2}{r^*} \frac{\partial x_p}{\partial r^*} + \frac{\partial^2 x_p}{\partial r^{*2}} \right) \tag{4.8}$$

donde:

$$A = \left[1 + K \frac{\rho_s (1 - \varepsilon_p)}{\rho_m \varepsilon_p} \right]^{-1} \tag{4.9}$$

$$Pe = \text{Número de Peclet} = \frac{v R}{D_p} \tag{4.10}$$

R es el radio equivalente de las partículas (radio de una esfera de igual relación área superficial/volumen que las partículas en estudio) y H la altura del lecho. Las condiciones de borde e inicial escritas en forma adimensional resultan:

$$\begin{aligned}
 t^* = 0 & \quad x_p = x_p^0 = \frac{x_s^0}{K} & \quad \forall r^* \\
 r^* = 0 & \quad \frac{\partial x_p}{\partial r^*} = 0 & \quad \forall t^* \\
 r^* = 1 & \quad \frac{\partial x_p}{\partial r^*} = -Bi \left(x_p \Big|_R - x \right) & \quad \forall t^*
 \end{aligned} \tag{4.11}$$

donde:



$$Bi = \text{Número de Biot} = \frac{k_x R}{D_p} \quad [4.12]$$

Adimensionalizando la ecuación [4.5] se obtiene:

$$\frac{\partial x}{\partial t^*} + \frac{\partial x}{\partial z^*} = \frac{1}{Pe_z} \frac{\partial^2 x}{\partial z^{*2}} + St \frac{1}{\varepsilon_1} (a_{ef} H) (x_p|_R - x) \quad [4.13]$$

donde:

$$Pe_z = \text{Número de Peclet} = \frac{H v}{D_z} \quad [4.14]$$

$$St = \text{Número de Stanton} = \frac{k_x}{v} \quad [4.15]$$

Las condiciones de borde [4.6] se reducen a:

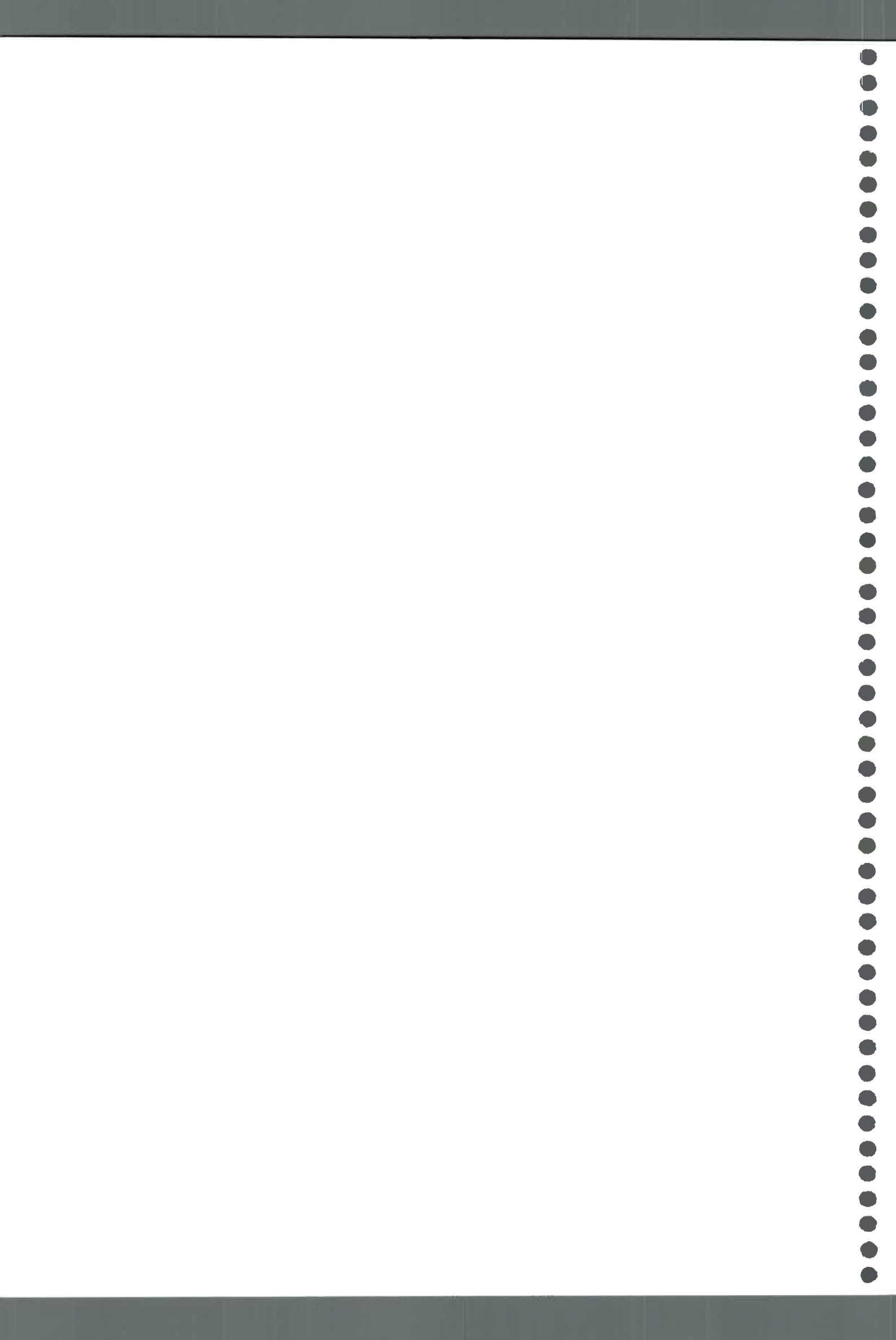
$$\begin{aligned} t^* = 0 & \quad x = x^0 & \quad \forall z^* \\ z^* = 0 & \quad x|_{z^*=0^+} = \frac{1}{Pe_z} \frac{\partial x}{\partial z^*} \Big|_{z^*=0^+} & \quad \forall t^* \\ z^* = 1 & \quad \frac{\partial x}{\partial z^*} \Big|_{z^*=1} = 0 & \quad \forall t^* \end{aligned} \quad [4.16]$$

Modelo para el contacto por inmersión. En el esquema de inmersión se considera que todo el espacio vacío del lecho está permanentemente ocupado por solvente o miscela. El modelo para este modo de contacto resulta de la aplicación de las ecuaciones antes planteadas, donde el área de contacto sólido-fluido por unidad de volumen de lecho se calcula como:

$$a_{ef} = a_p (1 - \varepsilon_1) \quad [4.17]$$

siendo a_p la superficie específica de la partícula (definida como superficie de partícula por unidad de volumen de partícula).

Modelo para el contacto por percolación. Cuando el extractor trabaja bajo el esquema de percolación, el espacio vacío del lecho no se encuentra totalmente ocupado por solvente o miscela y el área de contacto sólido-líquido disponible para la transferencia de masa se reduce respecto de aquella indicada en la ecuación [4.17]. En este caso, a_{ef} resulta una función de la fracción de volumen hueco ocupada por el líquido, definida como



saturación volumétrica del lecho, Φ .

El valor de Φ (y por lo tanto de α_{ef}) es una función de la capacidad de drenaje del lecho y del flujo de líquido (solvente o miscela) alimentado al mismo. En lo que sigue, se desarrolla una metodología para vincular las condiciones operativas y las características morfológicas del lecho con el valor de Φ y α_{ef} . En primer lugar, se propone un modelo simple para representar la morfología del lecho el cual permite relacionar parámetros macroscópicos del mismo (porosidad y permeabilidad) con sus características primarias, tal como la distribución de tamaños de poros. A partir de ello y teniendo en cuenta las fuerzas actuantes sobre el líquido, se encuentra una expresión que permite evaluar Φ en función del tiempo, para un lecho inicialmente saturado. En base a este resultado, se deriva finalmente un mecanismo para establecer el nivel de saturación y α_{ef} para el caso de un lecho continuamente alimentado con un caudal Q_{in} de líquido.

El modelo propuesto asume al lecho como una masa sólida perforada por poros cilíndricos paralelos al vector que representa la aceleración de la gravedad (22). Se considera que los diámetros de los poros son variables, y responden a una función de distribución continua, $g(s)$, tal que:

$$g(s) = \frac{dn_s}{ds} \quad [4.18]$$

donde:

dn_s = número de poros con diámetro entre s y $s+ds$, por unidad de área perpendicular al eje axial.

s = diámetro de poro.

Trabajos previos sobre caracterización de medios porosos (50) indican que una distribución adecuada para representar la variación de tamaños de poros observada en un gran número de muestras de medios porosos es del tipo:

$$g(s) = \alpha \frac{s}{\bar{s}^2} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{s}{\bar{s}} \right)^2} \quad [4.19]$$

donde:

α = factor a ser determinado,

\bar{s} = diámetro de poro predominante (diámetro de poro para el cual la distribución

exhibe un máximo).

La **Figura 4.2.** muestra el aspecto de esta función de distribución continua. La porosidad total de la muestra, ε , resulta de los aportes dados por todos los diámetros de poros según:

$$\varepsilon = \int_0^{\infty} \frac{\pi s^2}{4} g(s) ds \tag{4.20}$$

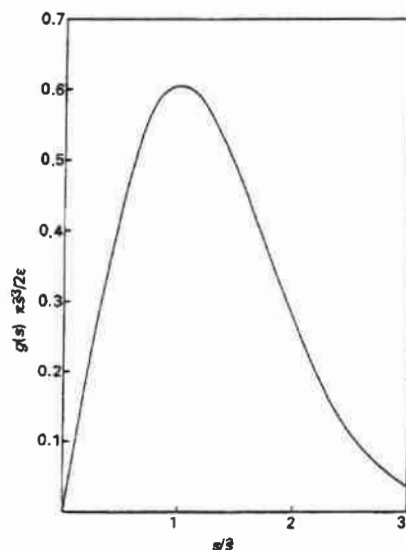


Figura 4.2. Función de distribución del diámetro de poro.

Introduciendo la ecuación [4.19] en la [4.20] y realizando la integración indicada, resulta:

$$\varepsilon = \frac{\pi \hat{\alpha} \bar{s}^2}{2} \tag{4.21}$$

a partir de lo cual, se obtiene $\hat{\alpha}$ como:

$$\hat{\alpha} = \frac{2\varepsilon}{\pi \bar{s}^2} \tag{4.22}$$

Por otro lado, el flujo volumétrico de un fluido newtoniano moviéndose en el interior de un poro cilíndrico de diámetro s y altura H , en condiciones tales que los efectos inerciales son despreciables, está dado por (44):

$$Q_s = \frac{\pi s^4 \Delta P}{128 \mu H} \tag{4.23}$$

donde ΔP es la diferencia de presión aplicada entre la superficie superior e inferior del poro y μ es la viscosidad de la fase líquida.

La fracción de flujo total a través de los poros cuyo diámetro está comprendido en el rango s y $s+ds$, $dQ_{s/s+ds}$, está dada por:

$$dQ_{s/s+ds} = A_T Q_s g(s) ds \quad [4.24]$$

siendo A_T el área total transversal del lecho. Reemplazando las ecuaciones [4.19], [4.22] y [4.23] en [4.24] y realizando la integración para todos los valores posibles de s , se obtiene para Q :

$$Q = \frac{\varepsilon A_T \Delta P}{8 \mu H} \bar{s}^2 \quad [4.25]$$

En términos de la permeabilidad del lecho de partículas, k , Q se puede expresar utilizando la ecuación de D'Arcy como (45):

$$Q = A_T \frac{k \Delta P}{\mu H} \quad [4.26]$$

La comparación de las ecuaciones [4.25] y [4.26] permite deducir que:

$$\bar{s} = \sqrt{\frac{8k}{\varepsilon}} \quad [4.27]$$

Las ecuaciones [4.22] y [4.27] permiten escribir $g(s)$ como:

$$g(s) = \frac{s \varepsilon^3}{32 \pi k^2} e^{-\frac{\varepsilon}{16k} s^2} \quad [4.28]$$

A partir de un lecho inicialmente saturado y debido a las fuerzas actuantes, el líquido contenido en cada uno de los poros alcanzará diferentes alturas $y(t)$ menores que H , a medida que el tiempo transcurre. En este trabajo se considera que las principales fuerzas que definen el estado de saturación del medio poroso son:

1. fuerzas gravitatorias.
2. fuerzas capilares, resultantes de la curvatura de la superficie superior en cada uno de

los poros.

3. fuerzas viscosas, oponiéndose al movimiento del fluido.

Considerando las fuerzas mencionadas, la aplicación de un balance de cantidad de movimiento (44) al flujo de un fluido dentro de un poro de diámetro s y altura y (ver **Figura 4.3.**) resulta en:

$$\frac{4\sigma\cos(\alpha)}{ys} + \mu \left[\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial w}{\partial r} \right) \right] + \rho g = 0 \quad [4.29]$$

En esta expresión se ha utilizado la ecuación de Young-Laplace (27) para representar la diferencia de presión entre la parte superior e inferior del poro y se ha despreciado el término no estacionario que representa la variación con el tiempo de la cantidad de movimiento total del volumen fluido considerado. w es la velocidad de drenaje del fluido dentro del poro en función de la coordenada r , σ representa la tensión superficial y α es el ángulo de contacto entre las fases sólida y líquida respectivamente. Integrando esta expresión con la condición que $w(s/2) = 0$, se obtiene:

$$w(r) = \frac{(s/2)^2 - r^2}{4yu} \left(y\rho g - \frac{4\sigma\cos(\alpha)}{s} \right) \quad [4.30]$$

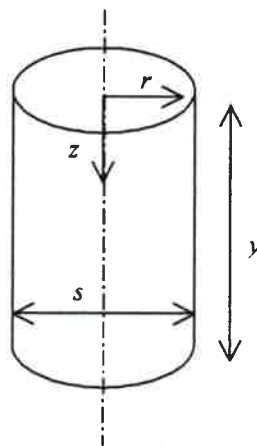


Figura 4.3. Representación esquemática de un poro cilíndrico dentro del lecho de sólidos.

El caudal de fluido que sale del poro, se evalúa a partir de la ecuación [4.30] como:

$$Q = \int_0^{s/2} w(r) 2\pi r dr = \frac{\pi s^4}{128\mu y} \left(y\rho g - \frac{4\sigma \cos(\alpha)}{s} \right) \quad [4.31]$$

Por otro lado, el caudal de descarga se puede evaluar en términos de la variación de volumen de líquido en el poro como:

$$Q = \frac{dV}{dt} = -\frac{\pi s^2}{4} \frac{dy}{dt} \quad [4.32]$$

Combinando las ecuaciones [4.31] y [4.32] se obtiene:

$$\frac{dy}{dt} = -\frac{s^2}{32\mu y} \left(y\rho g - \frac{4\sigma \cos(\alpha)}{s} \right) \quad [4.33]$$

la cual, integrada bajo la condición $y=H$ en $t=0$, resulta en la siguiente solución aproximada (22):

$$y(t) = \left(H - \frac{4\sigma \cos(\alpha)}{\rho g s} \right) e^{-\frac{s^2 \rho g}{32\mu H} t} + \frac{4\sigma \cos(\alpha)}{\rho g s} \quad [4.34]$$

Acorde a la teoría de Laplace, la altura de líquido a la cual la fuerza de gravedad se equilibra con la fuerza capilar, h_0 (altura de equilibrio), estará dada por:

$$h_0 = \frac{4\sigma \cos(\alpha)}{\rho g s} \quad [4.35]$$

El 'diámetro de poro crítico', por debajo del cual no se producirá drenaje, está dado entonces por:

$$s^* = \frac{4\sigma \cos(\alpha)}{\rho g H} \quad [4.36]$$

Para poros cuyos diámetros caen por debajo de este 'diámetro de poro crítico', el poro permanecerá lleno de líquido. De esta manera, el líquido que en el lecho a representar con este modelo, queda o bien ocluido en poros, o bien adherido a la superficie sólida de las partículas, será representado aquí por el líquido en poros cuyo diámetro es más pequeño que el diámetro de poro crítico.

Extendiendo entonces el análisis de un poro a todos los poros presentes en el lecho, es posible obtener el volumen total ocupado por la fase líquida, $V(t)$, como una función del tiempo de drenaje, utilizando la siguiente ecuación:

$$V(t) = \int_0^{s^*} g(s) \frac{\pi s^2}{4} A_T H ds + \int_{s^*}^{\infty} g(s) \frac{\pi s^2}{4} A_T y(t) ds \quad [4.37]$$

Esta expresión evaluada en $t = 0$ ($y(t) = H$) da por resultado:

$$V(0) = \int_0^{\infty} g(s) \frac{\pi s^2}{4} A_T H ds = A_T H \varepsilon \quad [4.38]$$

lo cual es conceptualmente correcto para un lecho inicialmente saturado.

De manera similar se obtiene el área efectiva de contacto sólido-líquido, $a_{ef}(t)$, durante el proceso de drenaje en función del tiempo, como:

$$a_{ef}(t) = \int_0^{s^*} g(s) \pi s A_T H ds + \int_{s^*}^{\infty} g(s) \pi s A_T y(t) ds \quad [4.39]$$

En la **Figura 4.4.** se muestra la variación del grado de saturación volumétrica Φ para las condiciones experimentales indicadas en la misma figura.

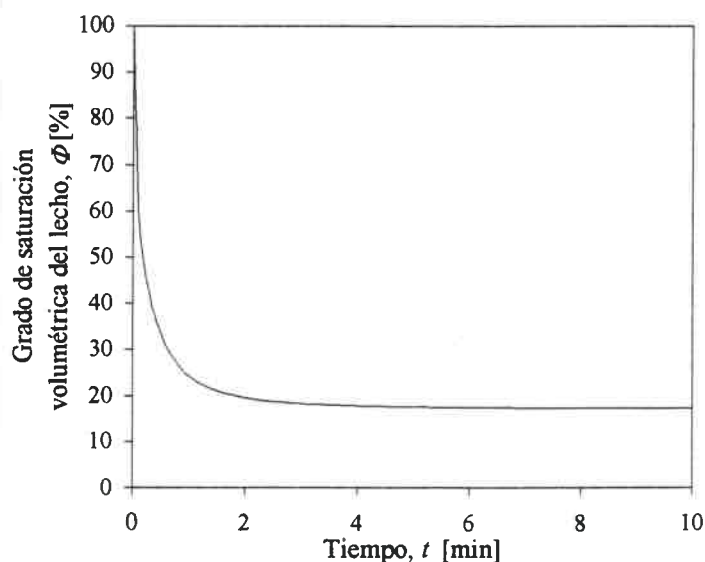


Figura 4.4. Variación del grado de saturación volumétrica en el lecho de sólidos. Condiciones operativas utilizadas: expandido de soja; altura del lecho: 34 cm; temperatura: 50°C; $\varepsilon = 0,65$; $\sigma = 20,9 \cdot 10^{-3}$ Nt/m; $k = 1,3 \cdot 10^{-4}$ cm²; $\cos(\alpha) = 0,7$.

El caudal de salida para un lecho que está drenando se puede obtener a través de:

$$Q_D(t) = \frac{dV(t)}{dt} \quad [4.40]$$

En la **Figura 4.5.** se observa la variación de este caudal con el tiempo, obtenida a partir de los resultados para $V(t)$ mostrados en la **Figura 4.4.**

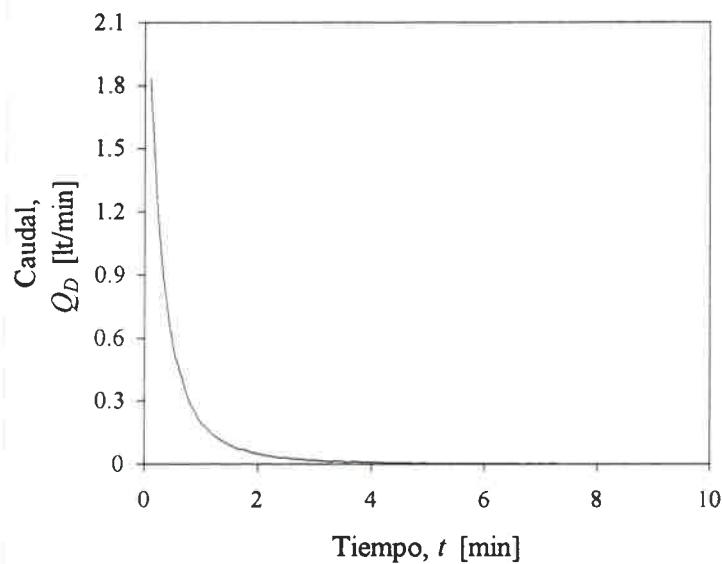


Figura 4.5. Variación del caudal de salida del lecho de extracción.

Comenzando con un lecho saturado, la existencia de un flujo de entrada de fluido al lecho permitirá que el líquido contenido en la matriz sólida drene hasta alcanzar un equilibrio. Este estado de equilibrio corresponde a la condición en la cual el flujo de líquido que abandona el lecho es igual al caudal de líquido de ingreso. Si Q_{in} es el flujo de ingreso al lecho, haciendo $Q_{in} = dV(t)/dt$ es posible encontrar el tiempo t_e correspondiente a esta condición de equilibrio. El área de contacto sólido-fluido efectiva para la transferencia de masa será entonces calculada a través de la ecuación [4.39] evaluada en el tiempo de equilibrio t_e .

El grado de saturación volumétrica del lecho Φ , en esta condición, se determina como:

$$\Phi = \frac{V(t_e)}{\varepsilon A_T H} \quad [4.40]$$

Finalmente, a partir de la información puntual obtenida de las ecuaciones del modelo presentado, se calculan parámetros globales del lecho tales como la Eficiencia de Extracción, %EE, y la Retención de Solvente, %RS.

En el primer caso, se evalúa primero el valor promedio de concentración de aceite en el sólido, $x_{s,av}$, como:

$$x_{s,av} = \int_0^1 \left[\int_0^1 3x_s r^{*2} dr^* \right] dz^* \quad [4.41]$$

Luego, con los valores de $x_{s,av}$ al comienzo y al final de la etapa de extracción el cálculo de %EE se realiza a través de la siguiente ecuación:

$$\%EE = 100 \left[\frac{x_{s,av}(t=0) - x_{s,av}(t=t_{ex})}{x_{s,av}(t=0)} \right] \quad [4.42]$$

Para el cálculo de %RS se utiliza el valor de saturación del lecho al final de la etapa de drenaje, $\Phi(t_{dr})$:

$$\%RS = 100 \frac{\varepsilon}{1 - \varepsilon} \frac{\rho_h}{\rho} \Phi(t_{dr}) \quad [4.43]$$

donde ρ y ρ_h corresponden a la densidad de la sustancia sólida y del solvente respectivamente y ε es la porosidad total del lecho dada por:

$$\varepsilon = \varepsilon_p(1 - \varepsilon_l) + \varepsilon_l \quad [4.44]$$

Resolución de las ecuaciones

Las ecuaciones diferenciales de los balances de materia han sido resueltas numéricamente usando el método de diferencias finitas implícito (23) con MatLab 5.3 (24). La integración de las ecuaciones [4.37] y [4.39] ha sido realizada numéricamente usando

cuadraturas de Gauss-Legendre (25) (ver Apéndice B).

Las propiedades físicas que intervienen en el modelo (ρ , σ , μ) han sido evaluadas con datos disponibles en bibliografía (26,27,41-43). La porosidad total del lecho ε se ha determinado experimentalmente según el procedimiento propuesto por Lozano et al (28). Con correlaciones propuestas en bibliografía se ha evaluado el coeficiente de dispersión D_z , el coeficiente convectivo de transferencia de materia k_x y el de difusión D_p (30,44). La permeabilidad k se ha calculado según la ecuación de Kozeny (45) (ver Apéndice A).

4.3. Resultados

Se han resuelto las ecuaciones del modelo planteado para parámetros y propiedades físicas tales que permitan simular las condiciones experimentales. Los valores utilizados se indican en la leyenda de cada figura. En la **Figura 4.6.** se muestra la variación de la fracción másica de aceite en la fase líquida global como una función de la altura del lecho y del tiempo, simulando el modo de contacto por inmersión. Se observa que, para cada tiempo t , la concentración de aceite aumenta con el avance de la miscela a través del lecho. Inicialmente, la concentración x aumenta por la extracción; luego, dado que el lecho se va agotando en aceite, x disminuye progresivamente.

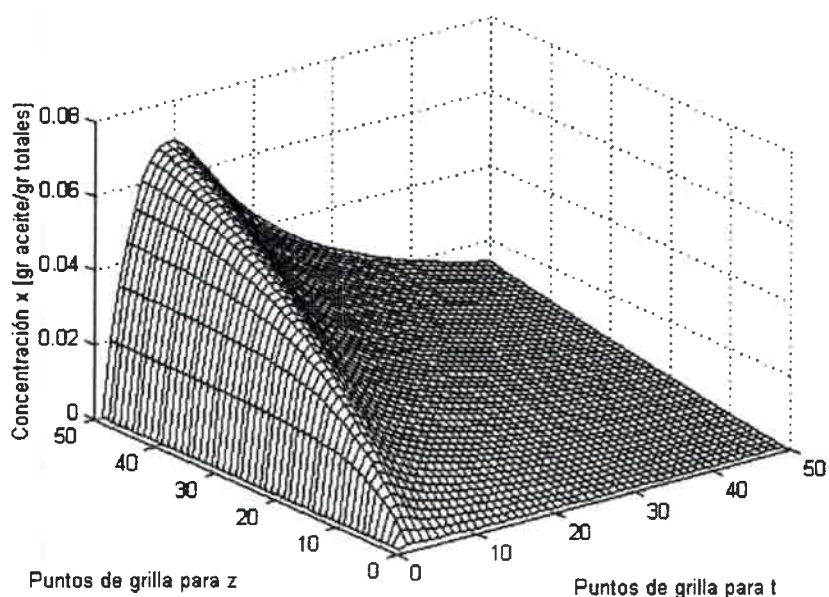


Figura 4.6. Variación de la concentración de aceite en la miscela en el seno del lecho con la altura z y con el tiempo t . Condiciones simuladas: contacto por inmersión; láminas de soja; flujo de solvente: 0,7 lt/min; altura de lecho: 34 cm; temperatura: 50 °C; $\varepsilon_p = 0,3$; $\varepsilon_l = 0,5$; $D_p = 9,33 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{s}$; $D_z = 9,86 \cdot 10^{-2} \text{ cm}^2/\text{s}$; $k_x = 1,42 \cdot 10^{-3} \text{ cm/s}$; $K = 0,6$; $mi=22,96\%$.

La distribución del contenido de aceite en la miscela dentro de los poros de cada partícula se muestra en la **Figura 4.7.** donde se comparan los perfiles obtenidos para distintos valores de z (altura de lecho) y a tiempo final de extracción, simulando el modo de contacto por inmersión. En la parte superior del lecho se tienen menores concentraciones de aceite y a su vez, estas concentraciones disminuyen hacia la parte externa de la partícula posibilitando la transferencia del aceite mediante un mecanismo de difusión producido por diferencias de concentración.

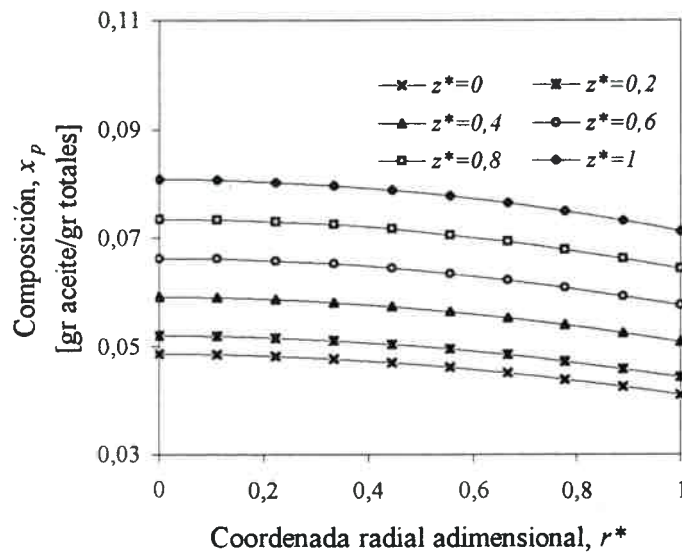


Figura 4.7. Variación de la concentración de aceite en la miscela dentro de la partícula con la posición radial adimensional r^* , paramétrica en la posición axial adimensional z^* y para el tiempo final de extracción. Condiciones simuladas: ídem Figura 4.6.

Con el objetivo de analizar el comportamiento de todo el lecho en función del tiempo, el modelo desarrollado promedia las composiciones a lo largo de toda la altura del lecho utilizando la ecuación [4.41]. En la **Figura 4.8.** se representa $x_{s,av}$ como una función del tiempo para los dos esquemas de contacto en estudio. Se observa que la concentración final de aceite en el sólido para el esquema de inmersión es menor, conduciendo a una mayor eficiencia de extracción para este modo de contacto. Este comportamiento también es posible observarlo a través de los resultados que proporciona la concentración de la miscela a la salida del extractor a lo largo de toda la experiencia. En la **Figura 4.9.** se muestra la variación de la concentración de la miscela en la salida del extractor en función del tiempo de extracción. Para el modo de contacto por inmersión la eficiencia de extracción fue más alta y correlativamente, las concentraciones de miscela que se obtienen

también lo son.

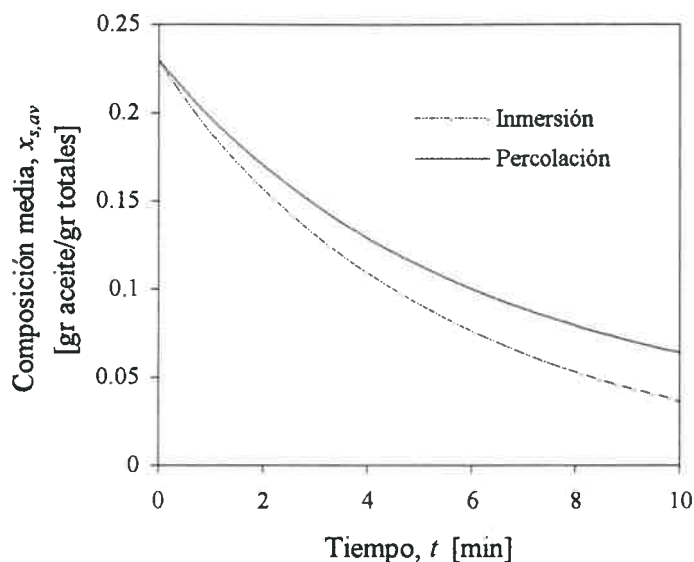


Figura 4.8. Variación de la fracción másica promedio de aceite en el sólido con el tiempo t . Condiciones simuladas: ídem Figura 4.6. para ambos modos de contacto.

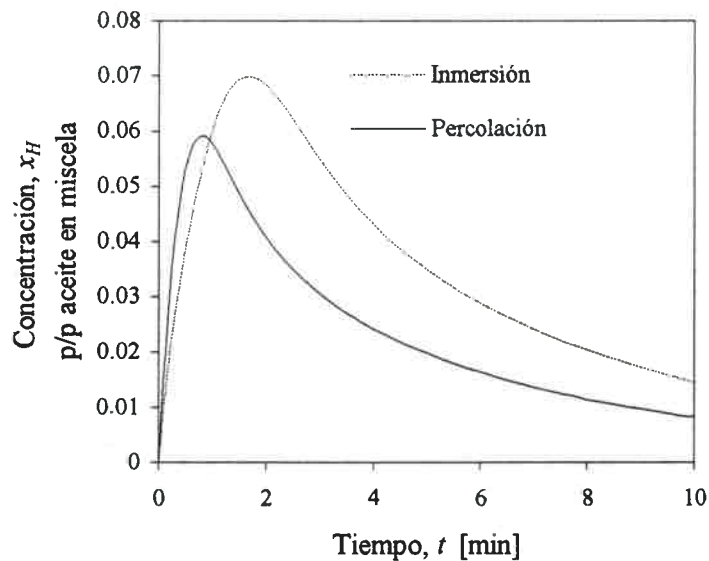


Figura 4.9. Variación de la concentración de miscela a la salida del extractor con el tiempo t . Condiciones simuladas: ídem Figura 4.6. para ambos métodos de contacto.

Para analizar la influencia sobre el proceso de extracción de algunos parámetros involucrados en el modelo, se obtuvieron resultados para diferentes valores de cada parámetro en el modo de contacto por inmersión y con los restantes parámetros en los

mismos valores que los indicados en la **Figura 4.6**.

El efecto que producen cambios en la constante de equilibrio K se muestra en la **Figura 4.10**. Un mayor valor de esta constante produce un mayor valor de concentración final de aceite en el sólido, disminuyendo de esta manera la eficiencia de extracción. Esto es debido a que un aumento de la constante de equilibrio produce una disminución de la concentración de aceite dentro del poro que ocasiona una disminución de la fuerza impulsora para la transferencia de masa.

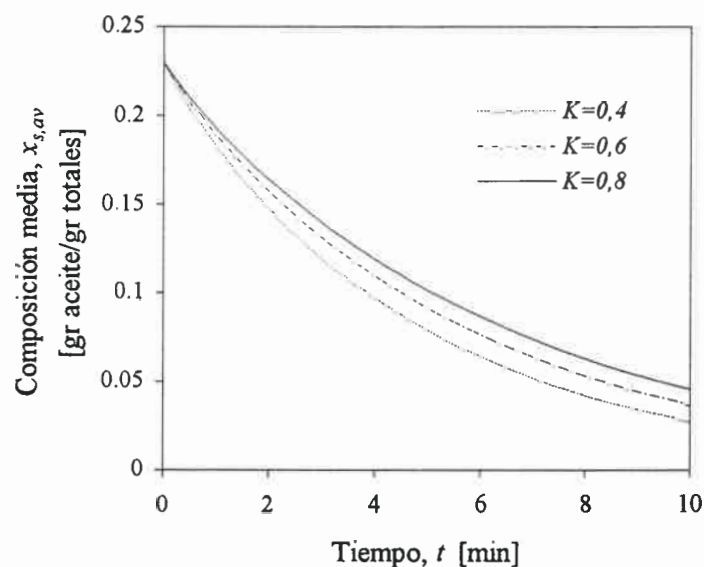


Figura 4.10. Efecto de la constante de equilibrio K ($x_s = K x_p$) sobre la concentración promedio de aceite en el sólido.

En la **Figura 4.11**, se muestra el efecto del coeficiente convectivo de transferencia de masa k_x . Un aumento de este coeficiente resulta en una mayor velocidad de transferencia de masa en la salida de los poros de la partícula lo que mejora el rendimiento de extracción.

La influencia del tamaño de partícula es representada en la **Figura 4.12**. A medida que el radio equivalente de la partícula aumenta (equivalente a una disminución del área interfacial) se produce un aumento en la concentración de aceite en el sólido.

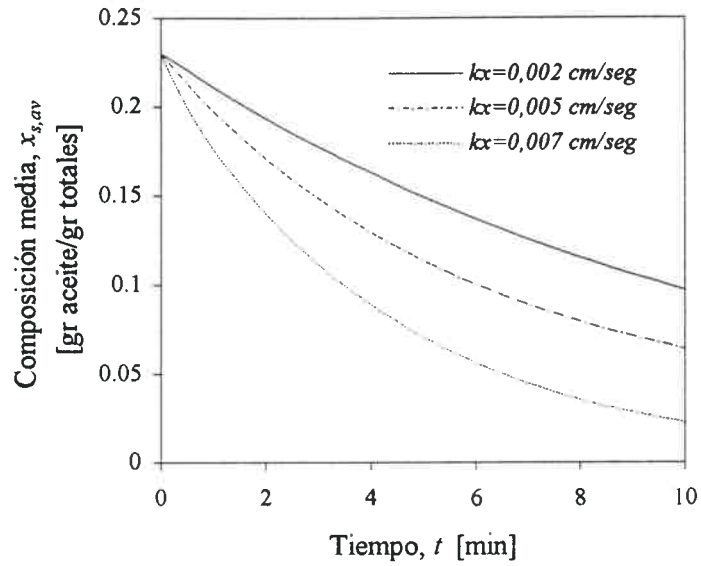


Figura 4.11. Efecto del coeficiente convectivo de transferencia de masa k_x sobre la concentración promedio de aceite en el sólido.

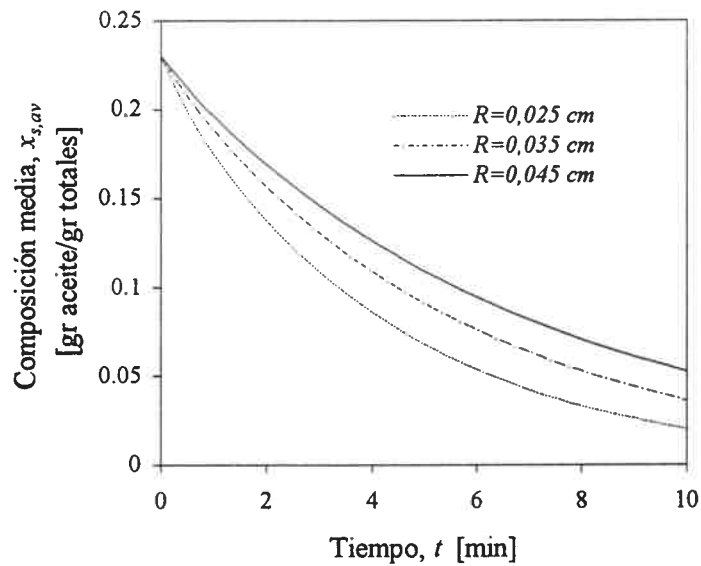


Figura 4.12. Efecto del radio de partícula R sobre la concentración promedio de aceite en el sólido

Por último, en la Figura 4.13 se muestra el efecto del ángulo de contacto, α , sobre el % RS . A mayor ángulo de contacto se produce una menor retención de fluido.

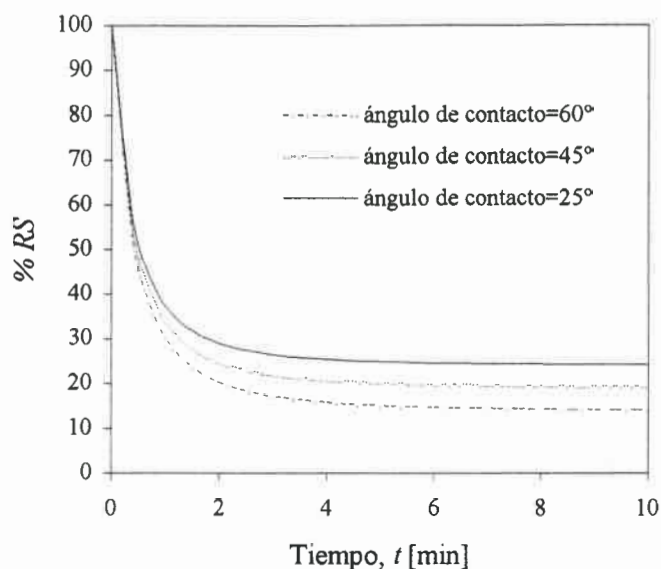


Figura 4.13. Efecto del ángulo de contacto sobre el grado de saturación volumétrica, durante la etapa de drenaje. Condiciones simuladas: $H=20$ cm; $\varepsilon=0,65$; $\sigma=20,9 \cdot 10^{-3}$ Nt/m; $k=1,3 \cdot 10^{-4}$ cm².

4.4. Convalidación de los modelos teóricos

En la Figura 4.14. y la Tabla 4.1. se presentan los resultados obtenidos al aplicar el modelo propuesto a algunas de las experiencias llevadas a cabo en esta tesis. En la Figura 4.14. se observan los resultados experimentales comparados con los valores producidos por el modelo para dos experiencias determinadas: una de inmersión y otra de percolación. Se observa que los valores predichos y los experimentales siguen una misma tendencia. Las gráficas con los resultados de las demás experiencias se encuentran en el Apéndice C.

En la Tabla 4.1. se observan los valores de eficiencia de extracción obtenidos a partir de las experiencias realizadas y se los compara con los resultados del modelo para las correspondientes condiciones operativas de esas experiencias. La convergencia del método numérico empleado se analizó aumentando el número de intervalos utilizados para discretizar el dominio espacial y temporal. Los resultados mostraron una diferencia inferior a 10^{-2} en la composición final de materia grasa al aumentar 10 veces el número de intervalos utilizados.

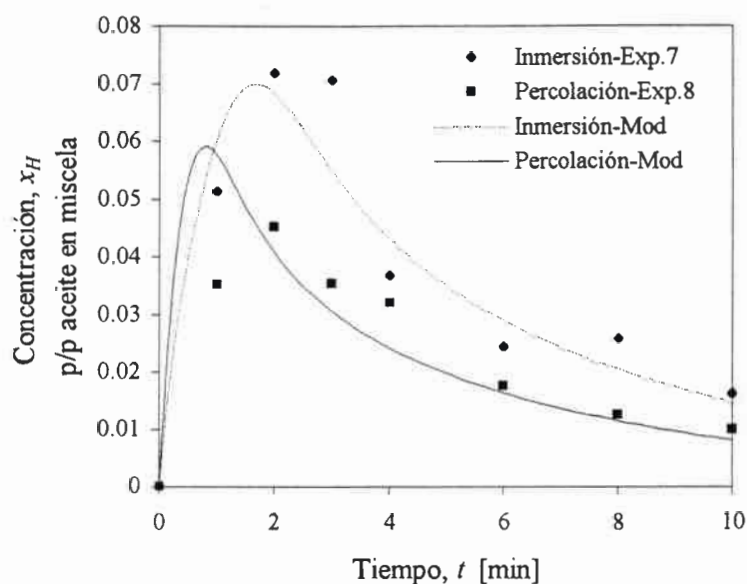


Figura 4.14. Resultados experimentales versus resultados obtenidos con el modelo de simulación. Condiciones simuladas y experimentales; ídem Figura 4.6. para ambos métodos de contacto.

Exp. N°	Altura de lecho	Modo de contacto	% Humedad	m_i , % Materia grasa inicial	Resultados experimentales		Resultados teóricos	
					m_f , % Materia grasa final	EE, % Eficiencia de extracción	m_f , % Materia grasa final	EE, % Eficiencia de extracción
1	Poco profundo	Inmersión	8,98	19,88	4,57	77,01	2,86	85,61
2	Poco profundo	Percolación	8,98	19,88	5,86	70,52	5,13	74,19
3	Poco profundo	Inmersión	8,07	22,23	3,88	82,54	3,20	85,61
4	Poco profundo	Percolación	8,07	22,23	3,99	82,00	5,73	74,22
5	Profundo	Inmersión	9,33	20,65	5,07	75,77	3,44	83,34
6	Profundo	Percolación	9,33	20,65	6,84	66,84	6,47	68,67
7	Profundo	Inmersión	8,48	22,96	3,69	83,93	3,82	83,36
8	Profundo	Percolación	8,48	22,96	5,65	75,40	7,19	68,68

Tabla 4.1. Resultados obtenidos en las experiencias de extracción. Comparación con los valores predichos por el modelo. Flujo de solvente: 0,7 lt/min; puntos grilla en t : 50; puntos grilla en $z=50$; puntos grilla en $r=10$.

Con respecto a la utilización de herramientas de comprobación del programa, se han llevado a cabo dos acciones. La primer acción es la verificación de que la transferencia



de masa ocurre en el sentido planteado en todo momento de la operación; para tal fin el programa constata permanentemente el signo de la variable que contiene la cantidad de masa transferida. La segunda acción de comprobación del programa se refiere al cierre de un balance de masa macroscópico. En las experiencias presentadas, la diferencia porcentual promedio entre el aceite extraído del sólido y el aceite total recuperado desde la miscela fue de 3,19 %.

Los resultados obtenidos muestran un buen seguimiento de los fenómenos intervinientes en esta operación. No obstante, el modelo ha sido probado utilizando valores de coeficientes como k_x , D_z , D_p , K y a_p obtenidos de correlaciones de uso general en fenómenos de transporte. Como una extensión de este trabajo, será importante probar este modelo con datos de estos parámetros estimados para este tipo de aplicación en particular.

Finalmente se utilizó el modelo para predecir el grado de saturación volumétrica durante el drenado del lecho. En la **Figura 4.15**, se muestran los resultados del modelo junto a datos experimentales obtenidos midiendo el volumen drenado a distintos tiempos. Se observa un buen ajuste entre los valores teóricos obtenidos con el modelo propuesto y los datos experimentales.

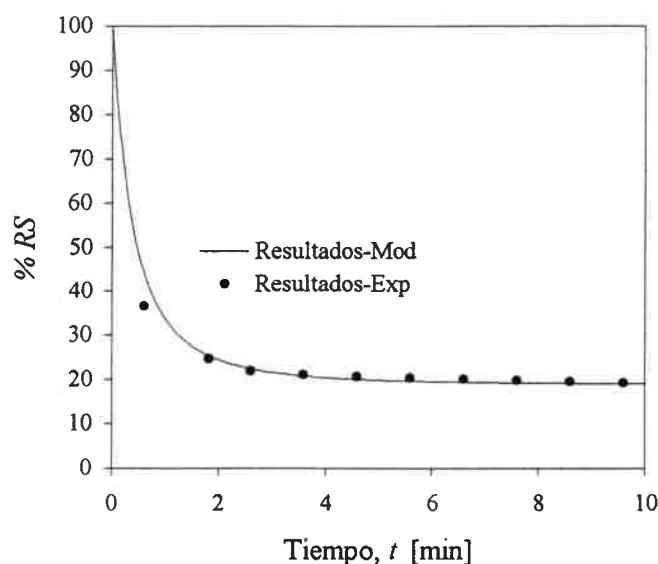


Figura 4.15. Resultados experimentales versus resultados obtenidos con el modelo de simulación para la etapa de drenaje. Condiciones simuladas y experimentales: percolación, $H= 20$ cm; $\varepsilon = 0,65$; $\sigma = 20,9 \cdot 10^{-3}$ Nt/m; $k = 1,3 \cdot 10^{-4}$ cm²; $\cos(\alpha) = 0,7$.

4.5. Conclusiones

Con el modelo matemático propuesto para representar el proceso de extracción en estudio se evaluó el comportamiento de las distintas variables de interés tales como concentración de aceite en la miscela, en el sólido, retención de solvente, etc.

De acuerdo a los resultados observados el esquema de inmersión produjo mayores eficiencias de extracción que el de percolación, lo cual se puede observar tanto en las menores concentraciones de aceite en el sólido como en las mayores concentraciones de miscela a la salida del extractor.

Del análisis comparativo de los datos predichos por el modelo con datos experimentales se deduce que el modelo propuesto representa en forma cercana a los fenómenos que tienen lugar en esta operación bajo las condiciones experimentales ensayadas.

Este modelo ha posibilitado además el análisis del efecto de distintos parámetros que influyen en la extracción. La eficiencia de extracción mejora con un aumento del coeficiente convectivo de transferencia de masa k_x , así como con una disminución de la constante de equilibrio K y del tamaño de partícula R .

Conclusiones finales

Tal como se ha descrito en el Capítulo 2 del presente trabajo, los equipos disponibles comercialmente para la extracción de aceite de oleaginosas presentan diferencias entre sí siendo el modo en el que se realiza el contacto sólido-líquido una de las principales variables que caracteriza cada tipo de extractor.

El proceso de extracción depende de un conjunto de variables, algunas asociadas al proceso y otras a las materias primas. El análisis del efecto producido por cada una de dichas variables en forma aislada es un camino necesario a recorrer en la búsqueda de un mejoramiento en la performance general de los extractores.

En esta tesis se presenta un estudio experimental y teórico acerca del efecto del modo de contacto sólido-líquido sobre la eficiencia de extracción. Los resultados obtenidos permiten concluir que, bajo las condiciones operacionales utilizadas, el modo de contacto por inmersión es ventajoso frente al de percolación utilizando la eficiencia de extracción como parámetro de comparación. Dado que en las pruebas experimentales se utiliza material sólido sin extraer y solvente puro como punto de partida y el proceso de extracción se lleva a cabo en forma parcial, los resultados obtenidos son más representativos de las primeras etapas de un extractor comercial que de las últimas.

La existencia de 'zonas secas', donde no se logra el contacto sólido-líquido necesario para la extracción del aceite, conduce a inevitables disminuciones de los valores de eficiencia de extracción. Este hecho es más notable en las primeras etapas del proceso, por ser en éstas en las que se desarrolla la mayor velocidad de extracción. Debido que el modo de contacto por percolación no asegura un contacto totalmente eficiente como el de inmersión, la existencia de 'zonas secas' puede ser una de las principales causas de las menores eficiencias de extracción obtenidas en el modo de contacto por percolación. Por otra parte, los resultados obtenidos con el modelado fenomenológico del proceso experimental llevado a cabo, han permitido reproducir la incidencia que tiene la disminución del área de contacto sólido-líquido sobre los resultados finales.

Con el objetivo de analizar la influencia de las intermitencias en el regado, se realizaron experiencias en las que la percolación se interrumpe para permitir un drenaje previo al siguiente regado del solvente. Los resultados obtenidos produjeron una mayor eficiencia de extracción a mayor número de intermitencias. Estos resultados se explican considerando que el drenaje entre dos etapas de lavado evita la existencia de miscelas de

alta concentración estancadas en los espacios interpartícula, mejorando de esta manera el contacto sólido-líquido posterior. Es importante destacar, que el aumento de la eficiencia con el número de lavados fue más notoria para bajos valores del número de lavados; para mayores valores, el aumento de la eficiencia de extracción no justifica el incremento que seguramente producirá en los costos operativos y/o de inversión. De este modo, existirán valores óptimos de esta variable a estudiar en cada caso particular.

Tomando los resultados de ambos conjuntos de experiencias: inmersión vs. percolación, y percolación con diferente número de intermitencias, se propone que en un extractor multietapas el material sólido a extraer sea expuesto primeramente a una condición de contacto por inmersión que asegure la no-existencia de 'zonas secas' y posteriormente a una etapa de lavados, permitiendo el drenaje entre lavados.

Para corroborar esta hipótesis, y como una continuidad al trabajo desarrollado en esta tesis, sería necesario construir un equipo piloto de extracción en multietapas con la versatilidad de trabajar bajo los dos modos de contacto descritos así como de variar, dentro de un cierto rango, el número de lavados con miscela a realizar.

Finalmente, también como una proyección futura a esta tesis, sería de interés probar los modelos desarrollados con datos de parámetros (propiedades físicas y coeficientes de transporte) estimados para este tipo de aplicación en particular. Así mismo, la comparación del modelado propuesto con otros modelos existentes, conduciría a interesantes resultados en la búsqueda de debilidades y/o capacidades de la propuesta aquí planteada.

Apéndice A

Propiedades físicas

A.1. Propiedades físicas

En las **Tablas A.1., A.2. y A.3.** se muestran los valores de las propiedades físicas de hexano, aceite y material sólido utilizados en el presente trabajo.

Propiedades	Unidades	Magnitud
Peso molecular	Kg/Kgmol	86,17
Densidad (50°C)	Kg/m ³	625
Temperatura de ebullición normal	°C	69
Tensión superficial (50°C)	Nt/m	20,9 10 ⁻³
Viscosidad (50°C)	Kg/m.s	2,5 10 ⁻⁴

Tabla A.1. Propiedades físicas del hexano (26,41)

Propiedades	Unidades	Magnitud
Peso molecular	Kg/Kgmol	860
Densidad (50°C)	Kg/m ³	900,4
Tensión superficial (50°C)	Nt/m	33,3 10 ⁻³
Viscosidad (50°C)	Kg/m.s	1,98 10 ⁻²

Tabla A.2. Propiedades físicas del aceite de soja (27,42)

Propiedades(*)	Unidades	Magnitud
Densidad de la sustancia [1]	Kg/m ³	960
Densidad del sólido [2]	Kg/m ³	770
Densidad del lecho [3]	Kg/m ³	270
Porosidad del lecho [4]	-	0,65

(*) Determinaciones experimentales

Tabla A.3. Propiedades físicas del material a extraer (láminas)

- [1] La densidad de la sustancia ρ es aquella determinada cuando la sustancia ha sido molida de modo tal que no quedan poros ocluidos.
- [2] La densidad del sólido ρ_s es aquella que incluye el volumen de sólidos y de poros ocluidos.
- [3] La densidad del lecho ρ_b incluye el volumen de sólidos y de poros.
- [4] La porosidad del lecho ε incluye todos los espacios vacíos del lecho.

Las determinaciones de densidad se realizaron siguiendo un procedimiento experimental (28) mediante el cual se toman mediciones volumétricas. Una vez determinadas las densidades, la porosidad ε es posible obtenerla a partir de:

$$\varepsilon = \frac{\rho_s - \rho_b}{\rho_s} \quad [A.1]$$

Al trabajar con partículas porosas contenidas en un lecho, se diferencian dos porosidades: una porosidad de partícula ε_p y una porosidad de lecho ε_l . Las mismas están relacionadas con la porosidad total del conjunto mediante:

$$\varepsilon = \frac{V_{pp} + V_{pb}}{V_t} = \frac{V_{pp}}{(V_t - V_{pb})} \frac{(V_t - V_{pb})}{V_t} + \frac{V_{pb}}{V_t} \quad [A.2]$$

donde:

V_{pp} = volumen de los poros dentro de la partícula.

V_{pb} = volumen de los poros del lecho (entre partículas).

V_t = volumen de todos los poros (lecho y partículas) más el volumen de sólidos.

Expresando la ecuación [A.2.] en término de las porosidades, se llega a:

$$\varepsilon = \varepsilon_p (1 - \varepsilon_l) + \varepsilon_l \quad [A.3]$$

A.2. Propiedades de mezcla

A continuación se presentan los modelos matemáticos utilizados para la predicción de propiedades de mezclas.

Peso molecular (43):

$$\frac{1}{PM_m} = \frac{x_1}{PM_1} + \frac{x_2}{PM_2} \quad [A.4]$$

Densidad (43):

$$\frac{1}{\rho_m} = \frac{x_1}{\rho_1} + \frac{x_2}{\rho_2} \quad [A.5]$$

Viscosidad (41):

$$\ln \mu_m = x_1 \ln \mu_1 + x_2 \ln \mu_2 \quad [A.6]$$

Tensión superficial (26):

$$\sigma_m = x_1 \sigma_1 + x_2 \sigma_2 \quad [A.7]$$

A.3. Coeficiente de difusión molecular

Para estimar el coeficiente de difusión molecular para mezclas binarias líquidas de aceite en hexano, se ha utilizado la correlación de Wilke (44):

$$D_p = 7,410^{-8} \frac{(\Psi_B M_B)^{1/2} T}{\mu V_A^{0.6}} \quad [A.8]$$

siendo D_p el coeficiente de difusión molecular en cm^2/seg , V_A es el volumen molar del

aceite en $\text{cm}^3/\text{g-mol}$, μ la viscosidad de la mezcla en centipoise, Ψ_B un 'parámetro de asociación' cuyo valor recomendado para solventes como el hexano es 1, T la temperatura absoluta en $^\circ\text{K}$ y M_B el peso molecular del hexano.

A.4. Coeficiente de dispersión

En la **Figura A.1.** se muestra una gráfica disponible en la literatura (30), representación realizada en base a una gran cantidad de datos experimentales sobre la dispersión axial y radial en lechos de esferas distribuidas aleatoriamente y circulación de una única fase.

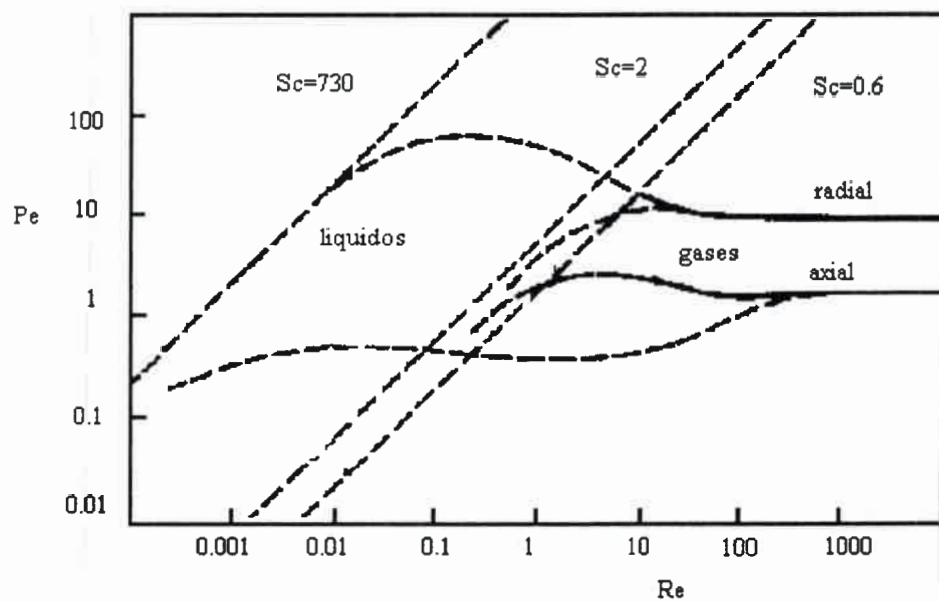


Figura A.1. Representación aproximada de datos de dispersión axial y radial en lechos de esferas distribuidas aleatoriamente.

Los números de Peclet, Pe , Reynolds, Re , y Smith, Sc , se definen como:

$$Pe = \frac{v_s d_p}{D_z \varepsilon_p}$$

[A.9]

$$Re = \frac{\rho v_s d_p}{\mu} \quad [A.10]$$

$$Sc = \frac{\mu}{\rho D_p} \quad [A.11]$$

En estas ecuaciones D_z es el coeficiente de dispersión axial, D_p es el coeficiente de difusión de la partícula, d_p es el diámetro equivalente de partícula, ρ y μ la densidad y viscosidad de la mezcla respectivamente y v es la velocidad superficial.

En la zona de trabajo de las condiciones experimentales utilizadas ($Re = 2-6$), el número de Peclet se mantiene prácticamente constante e igual a 0,4.

A.5. Coeficiente convectivo de transferencia de masa

Para el flujo monofásico de fluidos en lechos rellenos, se cuenta con la siguiente correlación para el cálculo del coeficiente convectivo de transferencia de materia (30):

$$J_D = \frac{k_x}{\varepsilon v} S_c^{2/3} = 1,17 Re^{-0,415} \quad [A.12]$$

A.6. Permeabilidad

La permeabilidad del lecho ha sido estimada a partir de la correlación de Kozeny-Carman (45):

$$k = 0.2 \frac{\varepsilon^3}{(1-\varepsilon)^2} \frac{1}{\alpha_p^2} \quad [A.13]$$

donde k es la permeabilidad en cm^2 , ε es la porosidad total del lecho y α_p el área superficial de partícula por unidad de volumen de la partícula en cm^{-1} .


```

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
% Determinación del aporte del transporte convectivo de masa
% en la interfase sólido-fluido.
BO(z,j+1)=(SH/POP)*(cp(nr+1,j+1)-c(z,j));
end
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%
%
%           ECUACIONES PARA EL BORDE   Z=H
%
%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
z=nz+1;
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
Determinación de los coeficientes para la condición de
% borde en r=0
aa(1,1)=dr^2+6*A*dt;
aa(1,2)=-6*A*dt;
bb(1)=dr^2*cpj(1,z);
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
% Determinación de los coeficientes para los nodos radiales
% de la partícula
for r=2:nr
m1=-((r-1)/nr)*A*dt+A*dt*dr;
m2=((r-1)/nr)*(dr^2+2*A*dt);
m3=-dr*dt*A-A*dt*(r-1)/nr;
m=(dr^2*(r-1)/nr)*cpj(r,z);
aa(r,r-1)= m1;
aa(r,r)= m2;
aa(r,r+1)= m3 ;
bb(r)= m;

```



```
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
% GRAFICA 4: Composición de aceite en miscela (% peso) en
% poros entre partículas en función de t, para z=H.
```

```
t=1:nt+1;
subplot(2,3,5),plot(t,c(nz+1,:)),xlabel('t'),ylabel('c(z=H)')
pause
```

```
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
% GRAFICA 5: Composición de aceite en miscela (% peso) en el
% poro interior de la partícula en función de r, paramétrica
% en z, para tiempo final.
```

```
rrr=1:nr+1;
for z=1:(nz+1)/10:nz+1
subplot(2,3,3), plot(rrr,cpj(:,z)),title('param en z a ...
      tfinal'),xlabel('r'),ylabel('cp ')
pause
hold on
end
```

```
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
% GRAFICA 6: Composición de aceite en miscela (% peso) en
% poros internos de las partículas en función de r,
% paramétrica en t, para z=H.
```

```
for j=1:(nt+1)/10:nt+1
subplot(2,3,6), plot(rrr,cp(:,j)),title('param en t a ...
      z=H'),xlabel('r'),ylabel('cp ')
pause
hold on
```

```

end
Csf=K*Icp(nt+1)
hold off
figure(2)

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
% GRAFICA 7: Aporte del transporte convectivo en la interfase
% sólido-fluido en función de z, paramétrico en t.
zzz=1:nz+1;
for j=1:(nt+1)/10:nt+1
plot(zzz,BO(:,j)),title('param en t'),xlabel('z'),ylabel('BO')
pause
hold on
end
hold off
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

```

B.2. Programa para el cálculo del volumen retenido

```

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%
%
% Se calcula el volumen de líquido que el lecho es capaz
% de retener en sus intersticios, en función del tiempo.
% Permite además la determinación del flujo de drenaje,
% teniendo en cuenta el flujo de solvente de entrada al
% lecho.
%
%
%

```



```
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%  
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
```

```
% CONDICIONES EXPERIMENTALES
```

```
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%  
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
```

```
clear all  
clf  
hold off  
disp('Ingrese los siguientes datos:')  
H=input('altura de lecho [cm]')  
FV=input('flujo de solvente/miscela [lt/min]')  
R=input('radio equivalente de partícula [cm]')  
tf=input('tiempo de operación [min]')  
DI=input('diámetro del extractor [cm]')  
POL=input('porosidad total')  
mhu=input('viscosidad [gr/cm.min]')  
rho=input('densidad [gr/cm³]')  
sigma=input('tension superficial [gr/min²]')  
co=input('cos( $\alpha$ )')
```

```
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%  
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
```

```
% CÁLCULO DE LOS PARÁMETROS DE LA ECUACIÓN
```

```
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%  
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
```

```
g=9.8;  
g=g*100*3600;  
area=3.1416*DI^2;
```

```
K=(.8*POL^3/(1-POL)^2)*(R^2/36);
D=K*g^2*rho^2*H^2/(POL*sigma^2*co^2);
u=sigma^2*co^2/(2*mhu*H^3*rho*g);
```

```
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%
%           CÁLCULO DEL VOLUMEN RETENIDO
%
```

```
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
```

```
x=0:0.1:tf;
j=1;
for i=0:0.1:tf
[y(j),z(j)]=H_FER(i,D,u,POL,H,area);
j=j+1;
end
```

```
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%
%           CÁLCULO DEL FLUJO DE DRENAJE
%
```

```
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
```

```
hold on
jj=1;
xx=0:0.1:tf;
CC=-(3.1416*DI^2*H/400000)*POL;
for jjj=0:0.1:tf-0.1
Dzx(jjj+1)=(z(jjj+1)-z(jjj))/(xx(jjj+1)-xx(jjj));
q(jjj+1)=CC*Dzx(jjj+1);
jj=jjj+1;
```

```
end
for kk=1:jj-1
xxx(kk)=xx(kk+1);
qq(kk)=q(kk+1);
end

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%           CÁLCULO DEL TIEMPO PARA EL CUAL EL FLUJO DE
%           DRENAJE IGUALA AL FLUJO DE ENTRADA
tw=interp1(qq,xxx,Fv,'spline');
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

%           RESULTADOS

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

figure(1)
hold on
plot(x,z),title('Volumen retenido en funcion del ...
                tiempo'),xlabel('t[min]'),ylabel('%Vr')
pause
figure(2)
plot(xxx,qq,'r'),xlabel('t[min]'),ylabel('Qr[lt/min]')
disp('tiempo para el cual el flujo de drenaje iguala al flujo
      de entrada')
tw
```




%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

% CÁLCULO DE LOS PARÁMETROS DE LA ECUACIÓN

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

```

g=9.8;
g=g*100*3600;
area=3.1416*DI^2;
K=(0.8*POL^3/(1-POL)^2)*(R^2/36)
sast=4*sigma*co/(rho*g);

```

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

% INTEGRACIÓN NUMÉRICA DE LA ECUACIÓN DEL ÁREA DE CONTACTO

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

```

k=1;
for t=0:0.01:tf
tt(k)=t;
I1=quad8('H_f1',0,sast,0.01,0,POL,K);
I2=quad8('H_f2',sast,.16,0.01,0,POL,K,sigma,co,rho,g,t,mhu,H)
ac1=I1*POL^3/(36*K^2);
ac2=I2*POL^3/(8*rho*g*H*K^2);
ac(k)=ac1+ac2;
k=k+1;
end

```

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

% CÁLCULO DEL ÁREA EFECTIVA DE CONTACTO

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

```
aefect=interp1(tt,ac,tw)
```


Apéndice C

Resultados complementarios

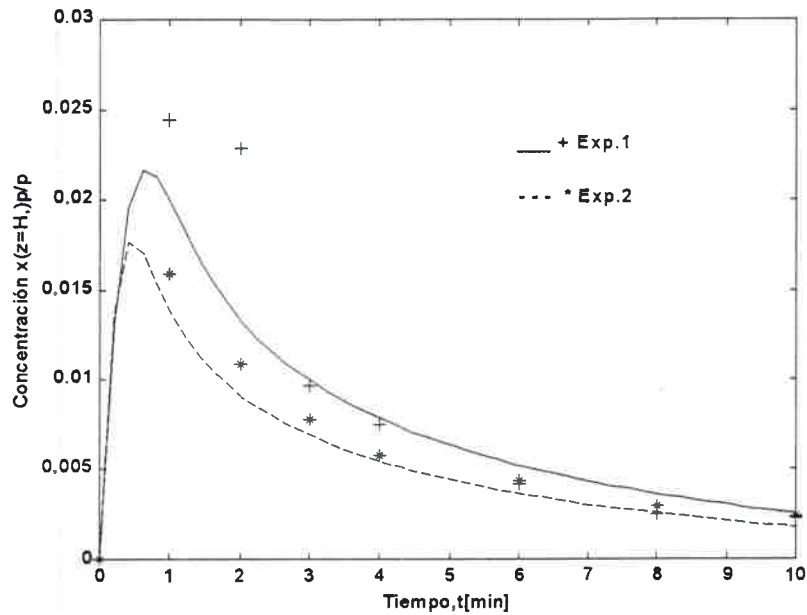


Figura C.1. Resultados experimentales y del modelo para la concentración de aceite en miscela a la salida del lecho, en las experiencias N° 1 y 2.

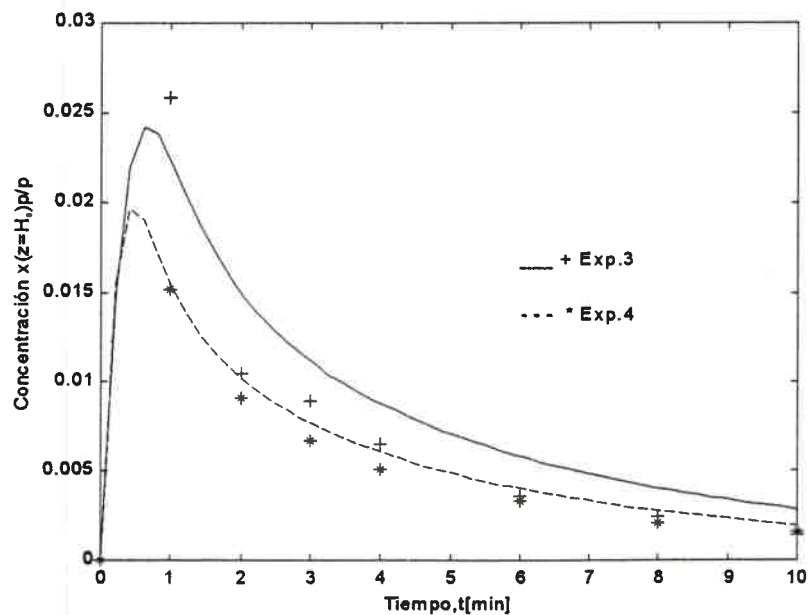


Figura C.2. Resultados experimentales y del modelo para la concentración de aceite en miscela a la salida del lecho, en las experiencias N° 3 y 4.

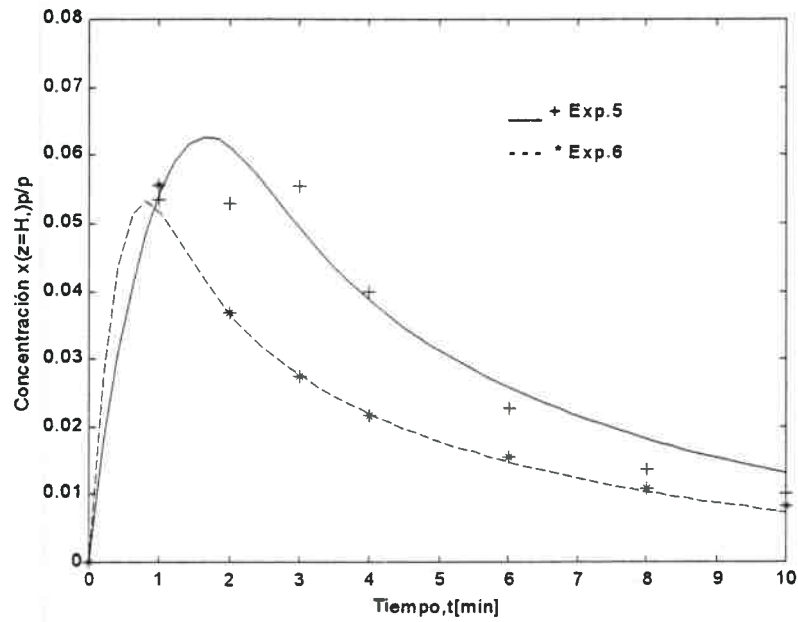


Figura C.3. Resultados experimentales y del modelo para la concentración de aceite en miscela a la salida del lecho, en las experiencias N° 5 y 6.

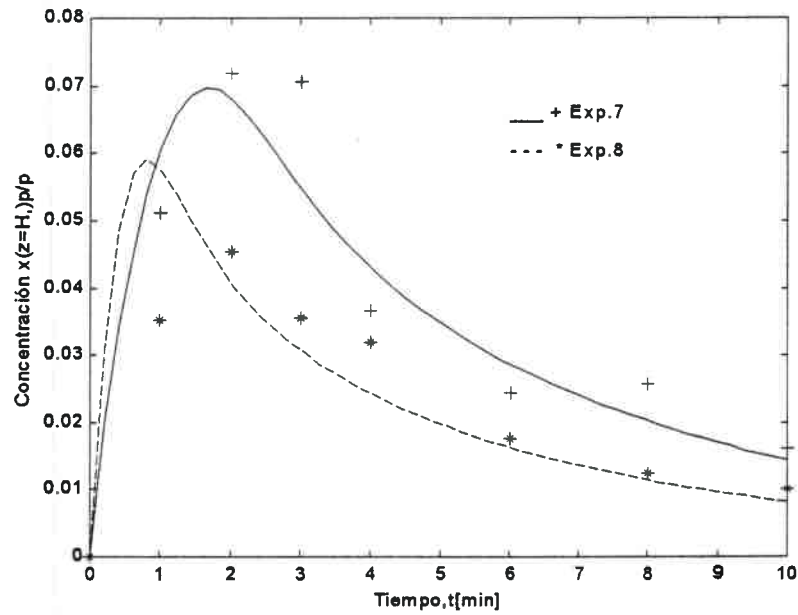


Figura C.4. Resultados experimentales y del modelo para la concentración de aceite en miscela a la salida del lecho, en las experiencias N° 7 y 8.

NOMENCLATURA

α_{ef}	área de transferencia por unidad de volumen de lecho, $[\text{m}^2/\text{m}^3]$;
α_p	área superficial de partícula por unidad de volumen de partícula, $[\text{m}^2/\text{m}^3]$;
A_T	área total perpendicular al eje axial, $[\text{m}^2]$;
d_p	diámetro equivalente de partícula, $[\text{m}]$;
D_p	coeficiente de difusión molecular, $[\text{m}^2/\text{s}]$;
D_z	coeficiente de dispersión axial, $[\text{m}^2/\text{s}]$;
h_o	altura de equilibrio, $[\text{m}]$;
H	altura total de lecho, $[\text{m}]$;
k_x	coeficiente de transferencia de masa, $[\text{m}/\text{s}]$;
k	permeabilidad del lecho, $[\text{m}^2]$;
K	constante de equilibrio;
ΔP	diferencia de presión, $[\text{Nt}/\text{m}^2]$;
Pe	número de Peclet, $v R/D_p$;
Pe_z	número de Peclet, $v H/D_z$;
Q_D	caudal de drenaje, $[\text{m}^3/\text{s}]$;
Q_s	caudal en poro de diámetro s , $[\text{m}^3/\text{s}]$;
r	coordenada radial, $[\text{m}]$;
r^*	coordenada radial adimensional;
R	radio equivalente de la partícula, $[\text{m}]$;
s	diámetro de poro, $[\text{m}]$;
s^*	diámetro de poro crítico, $[\text{m}]$;
Sh	número de Sherwood, $k_x R/D_p$;
St	número de Stanton, v/k_x ;
t	tiempo, $[\text{s}]$;
t^*	tiempo adimensional;
v	velocidad intersticial del fluido, $[\text{m}/\text{s}]$;
V	volúmen retenido, $[\text{m}^3]$;
w	velocidad del fluido dentro del poro, $[\text{m}/\text{s}]$;
x	fracción másica de aceite en la fase global de fluido;
x_p	fracción másica de aceite en los poros de las partículas;
x_p^o	fracción másica inicial en los poros de las partículas;

x_s	fracción másica de aceite en el sólido;
x_s^o	fracción másica inicial de aceite en el sólido;
$y(t)$	altura de líquido a tiempo t , [m];
z	coordenada axial, [m];
z^*	coordenada axial adimensional;
α	ángulo de contacto entre la fase sólida y la líquida;
ε	porosidad total;
ε_i	porosidad del lecho;
ε_p	porosidad de la partícula;
Φ	grado de saturación volumétrica del lecho;
μ	viscosidad, [kg/m.s];
ρ	densidad, [kg/m ³];
ρ_h	densidad del solvente(hexano), [kg/m ³];
ρ_m	densidad de la mezcla, [kg/m ³];
ρ_s	densidad del sólido, [kg/m ³];
σ	tensión superficial, [Nt/m];

REFERENCIAS

1. Lajara J., *Solvent Extraction of Oil from Oilseeds: The Real Basics*. Proceedings of the World Conference on Edible Fats and Oils Processing, Erickson D., edited by AOCS Press Champaign, Illinois, p.49-55, 1989.
2. Milligan E. y D. Tandy, *Evaluacion de Campo del Funcionamiento de la Extraccion*. A&G, 6: p.41-47, 1992.
3. Becker W. and A. McKee, *Solvent Extraction of Soybeans*. Journal of the American Oil Chemists' Society, 55: p.712-754, 1978.
4. Christensen P., *Solvent Extraction: Recent Developments*. Journal of the American Oil Chemists' Society, 60, p.166-167, 1983.
5. Prabhudesai R., *Leaching*. Section 5.1 of Handbook of separation techniques for chemical engineers, P. Schweitzer, 3rd edition, McGraw Hill, p.5.3-5.31, 1997.
6. Rydberg J., Musikas C. and G. Choppin, *Principles and Practices of Solvent Extraction*. Marcel Dekker, Inc., New York, p.315-356, 1992.
7. Karnofsky G., *Design of Oilseed Extractors*. Journal of the American Oil Chemists' Society, 63, p.1011-1014, 1986.
8. Schwartzberg H. and M. Desai, *Mathematical Modelling in Leaching Processes*. Food Process Engineering, Applied Science Press, London, p. 86-91, 1980.
9. Flores de Hoyos S., and H. Schwartzberg, *Modeling of Countercurrent, Crossflow, Solid Liquid Extractors and Experimental Verification*, in 'Food engineering and Process Application', edited by L. Maguer and J.Jelen, Elsevier Applied Sci., Essex, p.413-421, 1987.

10. Schwartzberg H., *Progress and Problems in Solid-Liquid Extraction*. Latin American Journal of Heat and Mass Transfer, 7, p.317-344, 1983.
11. Majumdar G., Samanta A. and S. Sengupta, *Modeling Solvent Extraction of Vegetable Oil in a Packed Bed*. Journal of the American Oil Chemists' Society, 72, p.971-974, 1995.
12. Crank J., *Mathematics of Diffusion*. Oxford University Press, London, p.52-91, 1970.
13. Pramparo M., Mattea M. y M. Martinello, *Diseño y Simulación de un Extractor Continuo*. 1^{er} Congreso de Ingeniería de Procesos del Mercosur, Bahía Blanca, p.127-128, 1997.
14. Rosen J., *Kinetics of a Fixed Bed System for Solid Diffusion into Spherical Particles*. The journal of Chemical Physics. 10, p.387-394, 1952.
15. Rice R., *Approximate Solutions for Batch, Packed Tube and Radial Flow Adsorbers*. Chemical Engineering Science, 37, p.83-91, 1982.
16. Ruthven D. and J. Karger, *Diffusion in Zeolites and Other Microporous Solids*. John Wiley & Sons, Inc, p.232-245, 1992.
17. Osburn J. and D. Katz, *Structure as a Variable in the Application of Diffusion Theory to Extraction*. Transactions of the American Institute of Chemical Engineers, 40, p.511, 1944.
18. Othmer D. and J. Agarwal, *Extraction of Soybeans*. Chemical Engineering Progress, 51, p.372-378, 1955.
19. Schwartzberg H., *Leaching-Organic Materials*, in Handbook of Separation Process Technology, edited by R. Rousseau, John Wiley & Sons, New York, p.540-570, 1987.

20. King Ch., Katz D. and J. Brier, *The Solvent Extraction of Soybean Flakes*. Transactions of the American Institute of Chemical Engineers, 40, p.532, 1944.
21. Schwartzberg H. and R. Chao. *Solute Diffusivities in Leaching Processes*. Food Technology, p.73-86, 1982.
22. Zeitsch K., *Centrifugal Filtration*, in Solid-Liquid Separation, edited by L. Svarovsky, Butterwoths London, p.476-532, 1990.
23. Hoffman J., *Numerical Methods for Engineers and Scientists*. McGraw-Hill Inc., New York, p. 661-715, 1992.
24. Constantinides A., and N. Mostoufi, *Numerical Methods for Chemical Engineers with MatLab Applications*. Prentice Hall, New Jersey, p. 365-449, 1999.
25. Burden R., and J. Faires, *Análisis Numérico*. Grupo Editorial Iberoamérica, México, p.155-221, 1985.
26. Reid R., Prausnitz J. and B. Poling, *The Properties of Gases and Liquids*. 4th ed., Mc Graw Hill, New York, p.388-656, 1987.
27. Adamson A., *Physical Chemistry of Surfaces*. 4th ed., John Wiley & Sons, New York, p.4-49, 1982.
28. Lozano J., Rotstein E. and M. Urbicain, *Total Porosity and Open-pore Porosity in The Drying of Fruits*, Journal of Food Science, 45, p.1403-1407, 1980.
29. Smith D., *Quality Aspects of Soybean Solvent Extraction*, Inform, p. 929-931, 1994.
30. Sherwood T., Pigford R. y Ch. Wilke, *Transferencia de Masa*, Ed. Geminis, Buenos Aires, p. 9-157, 1979.

31. Spitz K., and J. Moreno, *A Practical Guide to Groundwater and Solute Transport Modeling*, John Wiley & Sons, New York, p.25-49, 1996.
32. Anderson G., *Extracción por Solventes de la Soja*. Material bibliográfico provisto por Crown Iron Works Company, Minneapolis, Minnesota a Texas A&M University, en el dictado de 'Practical Short Course on Processing of Vegetable Oils', 2-7 noviembre, 1997.
33. Kemper T., *Fundamentos de la Extracción por Solventes*. Material bibliográfico provisto por French Oil Machinery Company, Piqua, Ohio, USA a Texas A&M University, en el dictado de 'Practical Short Course on Processing of Vegetable Oils', 2-7 noviembre, 1997.
34. Kemper T. and R. Paulik, *Benefits in Utilizing the Extruder*. Inform, 3, p.201-204, 1990.
35. A.O.C.S., *Official Methods & Recommended Practices of the American Oil Chemists' Society*. 4th edition, AOCS Press, 1994.
36. Caruso C., *Extracción por Solvente*. Material bibliográfico presentado en Curso teórico-práctico de Procesamiento de Oleaginosos, UNRC, 2000.
37. Lusas E., Watkins L. y K. Rhee. *Separación de Grasas y Aceites por Extracción por Solvente. Métodos no Tradicionales*. A&G, 14, p.87-98, 1994.
38. Hunt Moore N. and F. Boling, *State of the Art of Soybean Preparation for Solvent Extraction*. Oil Mill Gazetteer, p.29-32, 1984.
39. French, *Solvent Extraction Systems: Integrated Engineering for Effective, Cost-Saving Results*. Material bibliográfico provisto por French Oil Machinery Company, Bulletin 7930, Piqua, Ohio, USA.

40. De Marco A., *Extracción por Solvente y Desolventización de Aceite y Harina. El ABC de estas operaciones; como y porque desarrollarlas con la máxima eficiencia.* Material bibliográfico presentado en Curso teórico-práctico de Procesamiento de Oleaginosos, UNRC, 1997.
41. Perry R.H., Green D.W. and J.O. Maloney, *Perry's Chemical Engineers' Handbook.* Sixth Edition, McGraw Hill, p.3.37 – 3.282, 1984.
42. Hui Y.H., *Bailey's Industrial Oil & Fat Products.* Volume 2, Edible Oil & Fat Products: Oils and Oil Seeds, Fifth Edition, John Wiley & Sons, Inc. New York, p.39-691, 1996.
43. Felder R.M. y R.W. Rousseau, *Principios Básicos de los Procesos Químicos.* Editorial El Manual Moderno S.A., México, p.28-41, 1978.
44. Bird R.B., Stewart W.E. and E.N. Lightfoot, *Transport Phenomena.* John Wiley & Sons. New York, p.513-515, 1960.
45. Coulson J.M. and J.F. Richardson, *Coulson & Richardson Chemical Engineering.* Volumen 2. 'Particle Technology and Separations Processes'. 4th edition, Butterworth Heinemann, Oxford, USA, p.132-137, 1991.
46. Campbell E.J., *Sunflower oil.* Journal of the American Oil Chemists' Society, 60:(2), p.387-392, 1983.
47. Rataus M., *La extracción por solvente.* A&G, 26, p.37-48, 1997.
48. Piras P., *El Pellet de Girasol y su Crecimiento en el Mercado Local.* A&G, 31, p.205-206, 1998.
49. Pickard M.A. , Jones T.J. y R.T. Tyler, *Subproductos del Procesamiento de Semillas Oleaginosas. Propiedades y Utilización.* A&G, 31, p. 233-250, 1998.

Referencias

50. Greenkorn R.A., *Flow Phenomena in Porous Media*. Marcel Dekker, New York, p.10-47, 1983.
51. Pramparo M., Pagliero C., Manzuelli P. y M. Mattea. *Particle Size Influence on Solids Oil Content Determination in Oilseed Industry*. Proceedings of Lipids, Fats and Oils. Edited by Deutsche Gesellschaft für Fettwissenschaft. Würzburg, Germany, p.101, 2000.
52. Melgarejo M. *Girasol en Argentina*. A&G, 30: p.49-52, 1998.
53. Suarez J.C. y E.W. de Tau. *Mejoramiento de la Calidad Industrial del Grano de Soja*. A&G, 21: p.471-478, 1995.
54. Pouzet A. *Conociendo la Soja por Dentro*. A&G, 27: p.189-192, 1997.
55. Haumann B. *Investigaciones sobre Maíz. En la Búsqueda de Aumentar el Contenido de Aceite y Modificar su Composición*. A&G, 29: p.531-536, 1997.
56. Nolasco S., Luquez J., Mateo C. Y L. Aguirrezábal. *Variabilidad de Concentración de Tocoferoles en Aceite de Girasol entre Ambientes e Híbridos Cultivados en Argentina*. Proceedings of Lipidex Sudamérica, Buenos Aires, Argentina, p.34, 2001.
57. Crookell A. *Análisis de Semillas Oleaginosas por Resonancia Magnética Nuclear (RMN) en la Planta y el Laboratorio*. A&G, 29: p.569-576, 1997.
58. Montgomery, D.C. *Design and Analysis of Experiments*. John Wiley & Sons, p. 41, 1991.
59. Danckwerts, P.V. *Chemical Engineering Science*, Vol. 2, Nro. 1, 1953.
60. Whener, J.F. *Chemical Engineering Science*, Vol. 6, Nro. 89, 1956.

PUBLICACIONES ORIGINADAS A PARTIR DE ESTA TESIS

1. *Influencia del Tipo de Contacto Sólido-líquido en la Extracción de Aceites Vegetales.* M. Pramparo, M. Mattea, S. Gregory. Impreso en el CD del 8vo. Congreso AOCS-Sección Latinoamericana, Chile, 1999.
2. *Modelling and Simulation of Oil Extraction: Solid Line.* M. Pramparo, M. Martinello, E. Castillo, M. Mattea. Proceedings of the IASTED International Conference: Modelling and Simulation, Pennsylvania, USA, 2000.
3. *Immersion versus Percolation in the Extraction of Oil from Oleaginous Seeds.* M. Pramparo, S. Gregory, M. Mattea. Aprobado para ser publicado en Journal of the American Oil Chemists' Society, Vol. 79, no.10 (2002).

Influencia del tipo de contacto sólido-líquido en la extracción de aceites vegetales.

M. Pramparo(1) , M. Mattea(1), S. Gregory(2)

(1) GIDPO - Facultad de Ingeniería - Universidad Nacional de Río Cuarto.

Ruta 8 - Km 601 ; 5800 Río Cuarto, Argentina.

Te/Fax: 54-358-4676253

(2) Food Protein R&D Center - Texas A&M University
College Station, Texas, USA.

Resumen

La obtención de aceites vegetales a partir de semillas oleaginosas tal como se lleva a cabo actualmente en la mayoría de las industrias aceiteras, involucra una etapa de extracción con un solvente orgánico (hexano es el más frecuente). La forma en la que se realiza el contacto entre el sólido y el líquido es un factor de relevante importancia en la eficiencia de esta operación.

Actualmente, los equipos comerciales trabajan según dos métodos básicos de contacto: inmersión y percolación. En el primer caso el solvente fluye a través de un lecho de sólidos totalmente inundado durante toda la extracción. En el segundo, el lecho de partículas está sometido a una secuencia de etapas de inundación-vaciado, producto de un aporte intermitente de solvente sobre la superficie del mismo.

El objetivo de este trabajo es el de presentar resultados experimentales, a escala de laboratorio, sobre la extracción de aceite de soja en lechos que reproducen el funcionamiento descrito previamente, interpretando los mismos en términos de los fenómenos básicos de transferencia que ocurren durante el proceso. Las determinaciones fueron realizadas con "flakes" de soja y hexano a 50 °C, en lechos con dos relaciones [altura/diámetro] diferentes (1/1 y 5/1), con el fin de simular el funcionamiento de extractores de lecho poco profundo ("shallow beds") y profundos ("deep beds").

Introducción

En la transferencia del aceite desde el sólido hasta el solvente/miscela se presentan distintos mecanismos: el material a extraer (semilla tratada para dar láminas o collets) se pone en contacto con el solvente que inunda los poros intra-partícula y disuelve el aceite formando la miscela cuya composición queda establecida por el equilibrio logrado con el aceite contenido en el sólido. A través de esta miscela, el aceite difunde hacia el exterior de la partícula y posteriormente es transportado hacia la salida del lecho por la corriente global. Tan importante como la difusión del aceite dentro del sólido es el lavado o arrastre del aceite desde su superficie. El *tipo de contacto* es un factor de relevante importancia en la eficiencia de esta operación [1,2].

Los extractores comerciales disponibles trabajan según dos métodos básicos de contacto para disolver el aceite en el solvente. El primero es el método de *inmersión*, donde el solvente es bombeado a través de la semilla preparada de forma tal de asegurar que ésta queda totalmente sumergida en el mismo. El segundo es el método de *percolación* donde se esparce el solvente desde la parte superior del lecho de semillas preparadas a una velocidad determinada por la resistencia del lecho al flujo por gravedad del solvente. Algunos extractores comerciales utilizan los dos métodos combinados [4, 5, 6, 7, 9].

La profundidad del lecho y la preparación del material son factores que inciden en la elección del método de contacto. En los *extractores de lecho profundo* ($\text{altura} > 1\text{m}$ ó $(\text{longitud total del extractor})/(\text{altura}) < 20$, [8]), las semillas oleaginosas laminadas obligan a trabajar bajo el método de inmersión debido a que éstas presentan una baja porosidad, ofreciendo de esta manera una alta resistencia a la percolación. El material en forma de collets tiene mayor densidad y porosidad que las láminas, posibilitando el empleo del método de percolación. En los *extractores de lecho poco profundo*

(altura < 1m ó (longitud total del extractor)/(altura) > 20, [8]), tanto con láminas como con collets es usual trabajar bajo el método de percolación [3].

El proceso de extracción se lleva a cabo en una serie de etapas que generalmente responden a un flujo neto en contracorriente. Para lograr una buena *eficiencia* de la operación no se debe producir *mezclado* entre las miscelas de las distintas etapas. En los lechos profundos, donde el mezclado es más problemático, las etapas son separadas por compartimentos. Estos compartimentos producen canalizaciones, que perjudican el contacto (aparición de zonas secas) y obligan en muchos casos a trabajar con un baño de miscela que fluye lentamente produciendo una inmersión que acompaña a la percolación.

El objetivo de este trabajo es el de analizar, comparando resultados experimentales, el proceso de extracción de aceite a partir de semillas oleaginosas para los dos métodos de contacto básicos mencionados: percolación e inmersión.

Materiales y Métodos

Equipo de extracción: Para analizar la influencia del modo de contacto entre el solvente y el sólido sobre la eficiencia de extracción se llevaron a cabo experiencias a escala de laboratorio en dos etapas. En la primera de ellas, se utilizaron las instalaciones existentes en la Universidad de Texas A&M – College Station (USA). Allí fueron realizadas las pruebas correspondientes a la simulación de lechos poco profundos. Se utilizó la Unidad de Prueba de Extractabilidad del Food Protein Research and Development Center de la mencionada Universidad. Para la segunda etapa, con el objetivo de observar el comportamiento de los lechos profundos, se desarrolló un equipamiento similar al de la primera etapa pero con mayores alturas de lecho. Dado que el procedimiento experimental en ambos casos es básicamente el mismo se

describirá sólo uno de los equipos. En la **Figura 1** se muestra esquemáticamente el equipamiento utilizado para experiencias de lecho profundo.

La unidad de extracción consiste de dos equipos principales desde el punto de vista operacional: el extractor y el tanque de acondicionamiento del solvente. El extractor, de forma cilíndrica (diámetro interno: 95mm, altura: 600mm), está construido en vidrio y permite alojar en su interior una cesta de alambre para contener la muestra. Cuenta además con una camisa para la circulación de agua caliente de modo de poder operar el equipo en forma isotérmica.

El solvente se incorpora al extractor a través de un regador ubicado en la parte superior de la canasta de forma tal que se logra una aspersión homogénea del mismo sobre la superficie del sólido. La temperatura del sólido durante la extracción se mide mediante una termocupla insertada en el seno del material sólido.

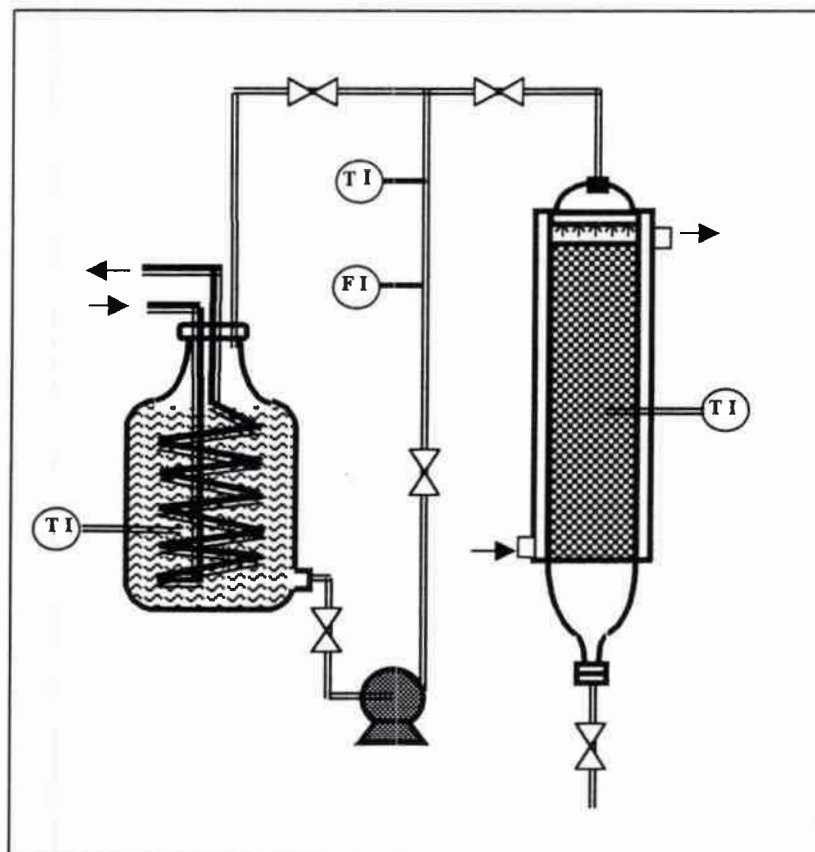


Figura 1: Esquema del equipamiento utilizado.

El flujo de solvente es producido por una bomba centrífuga y controlado por medio de una válvula de regulación y un indicador de flujo.

El depósito de solvente posee un serpentín calefactor que permite regular la temperatura del hexano. Durante el calentamiento del solvente es posible recircular el mismo; el seguimiento de las temperaturas dentro del tanque y en la línea de recirculación permiten controlar tanto la etapa de calentamiento previa a la extracción como durante la etapa de extracción propiamente dicha.

Esta unidad de funcionamiento discontinuo permite simular una etapa de extracción en los extractores continuos de escala industrial. Por esta razón, tanto el procedimiento como los valores elegidos de las variables de operación, guardan estrecha relación con los correspondientes a la escala comercial.

Sólido extraído y solvente: Se usaron láminas de soja de 0.37 mm de espesor promedio como material sólido a extraer. El solvente utilizado fue hexano grado técnico.

Experiencias: Las formas de operación o modos de contacto analizadas, fueron:

- 1) inmersión con pasaje continuo de solvente a través del lecho,
- 2) percolación continua de solvente a través del lecho.

En el primer caso, el lecho de sólidos se mantuvo inundado de solvente durante la extracción, mientras que en el segundo el solvente se descargó inicialmente del lecho y luego se agregó a un caudal similar al de la experiencia 1) pero evitando la inundación del mismo.

El procedimiento seguido en cada ensayo fue el siguiente:

- En forma simultánea, se llevan a la temperatura de extracción (50°C) tanto el solvente (en el depósito) como una cantidad conocida de material sólido en la canasta del extractor.

- Cuando el solvente y el material se encuentran a temperatura de extracción, se introduce solvente en el equipo de extracción hasta un nivel tal que permita la inundación inicial del lecho.
- A tiempo cero de extracción el material sólido y la canasta son introducidos en el extractor y puesto en contacto con el solvente puro, a la vez que se inicia la entrada de solvente por el aspersor y la salida de solvente/miscela por la parte inferior del equipo.
- Para el caso de contacto con inmersión durante toda la extracción, se regula el nivel de líquido con la válvula de descarga del extractor, de modo de asegurar nivel constante durante toda la operación.
- Para el caso de percolación, el material es sumergido en solvente fresco, de modo de tener condiciones iniciales de concentración de aceite en miscela nulas (al igual que en inmersión) para hacer comparables ambas experiencias. Un instante después del tiempo cero se descarga totalmente el solvente/miscela y se mantiene sólo la percolación de solvente a través del lecho.
- El peso de material sólido utilizado en las experiencias de lecho poco profundo fue de 200gr y en las de lecho profundo de 800 gr. La altura correspondiente a esta cantidad de material fue de 10 ± 2 cm en lecho poco profundo y 34 ± 2 cm en lecho profundo
- El flujo de solvente se fijó en un valor constante para todas las experiencias, dentro del rango 0.5-1.0 lt/min.
- El tiempo total de extracción se fijó en 10 min. Durante la extracción se toman muestras de la miscela emergente de la operación, de modo de poder seguir la cinética de extracción. La concentración de la miscela se determina por evaporación del solvente.

- Una vez finalizada la extracción, se deja drenar el lecho durante diez minutos. El tiempo de drenado fue elegido de modo de minimizar la retención de solvente de forma tal que ésta no sea una variable de importante incidencia en las diferencias de materia grasa final en los dos métodos. Posteriormente se extrae el material sólido y se pesa. Luego se desolventiza y se vuelve a pesar de forma de poder determinar el porcentaje de retención, %RS, como:

$$\%RS = (ME - MD) \times 100 / ME \quad (1)$$

donde:

ME: Masa de sólido después de la extracción

MD: Masa de sólido después de la desolventización

Determinaciones analíticas: La materia grasa del sólido se determinó de acuerdo a la norma AOCS Ac 3-44 y la humedad según norma AOCS Ac 2-41.

Resultados y Conclusiones

En lo que respecta a la cinética de extracción, la concentración de las muestras de miscelas obtenidas en dos de las experiencias de lecho poco profundo se muestra en la **Figura 2**. Para lecho profundo los resultados son mostrados en la **Figura 3**. En cada una de las figuras se comparan los dos métodos de contacto utilizados.

Los valores de Retención de Solvente y de Eficiencia de Extracción obtenidos en algunas de las experiencias son tabulados en la **Figura 4**.

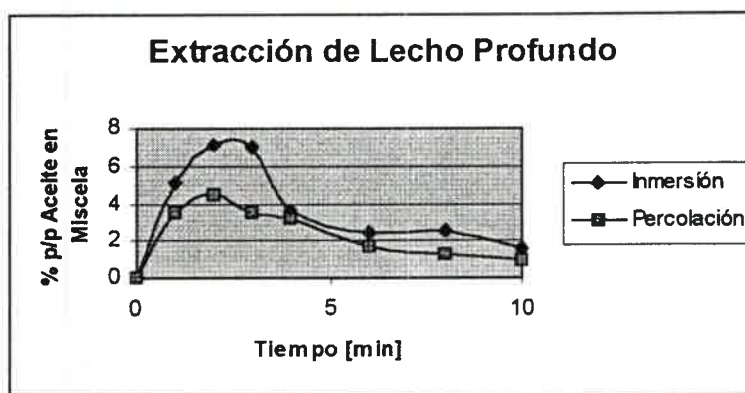


Figura 2. Efecto del modo de contacto sobre la concentración de la miscela en lecho poco profundo.

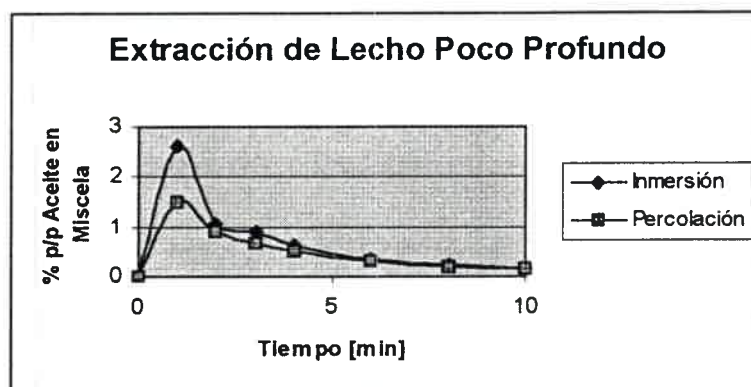


Figura 3. Efecto del método de contacto sobre la concentración de la miscela en lecho profundo.

Exp. N°	Altura de Lecho	Método de Contacto	% Retención de Solvente	% Materia grasa inicial	% Humedad	% Eficiencia de Extracción
1	Poco profundo	Inmersión	21,62	19,88	8,98	77,01
2	Poco profundo	Percolacion	21,69	19,88	8,98	70,52
3	Poco profundo	Inmersión	23,89	22,23	8,07	82,54
4	Poco profundo	Percolacion	25,55	22,23	8,07	82,00
5	Profundo	Inmersión	26,24	20,65	9,33	75,77
6	Profundo	Percolacion	26,97	20,65	9,33	66,84
7	Profundo	Inmersión	27,06	22,96	8,48	83,93
8	Profundo	Percolacion	26,61	22,96	8,48	75,40

Figura 4. Resultados obtenidos en las experiencias de extracción.

En todos los casos y bajo las condiciones experimentales utilizadas, el % de Eficiencia de Extracción fue superior para el método de inmersión frente al de percolación. Dado que los valores de % Humedad, % de Materia Grasa Inicial y % de Solvente Retenido tienen efecto sobre el % de Eficiencia de Extracción, las experiencias fueron realizadas de forma de minimizar su incidencia. En la Figura 4. aparecen registrados estos valores.

En las condiciones de operación utilizadas, un buen regado de la miscela sobre el lecho de sólidos parece no ser suficiente para superar la ventaja de la inmersión al aprovechar todos los espacios disponibles para contacto sólido-líquido. Este resultado fue más notorio a mayores profundidades de lecho.

Referencias

- 1- Lajara J., "*Solvent Extraction of Oil from Oilseeds: The Real Basics*". Proceedings of the World Conference on Edible Fats and Oils Processing. Erickson, D. (ed) AOCS Press Champaign, Illinois, 49-55, 1989.
- 2- Milligan E. And D. Tandy, "*Evaluación de Campo del Funcionamiento de la Extracción*". A&G, Marzo, 1992.
- 3- Kemper T., "*Fundamentos de la Extracción por Solventes*". Material bibliográfico provisto por French Oil Machinery Company, Piqua, Ohio, USA a Texas A&M University.
- 4- Becker W., and A. McKee, "*Solvent Extraction of Soybeans*". JAOCS, **55**:754-712, november, 1978.
- 5- Christensen P., "*Solvent Extraction: Recent Developments*". JAOCS, **60**(2):166-167, 1983.
- 6- Prabhudesai R., "*Leaching*", Section 5.1. of "Handbook of Separation Techniques for Chemical Engineers". P. Schweitzer. 3er. edition. McGraw Hill, 1997.
- 7- Schwartzberg H. and M. Desai, "*Mathematical Modelling in Leaching Processes*". Food Process Engineering, 86-91. Applied Science Press, London, 1980.
- 8- Anderson G., "*Extracción por Solventes de la Soja*". Material bibliográfico provisto por Crown Iron Works Company, Minneapolis, Minnesota a Texas A&M University.
- 9- "*Bailey's Industrial Oil & Fat Products*", 4th edition. Swern, D (de), John Wiley and Sons. Inc., 1979.

MODELLING AND SIMULATION OF OIL EXTRACTION: SOLID LINE

M. PRAMPARO, M. MARTINELLO, E. CASTILLO, M. MATTEA

Universidad Nacional de Río Cuarto. Ruta 36, km 601. (5800) Río Cuarto. Argentina.

ABSTRACT

A simulation tool has been developed to be used in the solid line of the vegetable oil extraction. This software contains the simulation models for three different stages: extraction, desolventization and the drying of solids. By means of this tool it is possible to control and optimize the behavior of each one of the formerly mentioned operations, as well as to analyze the effect on the equipments of the line.

This software can be adapted to the operation of different oleaginous materials (soya, sunflower, peanut, cotton, etc.) by means of incorporating the characteristic properties of each material. This simulation tool may also be used in different extraction plants by adjusting the different model parameters to the data of the plant. Either percolation or immersion or both together is the type of extractor that can be simulated. With regard to desolventization and drying, the model simulates a DTDC unit (Desolventizer-Toaster-Drier-Cooler).

The mathematical models were solved by using numerical methods. The software used for programming is MatLab 5.1 for Windows.

Simulation results in a determined group of operative conditions are shown in each one of the individual operations and in the line as a whole.

KEYWORDS

Vegetable oil, solvent extraction, process simulation, industrial applications, equipment simulation.

INTRODUCTION

The modelling and simulation of a process are necessary for a better operation control and to see the behavior of the process. This also allows us to optimize the process operation. Furthermore, it provides a useful theoretical foundation for investigation as well as for implementation of automatic control, and for scaling-up the process. With the development of commercial chemical process simulators, important tools of work have appeared and helped to reach these objectives of design and simulation. However, these simulators (directed toward the chemical and petrochemical industries) work only with a few

operations in the treatment of solids. Oilseed is milled and flaked during the process carried on to obtain vegetable oil. Nowadays, in many plants oilseed is also expanded, in order to get a more porous material (collet). Once the material is ready the operation of extraction by means of solvent starts. The most commonly used solvent is hexane which is put in contact with solid material in successive stages that allow the extraction of oil, forming a miscella (hexane/oil mixture). Then, this miscella enters into a distillation line, which allows the recovery of both: oil and solvent, being the latter reutilized in the process.

Solid material (meal) which leaves the extractor contains a high percentage of solvent. It must be recovered for two reasons: the first one is not to lose solvent that could be used in the process again, and the second one is the fact that the final meal is marketed as animal food and it requires a limited percentage of solvent. In order to eliminate the residual solvent, the operation of desolventization is used. In the case of soybeans, the meal must also be toasted to inactivate certain enzymes and to destroy anti-nutritional factors in order to produce animal food with good nutritional quality.

The equipment employed for this operation is the desolventizer-toster (DT). During this operation, the material is put in contact with direct and indirect steam, thus producing the transport of solvent. At the same time the material increases its water content because of steam condensation.

Due to the fact that the increase of the quantity of water in the desolventized meal is too high for the next step of milling, the desolventized material must be dried-up. So the next operation is the meal drying so to reduce the moisture percentage in order to get a good mill performance. In Fig.1 a schematic diagram of the line is shown.

Several models for the individual equipment of the line can be found in the specific literature. Important advances in the modelling of the phenomena that occurs during the extraction process were introduced ([1],[2]). In one of these propositions, each stage is considered as a batch extraction carried out in a perfectly mixed tank. To model this stage it is proposed a solution [3] based on a diffusive mechanism which takes place inside the particle pore, without taking into account the diffusion and convection

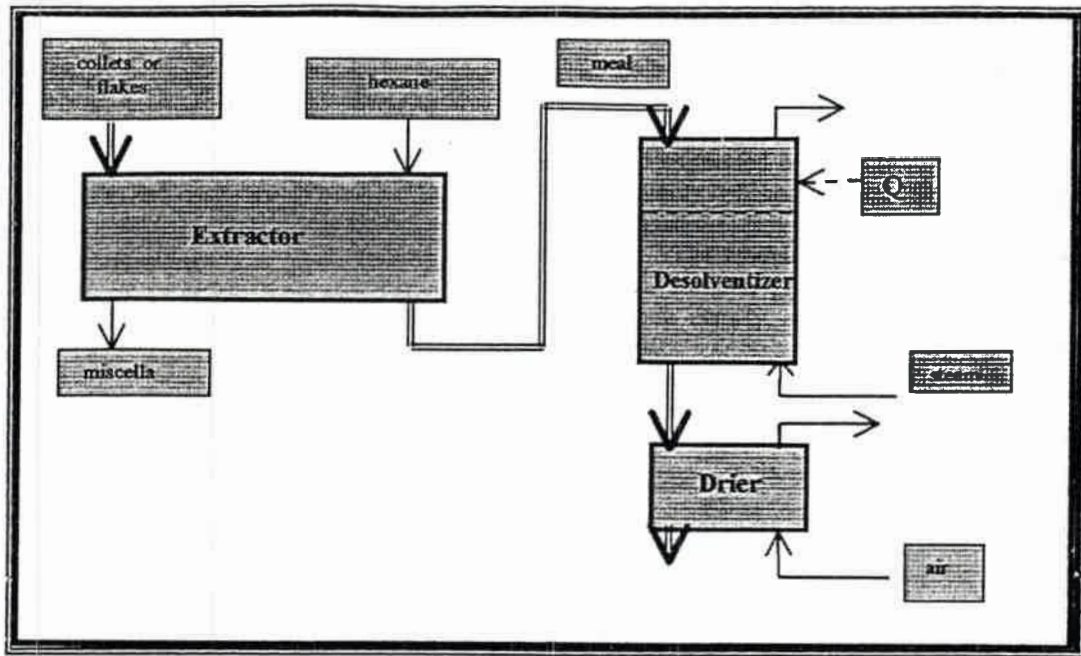


Fig.1: Line scheme.

that occur in the bed. Then, based on a superposition method, solutions of each stage are used in order to relate the conditions imposed on the inflow and outflow variables. On the other hand [4] a more detailed model for fixed bed is considered, representing flow of oil by means of transport coefficients which should be fitted in an experimental form or calculated from the correlation between non-dimensional numbers. This model does not consider resistance inside the particle. Finally [5] they propose a model of fixed bed taking into account hindrance diffusion of oil inside the particle, being the mentioned model integrated to simulate the whole extractor.

One of the DT models is based on global mass and energy balance, used in the analyses of operative variables [6]. Another model is based on mass conservation equations for the particle and for the bed. This model allows the analyses of parameters such as particle dimension and porosity ([7],[8]) in the desolventizing section of the DT. There is not much information about meal drying modelling.

This work contains the modelling of the solid line in the technology of solvent oil extraction. The units of this line are the extractor, the desolventizer and the drier. This work allows us to describe the behavior of each operation as well as to analyze the changes in the operative variables of the whole line.

The objective of this work is to supply a simulation tool which might easily be implemented in a determined plant. We have developed models not too global as to miss information of the intrinsic behavior of the operation neither too complex as to need too many parameters involved.

EQUIPMENT MODELS

Extractor

There are different types of extractors used in the oleaginous industry. In their more common disposition, the particles are kept on a mobile perforated surface, forming a bed. Either, solvent or miscella is sprinkled on the bed. This surface is shifted displaced in a straight movement (extractor type DeSmet, Crown, etc.) or in a circular motion (extractor type Carrousel, Rotocell, etc.) transferring the material from the feeding-in area until its discharge. The miscella percolates through a portion of the bed (stage) down to the bed bottom. Then, the enriched miscella is gathered and sprinkled on the surface of the previous stage. In all cases, the scheme responds to an arrangement of cross flow in counter-current between miscella and solid material.

This work propose a mathematical model considering the extractor as a sequence of batch stages operating in an isothermally way. Each stage is simulated as a fixed bed of particles on which the material comes in contact with the solvent. This solvent flows through the spaces between particles and dissolves the oil, thus forming the miscella. The composition of the miscella is established from the equilibrium achieved with the oil contained in the solid. The oil is transported toward the outlet of the bed by the global current. The mathematical formulation requires a mass balance of the oil content in the solid material, and another one for oil in the miscella, outside the solid material. The extractor is modelled assuming constant properties.

Mass balances for oil in solid phase and in fluid phase yield:

$$\frac{\partial x_o}{\partial t} = -\frac{k a_v H}{v_m \rho} (K x_o - y_o)$$

$$\frac{\partial y_o}{\partial t} + \frac{\partial y_o}{\partial z} = \frac{1}{Pe} \frac{\partial^2 y_o}{\partial z^2} + \frac{(1-\epsilon) H k a_v}{\epsilon v_s \rho} (K x_o - y_o)$$

The boundary conditions are:

$$t=0 \quad x_o = x_o^0 \quad y_o = y_o^{in}$$

$$z=0 \quad y_o|_{z=0} = \frac{1}{Pe} \frac{\partial y_o}{\partial z} \Big|_{z=0}$$

$$z=1 \quad \frac{\partial y_o}{\partial z} \Big|_{z=1} = 0$$

In order to simulate the whole extractor, it is considered as a sequence of fixed bed stages. The results of each stage are used to calculate time and space average composition values. Then the different stages are integrated by using global mass balances.

It is considered a last drainage stage, in which it is possible to decrease the amount of miscella held back. This stage is modelled through the equations applied to drainage of porous beds [9].

Desolventizer

The extracted meal retains a certain amount of solvent (about 30%), that must be removed in order to obtain an acceptable meal solvent level (200-400 ppm) and to reutilize the retrieved solvent in the process.

The DT unit consists of a vertical shell containing indirect-steam-heated-trays at the top (predesolventizing section) followed by perforated trays provided with sparging steam (desolventizing section) ([10],[11]). The meal runs down through these trays. Direct steam is fed at the bottom of the desolventizing section and flows up to the top in counter-current with the solid, thus increasing its hexane content: this is the vapor phase of the DT.

Predesolventizing makes possible a potential energy saving since it is possible to reduce the meal moisture level and consequently save energy during the meal drying operation. But the percentage of solvent removed in the predesolventizing stage is limited for two reasons: it is necessary to get a sufficient moisture level in the meal for toasting it and the DT vapors are employed in the first miscella distillation step [12].

The mechanism of solvent removal in the predesolventizing section consists in the evaporation of solvent, due to the heat provided by indirect steam in the heated trays. In the desolventizing section, the prevailing solvent removal mechanism is solvent diffusion. The required energy is supplied by the sparged steam condensation, causing an increase in the moisture content of the meal.

This work proposes a model based on the mass balance for solvent in the solid and vapor phases, the mass balance in the vapor phase and energy balance in the solid phase. The vapor phase hexane content and temperature are connected by the equilibrium condition given by the component partial pressure equality.

The model assumptions are plug flow, steady state and constant properties for solid and vapor, except for vapor density, which is calculated by using perfect gas law.

Conservation of hexane and total mass in the vapor phase yield:

$$y_h \frac{dv_v}{dz} + v_v \frac{dy_h}{dz} = \frac{1}{Pe} \frac{d^2 y_h}{dz^2} + \frac{n_h a_v}{\epsilon v_v \rho_v}$$

$$\frac{dv_v}{dz} = \frac{n_h a_v H}{\epsilon v_v^{in} \rho_v} - \frac{n_a a_v H}{\epsilon v_v^{in} \rho_v}$$

The boundary conditions are:

$$z=0 \quad y_h^- - y_h^+ = \frac{1}{Pe} \frac{dy_h}{dz} \Big|_{z=0}$$

$$z=0 \quad v_v = -1$$

$$z=1 \quad y_h = 0$$

Mass balances for hexane and water in the solid phase yield:

$$\frac{dX_h}{dz} = -\frac{n_h a_v H}{(1-\epsilon) v_s \rho_s}$$

$$\frac{dX_w}{dz} = \frac{n_w a_v H}{(1-\epsilon) v_s \rho_s}$$

The boundary conditions are:

$$z=0 \quad X_h = X_h^{in} \quad X_w = X_w^{in}$$

And the conservation of solid energy is expressed by:

$$\frac{dT_s}{dz} = \frac{Q - n_h a_v \lambda_h H}{\rho_s (1-\epsilon) C_{ps} v_s}$$

The boundary condition is:

$$z=0 \quad T_s = T_s^{in}$$

The kinetic of solvent removal, n_h , and heat transfer, Q , are obtained by the following expressions for each of the DT sections:

Predesolventizing section:

$$n_h = \frac{Q}{\lambda_h a_v}$$

$$Q = A_1 U (T_{is} - T_s)$$

Desolventizing section:

$$n_h = k(K X_h - y_h)$$

$$Q = h(T_v - T_s)$$

In the desolventizing section the flow of condensing steam is expressed by:

$$n_w = \frac{Q}{a_v \lambda_h}$$

Drier

The moisture content of the desolventized meal depends on the hexane and moisture contents of the extracted flakes as much as on the indirect heating proportion in the desolventizer. The moisture content ranges between 17% (w.b.) and 22% (w.b.), in average. The commercial specification of the meal includes a maximum moisture content (about 12 % w.b.). For that reason, the desolventized meal must be dried.

The equipment employed for meal drying is basically of two types: rotary drier or the drying section of the D.T.D.C units. This work modelled the second one: the drier consists of trays on which the meal runs toward the bottom of the unit with a counter-current flow of hot air. The drier is modelled assuming plug flow and constant properties.

The mass balances for water in solid and gas phases are:

$$\frac{dY_w}{dz} = \frac{n_w a_v H}{v_a \rho_a \varepsilon}$$

$$\frac{dX_w}{dz} = -\frac{n_w a_v H}{v_s \rho_s (1 - \varepsilon)}$$

The boundary conditions are:

$$\begin{aligned} z=0 & \quad X_w = X_w^{in} \\ z=1 & \quad Y_w = Y_w^{in} \end{aligned}$$

The conservation of energy for the solid and gas phases yields:

$$\frac{dT_s}{dz} = -Eas + qs (T_a - T_s)$$

$$\frac{dT_a}{dz} = \frac{h_g a_v H}{\rho_a v_a \varepsilon C_{pa}}$$

$$Eas = \frac{n_w a_v \lambda_w H}{v_s \rho_s (1 - \varepsilon) C_{ps}}$$

$$qs = \frac{hg a_v H}{\rho_s v_s (1 - \varepsilon) C_{ps}}$$

The boundary conditions are:

$$\begin{aligned} z=0 & \quad T_s = T_s^{in} \\ z=1 & \quad T_a = T_a^{in} \end{aligned}$$

A diffusive model for mass transfer inside the particle is used for obtaining a lumped parameter kinetic of drying [13]:

$$n_w = k(X_w - X_w^{equ})$$

The minimum gas flow is obtained by the following equation that comes from a simplified global energy balance:

$$\frac{A_{min}}{S} = \frac{\lambda_w}{C_{pa}} \left[\frac{X_w^{in} - X_w^{out}}{T_a^{in} - T_s^{in}} \right]$$

The model of the fixed bed extraction forms a partial differential equation system that is solved using finite differences method. The systems obtained for the DT and the drier models constitute ordinary differential equation boundary value problems. They are solved using the 4th order Runge Kutta method combined with the Newton Raphson method [14]. MatLab 5.1 for Windows was used to program this software

RESULTS AND DISCUSSION

The developed simulation tool is applied to a typical industrial case for the analysis of the influence of variables and parameters in the individual equipment and in the whole line.

The main factors that affect the extraction efficiency (extracted oil percentage) are operation temperature, solid material preparation, solid-liquid contact ways and residence time. The oil concentration behavior in both, liquid and solid phase, makes possible the analysis of extraction kinetic and residual oil content.

In Fig. 2 the profile of oil content in miscella phase, for one stage at different times is shown. In Fig.3 the bed average values of solid content for different stages as well as the time average miscella concentration at the end of each stage can be seen.

There are several factors that influence on the operation of the DT ([6],[15],[16]), such us direct steam

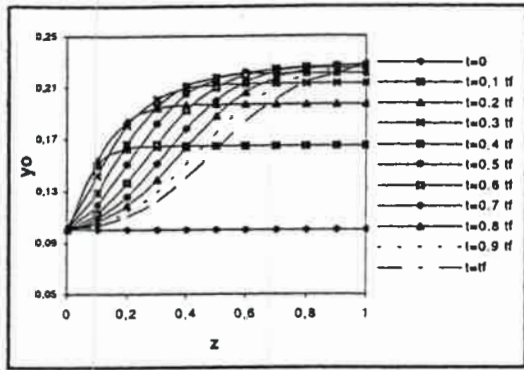


Fig.2: Miscella concentration profile in one stage for different times. Extractor.

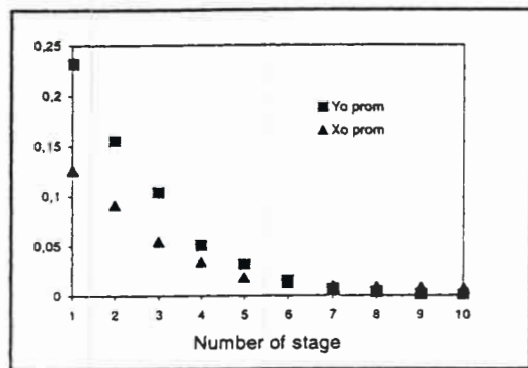


Fig.3: Average oil concentration in solid and miscella in each stage. Extractor.

flow, extracted meal hexane, oil and moisture content, extracted meal temperature and amount of indirect heat. As an example of the DT, the influence of the direct steam consumption and indirect steam temperature in the profiles of the most significant variables in the predesolventizing and desolventizing section are presented.

DT is normally operated at temperatures of 72-75°C for the exiting vapors. From Fig. 4 the influence of the direct steam flow in the vapor temperature profile in the predesolventizing section of the DT can be seen. There is an optimum value that gives the correct temperature and related composition, greater values mean a waste of steam and lower ones give a vapor composition too close to the azeotropic point.

To obtain a meal residual hexane content as low as possible is desirable because of economic and security reasons. In Fig. 5 the meal hexane content profile in the predesolventizing section of DT and in Fig. 6 the same for the desolventizing section of DT can be seen. The influence of the indirect steam temperature can be observed. The meal moisture content varies in the

desolventizing section of the DT when indirect steam temperature changes. In the predesolventizing section,

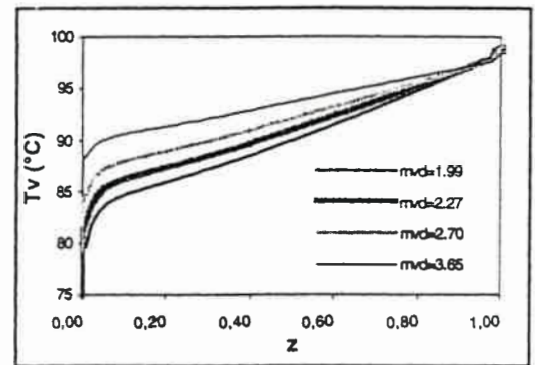


Fig.4: Influence of direct steam consumption on the temperature of DT vapor phase.

there is little variation of the moisture content since the main energy supply is indirect heating. The meal moisture influences the energy consumption in the drier. In Fig.7 it can be observed the drier behavior in different air incoming temperatures.

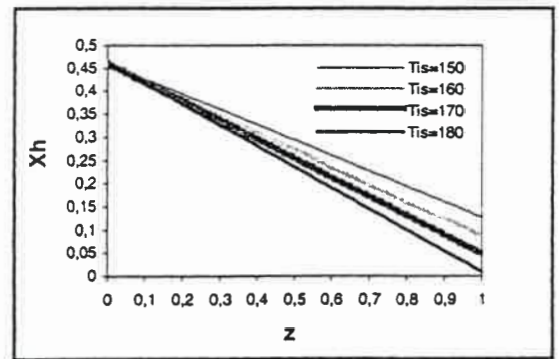


Fig.5: Effect of indirect steam temperature on meal hexane content profile. Predesolventizing section of DT

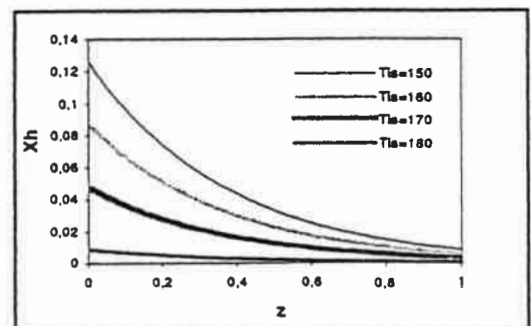


Fig.6: Effect of indirect steam temperature on meal hexane content profile. Desolventizing section of the DT.

The main interest of the proposed model is to make possible the analysis of the influence of a variable change of one unit on the performance of the others. The effect of a change in drainage time on the line is shown in Fig. 8

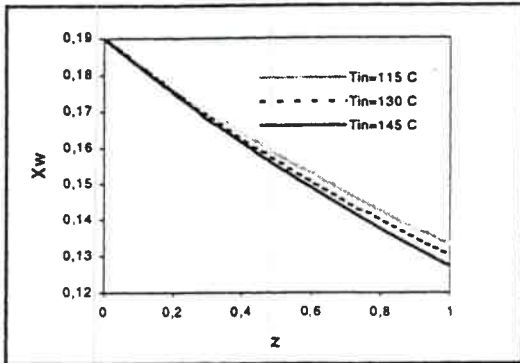


Fig.7: Solid moisture content profile for different incoming air temperatures. Drier.

In the extractor, the solvent retention of the extracted meal varies. This variation in the retained hexane causes different residual hexane and moisture contents at the end of the DT (Fig. 9 y 10). This moisture change affects the drier performance (Fig. 11).

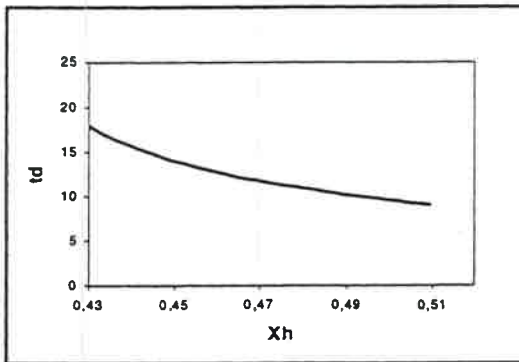


Fig.8: Effect of drainage time on residual hexane Content. Extractor.

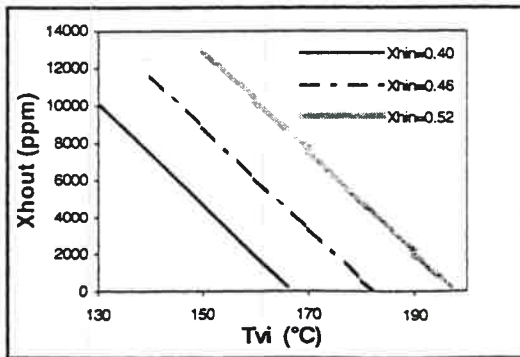


Fig.9: Meal residual hexane vs. steam temperature for different extracted meal hexane content Desolventizer.

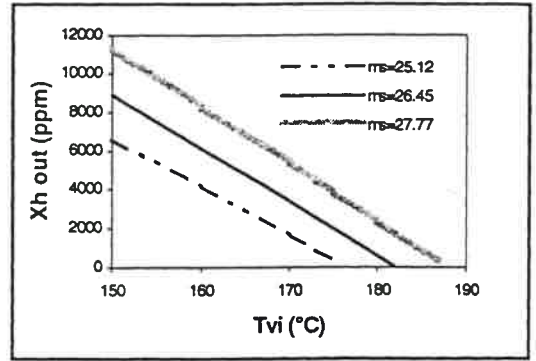


Fig.10: Final meal moisture vs indirect steam temperature for different extracted meal hexane content. Desolventizer.

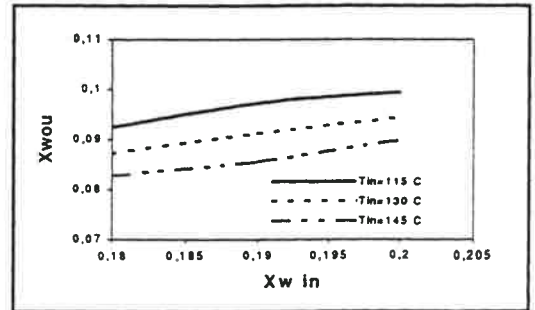


Fig.11: Residual water content in solid vs incoming solid moisture content for different air temperatures. Drier.

CONCLUSION

A useful simulation tool has been developed. It can be employed in the analyses of the influence of variables and parameters in the energy consumption, amount of oil extracted from the seeds and residual content of the desolventized meal, among others. It makes possible to predict the plant behavior when a variable changes.

NOMENCLATURE

- a_s : Specific direct heat and mass transfer area, m^2/m^3
- A_i : Specific indirect heat transfer area, m^2/m^3
- U : Overall indirect heat transfer coefficient, $Kcal/m^2seg\ ^\circ C$
- h : Film heat transfer coefficient, $Kcal/m^2seg\ ^\circ C$
- k : Mass transfer coefficient, kg/m^2seg
- K : Equilibrium constant
- Pe : Peclet number, $v \times H/Dz$
- Dz : Axial dispersion coefficient, m^2/seg
- C_p : Specific heat, $Kcal/kg\ ^\circ C$
- λ : Heat of vaporization, $Kcal/kg$
- ρ : Density, kg/m^3
- ϵ : Bed porosity
- x : Mass fraction in solid phase
- X : Mass relation in solid phase
- y : Mass fraction in fluid phase

Y: Mass relation in fluid phase
v: Velocity, m/seg
S: Solid flow, kg/seg
G: Air flow, kg/seg
V: Vapor flow, kg/seg
mvd: Direct steam flow, kg/seg
L: Liquid flow, kg/seg
H: Equipment height, m
z: Adimensional height
T: Temperature, °C

subscripts

o: oil
w: water
s: solid
v: vapor
h: hexane
m: miscella

REFERENCES

- [1] L. Maguer and P. Jelen, *Food Engineering and Process Applications* (Essex, Elsevier Applied Sci. Pub., 1987).
- [2] H. Schwartzberg, Progress and Problems in Solid-Liquid Extraction, *Lat. Am. J. Heat Mass Transfer*, 7, 1983, 317-344.
- [3] J. Crank, *Mathematics of Diffusion* (London, Oxford University Press, 1970).
- [4] G. Majumdar et al., Modelling Solvent Extraction of Vegetable Oil in a Packed Bed, *JAOCs*, 72 (9), 1995, 971 - 974.

- [5] M. Pramparo et al., Design and Simulation of a Continuous Extractor, *Enpromer Congress*, Bahia Blanca, Argentina, 1997.
- [6] M. Knott, Desolventización y Acabado de harinas, *A&G*, 8, 1992, 65-73.
- [7] M. Martinello et al., Desolventizado de Harinas Vegetales: Un modelo para predecir el solvente residual. *IV Congreso Argentino de Ingeniería Química*, Santa Fe, Argentina, 1994.
- [8] D. Cardarelli, Modelado del Proceso de Desolventizado de Harinas Vegetales, *Doctoral thesis*, U.N.S. Bahia Blanca, Argentina, 1999.
- [9] L. Svarovsky, *Solid - Liquid Separation* (London, Butterwoths, 1990).
- [10] H. Schumacher, Ultimate Energy Possibilities in Conventional Solvent Extraction, *JAOCs*, 60 (2), 1983, 417-419.
- [11] K. Becker and W, Current Trends in Meal Desolventizing, *JAOCs*, 60 (2), 1983, 168-171.
- [12] K. Weber, Predesolventizing of Soybean Meal. *JAOCs*, 60 (2), 1982, 430-433.
- [13] K. Valentas, E. Rolstein and P. Singh, *Handbook of Food Engineering Practice*, (New York, CRC Press, 1997).
- [14] B. A. Finlayson, *Nonlinear Analysis in Chemical Engineering*, (New York, McGraw-Hill Int. Book Co., 1980).
- [15] D. R. Grant et al., Factors Affecting the Desolventizing of Canola Meal, *JAOCs*, 60 (11), 1983, 1867-1875.
- [16] J. Van Damme, Desolventizado y Acondicionamiento de Harinas Vegetales, *A&G*, 26, 1997, 75-85.

Immersion vs. Percolation in the Extraction of Oil from Oleaginous Seeds

M. Pramparo^{a,*}, S. Gregory^b, and M. Mattea^a

^aGIDPO-Universidad Nacional de Río Cuarto-CONICET, 5800 Río Cuarto, Argentina, and ^bTexas A&M University, College Station, Texas, 77843

ABSTRACT: The influence of the two contact modes, percolation and immersion, during the extraction of oilseeds by means of a solvent are presented. Experiments were performed in lab-scale equipment with soybean flakes, arranged in beds that reproduce these two contact modes. The extractions were carried out with hexane at constant temperature. To simulate the performance of shallow- and deep-bed extractors, two different bed height/diameter ratios were used. The experimental results are explained in terms of the basic transfer phenomena that occur during extraction. These phenomena are addressed to develop a mathematical model, which is used to simulate extraction under both contact modes. The immersion scheme yielded greater efficiency than the percolation mode to extract soybean flakes for the two bed height/diameter ratios studied. The mathematical model predicts very well the experimental findings. It also predicts the solvent retained by the solid mass after extracting the oil.

Paper no. J10183 in *JAACS* 79, 000-000 (October 2002).

KEY WORDS: Contact mode, mathematical model, oilseeds, solvent extraction, solvent retention.

Today, solvent extraction with commercial hexane is used by most of the crushing industry to produce crude oil from oleaginous seeds. Pretreated oilseeds (solid particles) are put in contact with pure solvent or a solvent/oil mixture (liquid) during a time long enough for the oil to be transferred from the solid matrix to the fluid medium in a process unit known as "the extractor." The way solid particles are contacted with liquid depends to a great extent on the internal arrangements of the extractor itself, and it has a significant influence on extraction efficiency (1).

In most continuous commercial extractors, solid particles are placed on a perforated base forming a bed that moves throughout the unit while the liquid flows through the bed in one of two different modes: immersion or percolation. In the case of immersion, liquid is kept on the top of the bed and each extraction stage is flooded with a slow-flowing bath of miscella. In this extraction mode, it is expected that liquid fills the entire space around solid particles (flakes or collets). In the case of percolation, the liquid is sprayed onto the bed surface at a rate low enough to avoid bed flooding. Some commercial extractors combine both types of contact arrangements (2,3).

The solid-liquid contact scheme used in a given extractor is closely related to bed depth and pretreatment of oilseeds.

*To whom correspondence should be addressed at Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional de Río Cuarto, Ruta 36 - Km 601, 5800 - Río Cuarto, Argentina. E-mail: mpramparo@ing.unrc.edu.ar

Immersion mode is frequently used in deep-bed extractors, i.e., those extractors with bed heights greater than 1 m or total extractor length-to-bed height ratio lower than 20. This is the preferred contact scheme when the solid particles are in the form of flakes owing to the low porosity of the resulting bed, which makes it strongly resistant to percolation. When expanded material ("collets") is used, deep-bed extractors can be operated either in the immersion or the percolation mode. On the other hand, the percolation mode is frequently used in shallow-bed extractors, i.e., those extractors with bed heights lower than 1 m or total extractor length-to-bed height ratio greater than 20, when solid particles are either in the form of flakes or collets (4). Inside the extractor itself, the extraction process is carried out in stages arranged in such a way that solid particles and liquid move countercurrently (5).

The theory of this operation has been analyzed by several authors (6,7). Different mathematical models, which usually result from mass balance equations written for each intervening phase, have been considered to represent the extraction process. Because of the complexity of the involved mechanisms, simplified equations are often proposed. In some models, each stage is considered as a discontinuous extraction carried out in a well-mixed tank, where the resistance to mass transfer in fluids outside the particle is dismissed. In other models, each stage is considered to be a fixed bed of particles. The complete performance of the extractor results from the integration of the results obtained in the different stages (8,9).

Although a fixed-bed model (10) has been developed among the specific applications for vegetable oils, it does not account for the resistance to mass transfer inside the particle. Some models recently proposed take into account internal resistance (11), but none of them considers an unsaturated bed working under percolation mode.

The aim of the present study was to analyze the influence of the contact mode on the extraction efficiency. A theoretical model based on phenomena that occur during extraction in both immersion and percolation schemes was developed. The extraction efficiency and solvent retention predicted by the model were compared with measured data.

MATHEMATICAL MODEL

The model developed in this work represents a single extraction stage as a fixed bed. This one-dimensional and unsteady-state model considers that a stage of the extraction process

takes place in a vertical column, which is filled with a bed of pre-treated oleaginous material on top of which the solvent is added. The solvent percolates down through the void interparticle space, dissolves the oil of the solid matter it finds on it way down, and both solvent and oil exit the bed through the bottom of the column. Scheme 1 shows a fixed-bed scheme with an enlarged view of a particle like those that make up the bed.

A part of the solvent that flows through the bed goes into the particles through their pores, dissolves the oil, and returns to the bulk phase from where it drains from the bed (12). An equilibrium is reached between the solvent in the particle pores and the oil in the particles that is a function of the oil concentration in the pores.

The oil diffuses through the internal pores toward the particle surface. Then, it enters the bulk phase by a convective mechanism produced by a concentration difference between the pores and the bulk phase. Finally, the oil is carried away by convective movement to the bottom of the bed. In the bulk phase, an oil concentration gradient develops by the increasing concentration of oil that the miscella obtains as it flows down the bed. This concentration gradient induces diffusive mass transfer of solute in the direction from higher to lower solute concentration, producing dispersive flow from the bottom toward the top of the bed which is in the opposite direction to the convective flow of the miscella.

To develop the mathematical model the following assumptions were made: (i) An extraction stage was considered as a solid bed made of spherical, isotropic porous particles. (ii) The extraction was considered as a mass transfer process between the following phases: a solid phase (insoluble solid matrix), an occluded fluid phase (miscella occluded inside particle pores), and a bulk fluid phase (miscella moving through the interparticle space). (iii) Within the particles, oil diffused through the occluded phase toward the bulk fluid phase. Because of this, an oil gradient concentration was established. At each point, the oil concentration in the occluded phase was considered in equilibrium with the oil in solid matrix, through the relationship:

$$x_s = K x_p \quad [1]$$

where x_s = oil concentration in solid phase at r (radial position within particle), K = equilibrium constant, and x_p = oil concentration in occluded phase at same position r . (iv) The vegetable oil was considered to be a single component substance. (v) The oil concentration in the bulk phase changed only in the axial direction, i.e., along the bed. (vi) Particle porosity, ϵ_p , and bed porosity, ϵ_l , were constant and uniform through the bed. (vii) The temperature was constant throughout the process. (viii) The effect of solids moisture content was considered in the equilibrium constant.

The model results from the mass balance for oil in the occluded and bulk phases. The assumptions above allowed us to write the following equation for the oil concentration inside particles:

$$\frac{\partial x_p}{\partial t^*} - \frac{1}{Pe} \frac{H}{R} A \left(\frac{2}{r^*} \frac{\partial x_p}{\partial r^*} + \frac{\partial^2 x_p}{\partial r^{*2}} \right) \quad [2]$$

where R = particle radius, H = bed height, $Pe = v \cdot R / D_p$ is Peclet number with D_p = molecular diffusion coefficient, and v = superficial velocity (volume rate of flow through a unit cross-sectional area of bed), $t^* = v \cdot t / H$ = dimensionless time, and $r^* = r / R$ = dimensionless radial coordinate. Constant A was given by:

$$A = \left[1 + K \frac{\rho_s}{\rho_m} \frac{(1 - \epsilon_p)}{\epsilon_p} \right]^{-1} \quad [3]$$

where ρ_s and ρ_m were solid and miscella density, respectively. The conditions imposed for the solution of Equation 2 were:

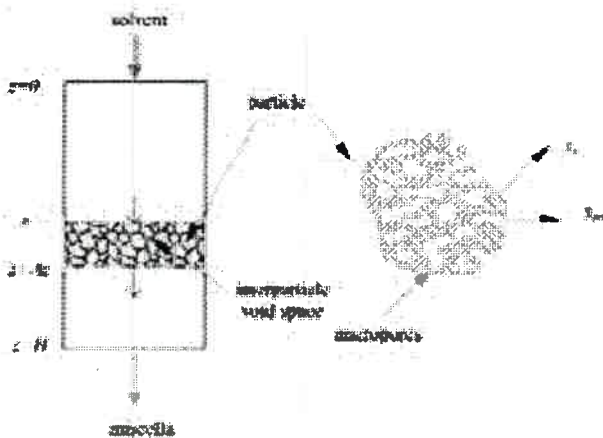
$$\begin{aligned} t^* = 0 \quad x_p &= x_p^o = \frac{x_s^o}{K} & 0 \leq r^* \leq 1 \\ r^* = 0 \quad \frac{\partial x_p}{\partial r^*} &= 0 & t^* > 0 \\ r^* = 1 \quad \frac{\partial x_p}{\partial r^*} &= -Sh(x_p|_{r^*=1} - x) & t^* > 0 \end{aligned} \quad [4]$$

where x = oil concentration in bulk phase, x_s^o = oil concentration in solid phase at initial time, x_p^o = oil concentration in the occluded phase at initial time, and $Sh = k_x \cdot R / D_p$ was Sherwood number with k_x = mass transfer coefficient. After x_p is evaluated from Equation 2, Equation 1 was used to evaluate an average oil content in solid phase as:

$$x_{s,av} = \int_0^1 \left[\int_0^1 3x_p r^{*2} dr^* \right] dz^* \quad [5]$$

To solve Equation 2 under the conditions listed in Equations 4, it was necessary to know the value of x that varied along to the axial position and time in accordance to the mass conservation equation for the oil in bulk phase. It was given by:

$$\frac{\partial x}{\partial t^*} + \frac{\partial x}{\partial z^*} - \frac{1}{Pe_z} \frac{\partial^2 x}{\partial z^{*2}} + \frac{1}{St} \frac{(1 - \epsilon_l)}{\epsilon_l} (u_{eff} H) (x_p|_{r^*=1} - x) \quad [6]$$



SCHEME 1

with the following conditions:

$$\begin{aligned}
 t^* = 0 & \quad x = x^0 & \quad 0 \leq z^* \leq 1 \\
 z^* = 0 & \quad \left. \frac{\partial x}{\partial z^*} \right|_{z^*=0} = \frac{1}{Pe_z} \left. \frac{\partial x}{\partial z^*} \right|_{z^*=0} & \quad t^* > 0 \\
 z^* = 1 & \quad \left. \frac{\partial x}{\partial z^*} \right|_{z^*=1} = 0 & \quad t^* > 0
 \end{aligned}
 \tag{7}$$

where $z^* = z/H =$ dimensionless axial coordinate, $a_{eff} =$ effective solid–fluid contact area per unit volume of bed, $St = v/k_x =$ Stanton number, and $Pe_z = v \cdot H/D_z$ was the Peclet number with $D_z =$ axial dispersion coefficient.

Model for the immersion contact scheme. In this case, the void spaces in the solid material were taken up by solvent or miscella. The model for this scheme results from the application of Equations 1–7, where the effective solid–fluid contact area per unit volume of bed was given by:

$$a_{eff} = a_p(1 - \epsilon_l) \tag{8}$$

and a_p was the specific surface defined as total particle surface per unit volume of particle.

Model for the percolation contact scheme. When the extractor works under the percolation scheme, the void space in the bed is not completely filled with liquid phase and the effective contact area for mass transfer, a_{eff} is reduced.

The degree of volumetric saturation, Φ , defined as the ratio of liquid volume to total void volume, depends upon the bed drainage capability and the amount of liquid reposition that constantly flows into it. In order to find a relationship between a_{eff} and Φ , the bed was assumed to be a solid mass perforated by cylindrical pores parallel to the acting acceleration being the pore diameters defined by a continuous spectrum.

Under the condition of no flux coming into the bed and considering the main intervening forces, a_{eff} were evaluated as (13):

$$a_{eff}(t) = \int_0^{s^*} \pi s y(t) A_T g(s) ds \tag{9}$$

where s represented the pore diameter, A_T is bed cross section, $s^* = (4\sigma \cos(\alpha)/\rho g H)$ was the critical pore diameter, σ being the surface tension and α the solid–liquid contact angle. The term s^* represented the larger pore that was flooded with liquid phase; those pores with diameter $s > s^*$ were partially filled, and the liquid height inside them, $y(t)$, was given by

$$y(t) = \left(1 - \frac{4\sigma \cos(\alpha)}{\rho g b} \right) e^{-\left(b^2 \rho g / 8 \mu H \right) t} + \frac{4\sigma \cos(\alpha)}{\rho g b} \tag{10}$$

Here, ρ and μ represented the density and viscosity of liquid phase respectively. As time proceeds, $y(t)$ decreased and so did a_{eff} .

In Equation 9, $g(s)$ represented the pore-size distribution function. For the bed model described above and using a Boltzmann-type distribution function, $g(s)$ was given in terms of bed permeability, k , and porosity, ϵ , as (13):

$$g(s) = \frac{s \epsilon^3}{32 \pi k^2} e^{-(\epsilon/16k)s^2} \tag{11}$$

Following this model, the volume of liquid retained inside the bed was evaluated as:

$$V(t) = \int_0^{s^*} g(s) \pi \frac{s^2}{4} H A_T ds + \int_{s^*}^{\infty} g(s) \frac{\pi s^2}{4} A_T y(t) ds \tag{12}$$

Starting from a saturated bed, liquid drained until an equilibrium was reached. At this point, the volumetric saturation was evaluated as:

$$\Phi(t) = \frac{V(t)}{V(t=0)} \tag{13}$$

If liquid is fed to the bed at a volumetric rate of Q , then a new equilibrium state will be reached where the liquid flux leaving the bed equals the liquid flux coming into it. So, using the plot of $V(t)$, a point can be found where the slope equals the Q value; i.e.,

$$\left. \frac{dV(t)}{dt} \right|_{t=t^m} = Q \tag{14}$$

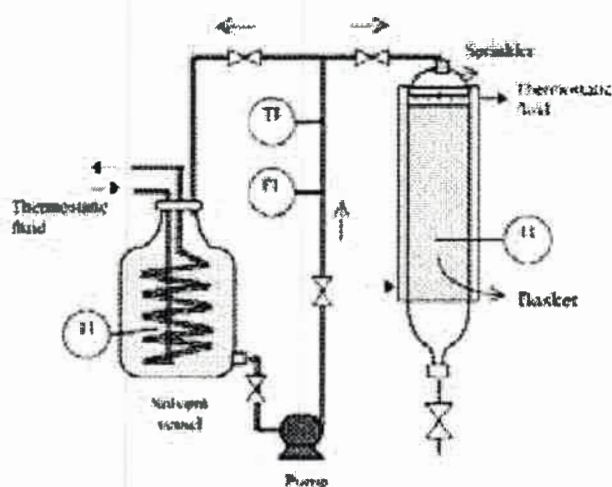
This point represented the equilibrium state under this flow condition. The a_{eff} evaluated at $t = t^m$ was the solid–liquid contact area available for mass transfer and it was used in Equation 6.

Resolution procedure. Equations 2–4, 6, and 7 were solved numerically using the implicit finite difference method with MatLab 5.3 (14). The integration of Equations 5, 9, and 12 were done using Gauss-Legendre quadrature (14). The physical and transport properties involved in the model (ρ , μ , σ , k , D_z , D_p , and k_x) were evaluated using correlations available in the literature (13,15–17).

EXPERIMENTAL PROCEDURES

Extraction equipment. The experimental apparatus was designed to provide a controlled, measured flow rate of solvent to the extractor unit. Scheme 2 shows a schematic drawing of the experimental setup (IT, temperature indicator; FI, flow indicator). The extractor itself was a cylindrical container made of glass (internal diameter = 95 mm; height = 600 mm) which allows the insertion of a wire basket to hold the sample. It had an external jacket for circulating hot water to keep the operation isothermal. The temperature of the solid sample was measured by using a thermocouple located inside the basket. The solvent was heated to the extraction temperature by means of a coil heater in the conditioning tank and then was uniformly supplied to the extractor through a spray placed at the top of the basket. Flow rate of solvent, delivered by a centrifugal pump, was adjusted at the set value by using a control valve and a flow indicator.

Upon leaving the conditioning tank, the solvent entered the extraction unit or flowed through a by-pass when starting the apparatus.



SCHEME 2

Extracted solid and solvent. The extracted bed was made of soybean flakes with an average thickness of 0.37 mm and moisture content as reported in Table 1. They were provided by a local oilseed crushing industry. It was expected that the mathematical model developed under the assumption of spherical particles will represent the physics of the extraction process even when particles used in experiments were slab-shaped. Expressions similar to Equations 2–4 may be written and solved for any regular particle shape, parallel-sided slab among them (7). The resulting expressions were less convenient than the simple form for spherical particles. Because of this, it is a common practice to use spherical particle expressions with an equivalent particle radius defined as the radius of the sphere having the same surface to volume ratio. This approach was used. The validity of this approximation has been explored and shown to be satisfactory to describe the adsorption process in single particles (18) within the time limits used in this work. The solvent used was technical-grade hexane.

Experiments. The contact schemes analyzed were (i) immersion and (ii) percolation. In both cases, the solvent flow through the bed was kept continuous during the test. In each trial, the following procedure was followed: (i) Solvent (in a storage tank), a given amount of solid material (in the extraction basket), and the extraction unit were simultaneously

heated to the extraction temperature, T_{ex} . (ii) Once at T_{ex} , the extraction unit was filled with solvent to a level that initially flooded the solid sample. (iii) At this point (considered as $t = 0$), the basket was introduced into the extraction unit to contact the solvent with solid material. At the same time, the solvent sprayed on the top and the miscella exited from the bottom of the equipment. (iv) In case (i), the fluid level was regulated by the discharge valve so as to maintain a constant level during the trial. In case (ii), the discharge valve was totally open and solvent flow similar to that of the case (i) was sprayed on top of the bed. This procedure ensured the same initial conditions in cases (i) and (ii), rendering both experiments comparable. (v) The extraction was run for a time period, t_{ex} . During this time, samples of miscella exiting from the extraction unit were taken and their oil concentrations determined. (vi) When the extraction time was over, the solid sample was allowed to drain for a predetermined time period, t_{dr} , taken out of the basket, weighed, and air-desolventized.

Oil content in raw material, m_b , and in solid sample after extraction, m_a , were measured and used to compute extraction efficiency, %EE, as

$$\%EE = 100 \frac{(m_b - m_a)}{m_b} \quad (15)$$

On the other hand, %EE was computed from predicted $x_{s,av}$ as

$$\%EE = 100 \left[\frac{x_{s,av}(t=0) - x_{s,av}(t=t_{ex})}{x_{s,av}(t=0)} \right] \quad (16)$$

The solvent retained by the solids after extraction was evaluated by defining the retention percentage, %RS, as

$$\%RS = 100 \frac{(m_e - m_d)}{m_d} \quad (17)$$

where m_e = weight of solids after extraction and m_d = weight of solids after desolventizing. The solvent retained was related to the volumetric saturation, Φ , through the following relationship:

$$\%RS = 100 \frac{\epsilon}{1 - \epsilon} \frac{\rho_h}{\rho_s} \Phi(t_{dr}) \quad (18)$$

where ρ_h = hexane density and ϵ = total bed porosity, given by

$$\epsilon = \epsilon_l + (1 - \epsilon_l)\epsilon_p \quad (19)$$

TABLE 1
Comparison Between Experimental and Theoretical Results (solvent flow: 0.7 L/min)

Bed height	Contact mode	%RS	Moisture content ^a	Initial oil content ^b	Experimental results		Model outputs	
					Residual oil ^b	%EE	Residual oil ^b	%EE
Deep bed	Immersion	27.06	8.48	22.96	3.69	83.93	3.64	84.15
Deep bed	Percolation	26.61	8.48	22.96	5.65	75.40	6.41	72.08
Shallow bed	Immersion	21.62	8.98	19.88	4.57	77.01	2.57	87.07
Shallow bed	Percolation	21.69	8.98	19.88	5.86	70.52	5.32	73.24

^aExpressed as 100 × kg water/kg total.

^bExpressed as 100 × kg oil/kg total.

Analytical determinations. The oil content of the solids was determined according to AOCS method Ac 3-44 and the moisture content according to AOCS method Ac 2-41 (19). The miscella concentration was determined by evaporating the solvent to constant weight. The total bed porosity was determined according to the method proposed by Lozano *et al.* (20).

RESULTS AND DISCUSSION

Experiments were done by putting different amounts of solid material in the extraction basket to simulate the behavior of shallow- and deep-bed extractors. In the first case, about 0.2 kg of solids was used, producing a bed 0.10 ± 0.02 m high. To represent a deep-bed extractor, 0.8 kg of solids (0.34 ± 0.02 m bed height) was extracted. In all cases, solvent flow was kept between 0.5 and 1.0 L/min, drainage time was $t_{dr} = 10$ min, and extraction temperature and time were $T_{ex} = 50^\circ\text{C}$ and $t_{ex} = 10$ min, respectively.

Figure 1 shows experimental values and model predictions of the oil concentration in the miscella leaving the bed as a function of time for both immersion and percolation contact schemes in a deep-bed arrangement. Parameter values used in the simulations are shown in the Figure caption. From these results it is concluded that the immersion mode produced higher miscella concentrations all along the extraction period. This trend can be explained by the higher contact area in immersion as compared to percolation contact.

Model predictions of oil concentration in bulk fluid phase, x , as a function of position in the bed at different times during the extraction period are shown in Figure 2 for a deep bed in immersion mode. The oil concentration increased as the miscella moved from the inlet down to the outlet of the bed. The x values at $z^* = 1$ were used as the model output in Figure 1. Figure 3 depicts the average oil concentration in solid particles, $x_{s,av}$ (see Eq. 5) during the extraction period, under the

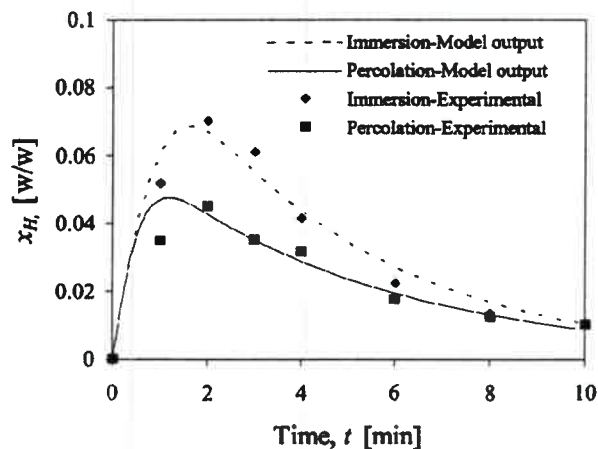


FIG. 1. Oil concentration at bed outlet in a deep-bed arrangement. Solvent flow: 0.59 L/min; model parameters: ϵ_p = particle porosity = 0.3; ϵ_f bed porosity = 0.5; D_p = molecular diffusion coefficient = $9.33 \cdot 10^{-10}$ m²/s; D_z = axial dispersion coefficient = $9.86 \cdot 10^{-6}$ m²/s; k_x = mass transfer coefficient = $1.42 \cdot 10^{-5}$ m/s; K = equilibrium constant = 0.6; x_H

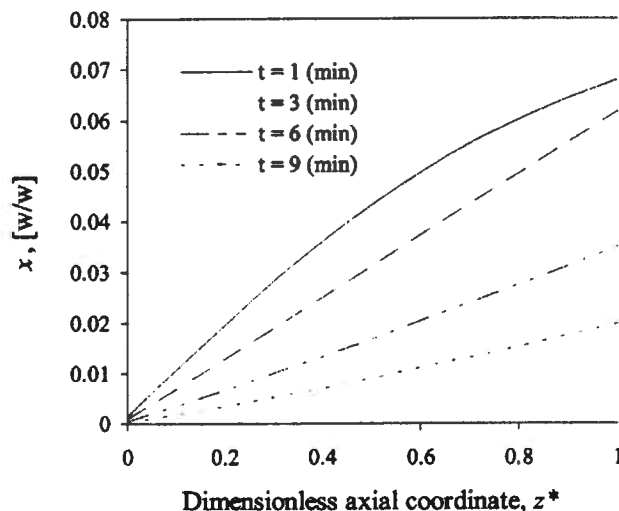


FIG. 2. Oil concentration in bulk fluid phase as a function of dimensionless bed height at different times during the extraction period. Deep-bed arrangement and immersion mode were employed. The solvent flow and model parameters were the same as in Figure 1.

same conditions as in Figure 2. Here again, as in Figure 1, immersion mode produced better results than percolation mode.

Data for %RS, measured at different drainage times, were transformed using Equation 16 and compared to predicted Φ values in Figure 4. Predicted and measured data were in good agreement. After a quick decrease, Φ leveled off to an asymptotic value. This behavior was used to set the drainage time in $t_{dr} = 10$ min since there is not a noticeable change in solvent retention after that time. The experimental %RS values shown in Figure 4 were measured after the extraction of a deep bed under percolation mode.

Table 1 gives the results for one group of experiments. The table shows values of solvent retention, residual oil, and ex-

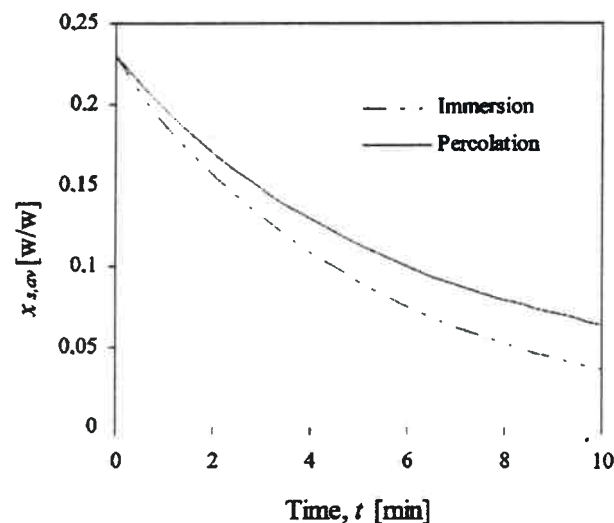


FIG. 3. Average oil concentration in the solid phase ($X_{s,av}$) as a function of time. Solvent flow and model parameters are the same as in Figure 1.

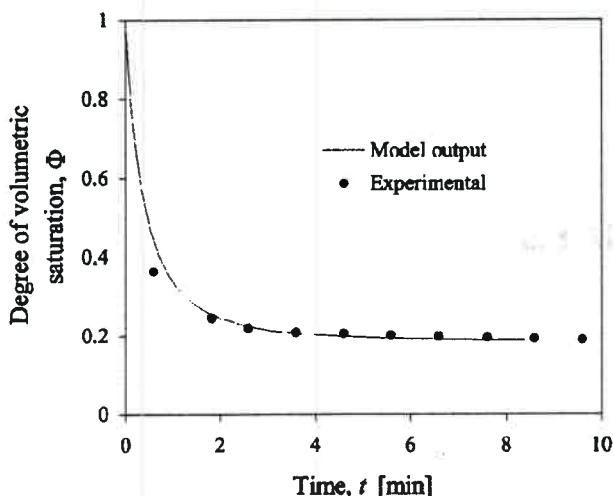


FIG. 4. Volumetric saturation Φ as a function of drainage time. Bed height: 0.20 m. Model parameters: ϵ = porosity = 0.65; σ = surface tension = $20.9 \cdot 10^{-3}$ N/m; k = bed permeability = $1.3 \cdot 10^{-6}$ m²; $\cos(\alpha)$ = 0.7, where α = solid-liquid contact angle.

traction efficiency on both immersion and percolation modes for shallow and deep beds. Values of these parameters obtained from experimental measurements and model computations were compared. Differences in extraction efficiency between immersion and percolation mode for two replicates of each experiment have been analyzed statistically with Student's *t*-test using a paired design (21). This analysis is shown in the Table 2. The results indicated that the immersion scheme was better (at 5% significance level) than percolation under the conditions of deep bed, but there was not a significant difference (at 5%) in the case of shallow bed. Since the model outputs showed a good agreement with the experimental values, the mathematical model developed in this study closely represented the complex phenomena taking place during the extraction process. If the right parameters are used, it is expected that this model can be used to analyze the extraction of solid particles other than flakes (for example, collets) under conditions different from the ones used in this study.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors wish to thank Bunge-Ceval and Tanoni Hnos, who provided the samples and solvent used in the experiments. They also wish to thank the University of Rio Cuarto, Texas A&M University, and CONICET for their financial assistance to this work.

REFERENCES

- Lajara, J., Solvent Extraction of Oil from Oilseeds: The Real Basics, in *Proceedings of the World Conference on Edible Fats and Oils Processing*, AOCS Press, Champaign, 1989, pp. 49–55.
- Christensen, P., Solvent Extraction: Recent Developments, *J. Am. Oil Chem. Soc.* 60:166–167 (1983).
- Prabhudesai, R., Leaching, in *Handbook of Separation Techniques for Chemical Engineers*, edited by P. Schweitzer, McGraw-Hill, New York, 1997, pp. 5.3–5.31.

TABLE 2
ANOVA on the Experimental Results

Experiments	Differences in %EE (immersion-percolation)	Significance testing ^a at 5% level
Deep bed—Test 1	8.96	Significant
Deep bed—Test 2	8.53	
Shallow bed—Test 1	6.49	Not significant
Shallow bed—Test 2	0.07	

^aPaired comparison design using *t*-distribution.

- Pavlik, R., and T. Kemper, Benefits in Utilizing the Extruder, *inform* 3:201–204 (1990).
- Kemper, T., Extraction Principles and Extractor Design, in *Technology and Solvents for Extracting Oilseeds and Nonpetroleum Oils*, edited by P. Wan and P. Wakelyn, AOCS Press, Champaign, 1997, pp. 137–141.
- Rice, R., Approximate Solutions for Batch, Packed Tube and Radial Flow Adsorbers, *Chem. Eng. Sci.* 37: 83–91 (1982).
- Crank, J., *The Mathematical of Diffusion*, Oxford University Press, London, 1970, pp. 52–91.
- Desai, M., and H. Schwartzberg, Mathematical Modeling of Leaching Processes, in *Food Processing Systems*, edited by P. Linko, Y. Malkki, J. Olkku, and J. Larnikari, Applied Science Press, London, 1980, pp. 86–91.
- Flores de Hoyos, S., and H. Schwartzberg, Modeling of Countercurrent, Crossflow, Solid-Liquid Extractors and Experimental Verification, in *Food Engineering and Process Application*, edited by L. Maguer and J. Jelen, Elsevier Applied Science, Essex, 1987, pp. 413–421.
- Majumdar, G., A. Samanta, and S. Sengupta, Modeling Solvent Extraction of Vegetable Oil in a Packed Bed, *J. Am. Oil Chem. Soc.* 72:971–974 (1995).
- Pramparo, M., M. Martinello, and M. Mattea, Design and Simulation of a Continuous Extractor, in *Proceeding of 1er. Congreso de Ingeniería de Procesos del Mercosur*, edited by Sapienza Impresiones, Bahia Blanca, 1997, pp. 127–128.
- Karnofsky, G., Design of Oilseed Extractors, *J. Am. Oil Chem. Soc.* 63:1011–1014 (1986).
- Zeitsch, K., Centrifugal Filtration, in *Solid-Liquid Separation*, edited by L. Svarovsky, Butterworth, London, 1990, pp. 476–532.
- Constantinides, A., and N. Mostoufi, *Numerical Methods for Chemical Engineers with MatLab Applications*, Prentice Hall, Upper Saddle River, New Jersey, 1999.
- Reid, R., J. Prausnitz, and B. Poling, *The Properties of Gases and Liquids*, 4th edn., Mc Graw-Hill, New York, 1987, pp. 388–656.
- Adamson, A., *Physical Chemistry of Surfaces*, 4th edn., John Wiley & Sons, New York, 1982, pp. 4–49.
- Sherwood, T., R. Pigford, and C. Wilke, *Mass Transfer*, McGraw-Hill, New York, 1975, pp. 9–157.
- Kärger, J., and Y. Ruthven, *Diffusion in Zeolites and other Microporous Solids*, John Wiley & Sons, New York, 1992, pp. 232–245.
- American Oil Chemists' Society, *Official and Recommended Practices of the American Oil Chemists' Society*, 4th edn., AOCS Press, Champaign, 1994.
- Lozano, J., E. Rotstein, and M. Urbicain, Total Porosity and Open-pore Porosity in the Drying of Fruits, *J. Food Sci.* 45:1403–1407 (1980).
- Montgomery, D., *Design and Analysis of Experiments*, 3rd edn., John Wiley & Sons, New York, 1991, pp. 38–42.

[Received December 10, 2001; accepted June 15, 2002]



U.N.R.C.
Biblioteca Central



59942

59942

