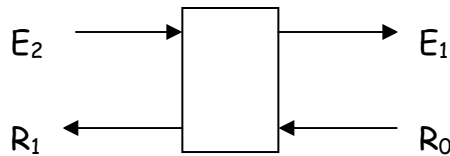


# Estrazione solido-liquido

## Metodo grafico di calcolo

### 1 - Gradi di libertà

Il numero di gradi di libertà dell'operazione di estrazione solido-liquido può essere ricavato facilmente dall'analisi delle variabili in gioco e delle relazioni esistenti tra esse.



#### A) Singolo stadio

Facendo riferimento ad un singolo stadio di estrazione, abbiamo 4 correnti cui corrispondono 4 portate e 4·2 composizioni (il sistema è ternario, costituito cioè da 3 sostanze: soluto A, solido inerte B, solvente C, per cui la composizione di ciascuna corrente è definita da 2 parametri) per un totale di 12 variabili.

Per determinare tali incognite sono utilizzabili:

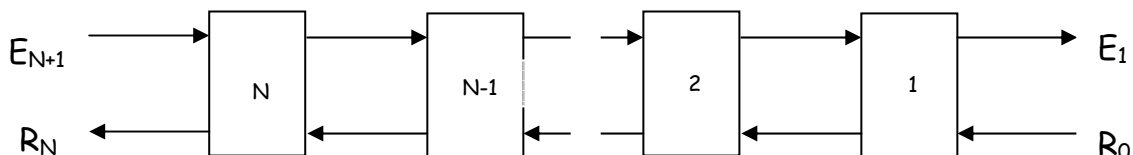
- 1) 3 equazioni, corrispondenti ai 3 bilanci di materia (uno per ciascun componente);
- 2) 1 relazione tra le composizioni del raffinato e dell'estratto,  $R_1$  ed  $E_1$ , che impone la condizione che il raffinato uscente trattenga con sé una soluzione avente la *stessa composizione* dell'estratto uscente;
- 3) 1 relazione tra le composizioni del solvente e del soluto presenti nel raffinato, relazione (ottenibile per via analitica o per via sperimentale) che impone che il raffinato uscente trattenga una quantità *ben determinata* di liquido.

Il numero di gradi di libertà dell'operazione sarà pari pertanto a:

$$n^\circ \text{ gradi di libertà} = n^\circ \text{ incognite} - n^\circ \text{ equazioni} = 12 - 5 = 7$$

Essi normalmente vengono saturati fissando portate e composizioni del raffinato  $R_0$  e dell'estratto  $E_2$  entranti e definendo la composizione  $z_{E1}$  dell'inerte B contenuto nell'estratto uscente (in genere posta uguale a 0), per complessive  $2 + 2 \cdot 2 + 1 = 7$  variabili.

Il problema a questo punto risulta completamente definito ed ammette una soluzione univoca.



#### B) Stadi multipli

Nelle operazioni di estrazione a più stadi, il numero di gradi di libertà si ottiene sommando quelli relativi ai singoli stadi, più 1 grado di libertà relativo alla scelta da parte del progettista del *numero* di stadi, e sottraendo da questa somma le relazioni

di uguaglianza di portate e composizioni delle correnti che connettono tra loro gli stadi stessi.

Avremo pertanto:

$$\text{n}^\circ \text{ variabili} = 7 \text{ (gdl di un singolo stadio)} \cdot N \text{ (n}^\circ \text{ di stadi)} + 1 \text{ (scelta n}^\circ \text{ di stadi)} = 7 \cdot N + 1$$

$$\text{n}^\circ \text{ equazioni} = 2 \cdot (N-1) \text{ (n}^\circ \text{ correnti tra gli stadi)} \cdot 3 \text{ (n}^\circ \text{ equazioni di uguaglianza)} = 6 \cdot (N-1)$$

$$\text{n}^\circ \text{ gradi di libert\`a} = 7 \cdot N + 1 - 6 \cdot (N-1) = N + 7$$

I primi  $N$  gradi di libert\`a sono saturati imponendo che l'estratto uscente da ogni stadio non contenga il solido  $B$ , ossia che  $z_{Ei} = 0$  per  $i=1..N$ .

Altri 6 gradi di libert\`a sono utilizzati specificando portate e composizioni del raffinato entrante nel I° stadio  $R_0$  e dell'estratto entrante nell'  $N$ -esimo stadio  $E_{N+1}$

L'ultimo grado di libert\`a pu\`o essere saturato sostanzialmente in due modi:

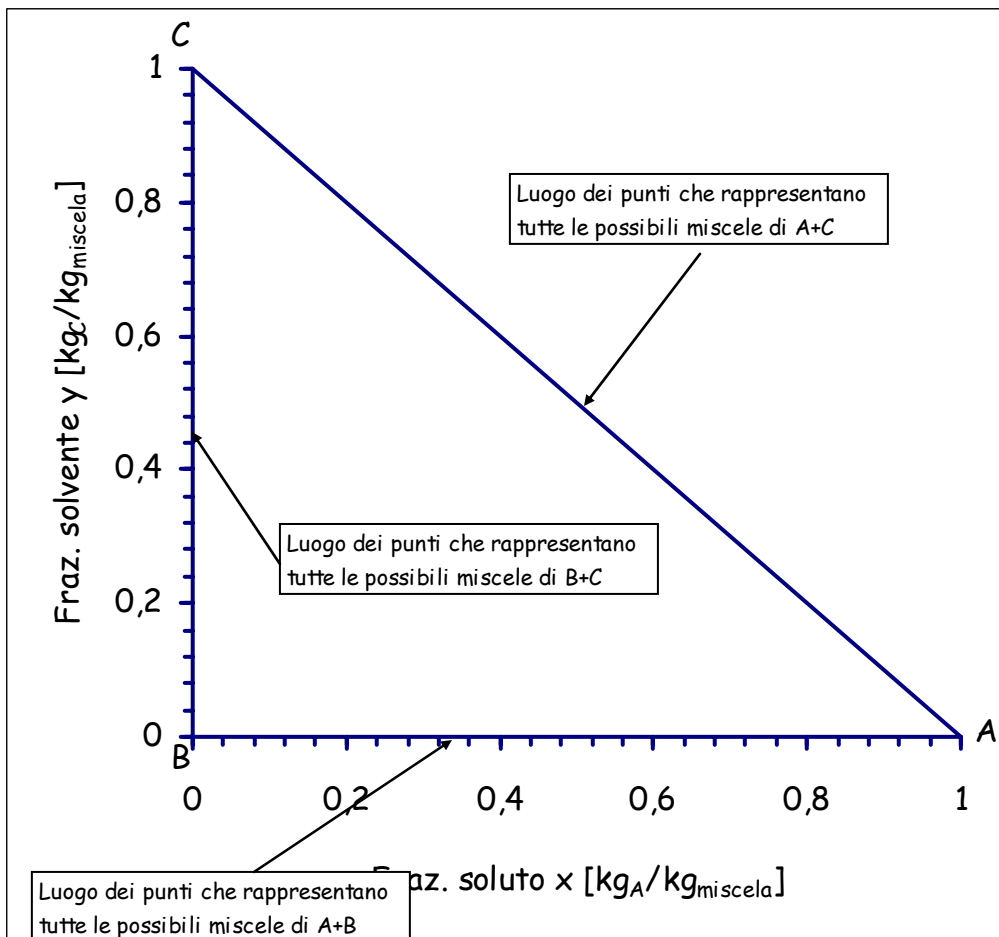
- 1) imponendo che l'operazione si svolga in **un numero  $N$  di stadi** e ricavando quindi le portate e le composizioni delle correnti uscenti dall'estrattore  $R_N$  ed  $E_1$ ;
- 2) imponendo **la resa del processo**, e quindi la composizione del raffinato uscente  $R_N$ , e ricavando poi portata e composizione dell'estratto  $E_1$  nonch\`e il numero di stadi necessari per ottenere la resa voluta.

## 2 - Diagrammi ternari

Lo studio dei processi di estrazione può essere effettuato indifferentemente attraverso la risoluzione analitica delle equazioni di bilancio di materia e di equilibrio oppure mediante procedimenti grafici.

In quest'ultimo caso si fa uso di diagrammi cosiddetti ternari nei quali è possibile visualizzare la composizione di miscele a tre componenti. Tali diagrammi hanno la forma di triangolo, equilatero o più frequentemente rettangolo isoscele, i cui vertici e i cui lati rappresentano rispettivamente ciascuno dei tre componenti puri e tutte le possibili miscele binarie dei componenti relativi ai due vertici connessi.

Nel seguito indicheremo con le lettere A, B e C rispettivamente il soluto (componente da estrarre), il solido inerte (il componente insolubile) ed il solvente, mentre con i simboli x, y e z si farà riferimento alle corrispondenti concentrazioni (esprese come frazioni in massa).



Tutti i punti interni al diagramma rappresentano miscele ternarie la cui composizione si ottiene proiettando il punto in questione sui due cateti. Si noti tuttavia che con questo tipo di diagramma è possibile specificare solo le concentrazioni di solvente e di soluto presenti nella miscela, la concentrazione del solido inerte si ricaverà come complemento ad 1 della somma delle precedenti due:

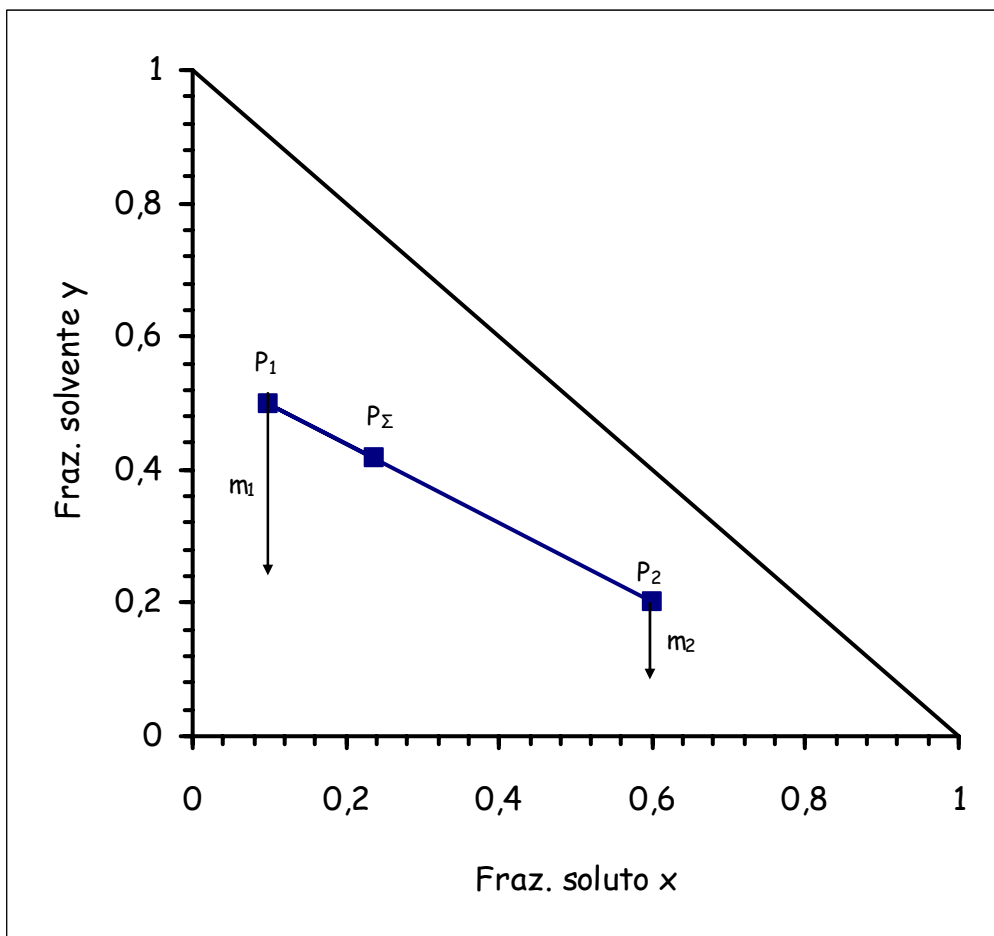
$$z = 1 - x - y$$

### 3 - Il punto somma $\Sigma$

E' facile verificare adesso che, se  $P_1$  e  $P_2$  sono i punti rappresentativi di due miscele, 1 e 2, la somma  $\Sigma$  di queste (ottenuta mescolando le miscele stesse) è rappresentata sul diagramma da un punto  $P_\Sigma$  che si trova sul segmento congiungente i punti  $P_1$  e  $P_2$ , all'interno di questo e ad una distanza dai vertici  $P_1$  e  $P_2$  tale che:

$$\frac{\overline{P_\Sigma P_1}}{\overline{P_2 P_1}} = \frac{m_2}{m_\Sigma} \quad \frac{\overline{P_\Sigma P_2}}{\overline{P_2 P_1}} = \frac{m_1}{m_\Sigma} \quad (\text{regola della leva})$$

dove le quantità  $\overline{P_\Sigma P_1}$ ,  $\overline{P_\Sigma P_2}$ ,  $\overline{P_2 P_1}$  rappresentano le lunghezze dei corrispondenti segmenti misurati sul diagramma, mentre  $m_1$ ,  $m_2$  e  $m_\Sigma$  sono le masse delle miscele in questione.



Infatti da i bilanci di materia avremo:

$$m_\Sigma = m_1 + m_2$$

$$m_\Sigma \cdot x_\Sigma = m_1 \cdot x_1 + m_2 \cdot x_2$$

$$m_\Sigma \cdot y_\Sigma = m_1 \cdot y_1 + m_2 \cdot y_2$$

ossia, sostituendo la prima equazione nelle altre due:

$$m_\Sigma \cdot x_\Sigma = (m_\Sigma - m_2) \cdot x_1 + m_2 \cdot x_2$$

$$m_\Sigma \cdot y_\Sigma = (m_\Sigma - m_2) \cdot y_1 + m_2 \cdot y_2$$

ovvero:

$$m_{\Sigma} \cdot (x_{\Sigma} - x_1) = m_2 \cdot (x_2 - x_1) \quad (*)$$

$$m_{\Sigma} \cdot (y_{\Sigma} - y_1) = m_2 \cdot (y_2 - y_1) \quad (**)$$

e, dividendo membro a membro:

$$\frac{x_{\Sigma} - x_1}{y_{\Sigma} - y_1} = \frac{x_2 - x_1}{y_2 - y_1}$$

Ma il primo termine della eguaglianza rappresenta l'inverso del coefficiente angolare del segmento  $P_{\Sigma}P_1$  mentre il secondo membro è l'inverso del coefficiente angolare del segmento  $P_1P_2$ . Pertanto risulta dimostrata l'asserzione che  $\Sigma$  giace sulla congiungente  $P_1P_2$ .

Sempre dalle uguaglianze (\*) e (\*\*), elevando al quadrato e sommando membro a membro:

$$m_{\Sigma}^2 \cdot [(x_{\Sigma} - x_1)^2 + (y_{\Sigma} - y_1)^2] = m_2^2 \cdot [(x_2 - x_1)^2 + (y_2 - y_1)^2]$$

ossia:

$$m_{\Sigma}^2 \cdot \overline{P_{\Sigma}P_1}^2 = m_2^2 \cdot \overline{P_2P_1}^2$$

da cui:

$$\frac{\overline{P_{\Sigma}P_1}}{\overline{P_2P_1}} = \frac{m_2}{m_{\Sigma}}$$

come volevasi dimostrare.

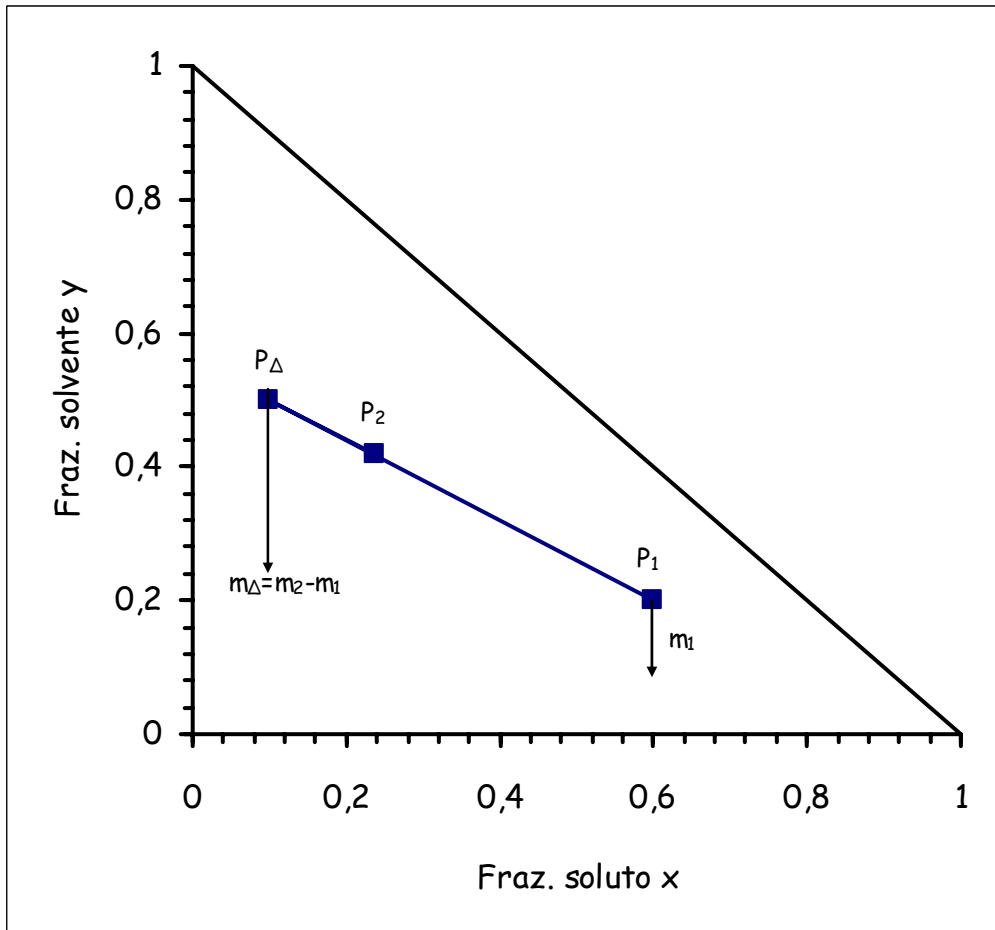
#### 4 - Il punto differenza $\Delta$

Analogamente a quanto detto per la somma di due miscele, supponiamo adesso di "sottrarre", ossia di separare, una miscela 1 da una miscela iniziale 2 per ottenere una terza miscela  $\Delta$ . L'operazione di sottrazione in realtà, a differenza dell'operazione di addizione vista in precedenza, non sempre ha un significato fisico preciso, potendo risultare addirittura impossibile se le due miscele 1 e 2 che si desidera separare *non* sono formate da fasi diverse. Tuttavia l'utilità di considerare, anche solo da un punto di vista ipotetico, questa operazione risulterà ben presto evidente.

Anche in questo caso è facile verificare che, se  $P_1$  e  $P_2$  sono i punti rappresentativi delle due miscele 1 e 2, la differenza  $\Delta$  di queste è rappresentata sul diagramma da un punto  $P_\Delta$  che si trova sul segmento congiungente i punti  $P_1$  e  $P_2$ , all'esterno di questo, dalla parte opposta di  $P_1$  rispetto a  $P_2$  se la miscela 1 è sottratta da 2 (oppure dalla parte opposta di  $P_2$  rispetto a  $P_1$ , se è la miscela 2 ad essere sottratta da 1) e ad una distanza dai vertici  $P_1$  e  $P_2$  tale che:

$$\frac{\overline{P_\Delta P_1}}{\overline{P_2 P_1}} = \frac{m_2}{m_\Delta} \quad \frac{\overline{P_\Delta P_2}}{\overline{P_2 P_1}} = \frac{m_1}{m_\Delta} \quad (\text{regola della leva})$$

dove le quantità  $\overline{P_\Delta P_1}$ ,  $\overline{P_\Delta P_2}$ ,  $\overline{P_2 P_1}$  rappresentano le lunghezze dei corrispondenti segmenti misurati sul diagramma, mentre  $m_1$ ,  $m_2$  e  $m_\Delta$  sono le masse delle miscele in questione.



Infatti da i bilanci di materia avremo:

$$m_{\Delta} = m_2 - m_1$$

$$m_{\Delta} \cdot x_{\Delta} = m_2 \cdot x_2 - m_1 \cdot x_1$$

$$m_{\Delta} \cdot y_{\Delta} = m_2 \cdot y_2 - m_1 \cdot y_1$$

ossia, sostituendo la prima uguaglianza nelle altre due:

$$m_{\Delta} \cdot x_{\Delta} = m_2 \cdot x_2 - (m_2 - m_{\Delta}) \cdot x_1$$

$$m_{\Delta} \cdot y_{\Delta} = m_2 \cdot y_2 - (m_2 - m_{\Delta}) \cdot y_1$$

ovvero

$$m_{\Delta} \cdot (x_{\Delta} - x_1) = m_2 \cdot (x_2 - x_1) \quad (*)$$

$$m_{\Delta} \cdot (y_{\Delta} - y_1) = m_2 \cdot (y_2 - y_1) \quad (**)$$

e dividendo membro a membro:

$$\frac{x_{\Delta} - x_1}{y_{\Delta} - y_1} = \frac{x_2 - x_1}{y_2 - y_1}$$

Ma il primo termine della eguaglianza rappresenta l'inverso del coefficiente angolare del segmento  $P_{\Delta}P_1$  mentre il secondo membro è l'inverso del coefficiente angolare del segmento  $P_1P_2$ . Pertanto risulta dimostrata l'asserzione che  $\Delta$  giace sulla congiungente  $P_1P_2$ .

Sempre dalle uguaglianze (\*) e (\*\*), elevando al quadrato e sommando membro a membro:

$$m_{\Delta}^2 \cdot [(x_{\Delta} - x_1)^2 + (y_{\Delta} - y_1)^2] = m_2^2 \cdot [(x_2 - x_1)^2 + (y_2 - y_1)^2]$$

ossia:

$$m_{\Delta}^2 \cdot \overline{P_{\Delta}P_1}^2 = m_2^2 \cdot \overline{P_2P_1}^2$$

da cui:

$$\frac{\overline{P_{\Delta}P_1}}{\overline{P_2P_1}} = \frac{m_2}{m_{\Delta}}$$

e, poiché  $m_2 > m_{\Delta}$ , il punto  $P_{\Delta}$  si trova all'esterno del segmento  $P_1P_2$ , dalla stessa parte di  $P_2$  rispetto a  $P_1$  (per l'uguaglianza dei coefficienti angolari dei segmenti  $P_1P_2$  e  $P_1P_{\Delta}$  aventi entrambi origine in  $P_1$ ).

## 5 - La curva del raffinato

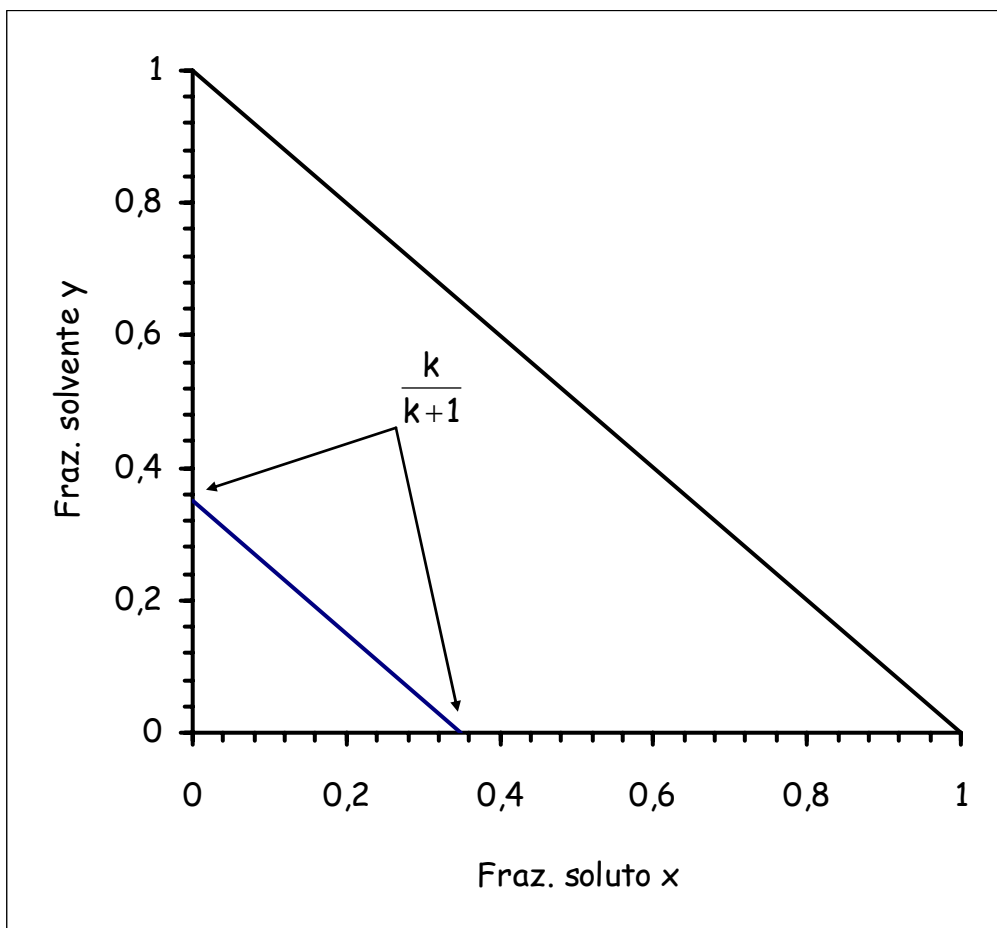
La fase raffinata R uscente da uno stadio di estrazione non è mai costituita solo da solido inerte puro B poiché quest'ultimo, avendo in genere una struttura porosa, trattiene al suo interno, come una spugna, una certa quantità della soluzione (miscela di soluto A + solvente C) che costituisce la fase liquida all'esterno del solido, ossia la fase estratta E.

La quantità di estratto trattenuto per unità di peso di solido inerte, determina, insieme alla composizione di detta fase estratta, la composizione della fase raffinata.

Sono in pratica possibili 3 casi:

- 1) la fase raffinata trattiene una quantità sempre *costante di estratto*;
- 2) la fase raffinata trattiene una quantità sempre *costante di solvente*;
- 3) la fase raffinata trattiene una quantità di *estratto variabile* a seconda della composizione di questo.

Nel **primo** caso, indicando con k la quantità (costante) di estratto trattenuto dal raffinato (espressa come kg di estratto (miscela A+C) contenuti in 1 kg di solido inerte B) avremo che:



$$x_R + y_R + z_R = 1$$

$$x_R + y_R + \frac{m_B}{m_A + m_C + m_B} = 1$$

$$\frac{m_A + m_C + m_B}{m_B} = \frac{1}{1 - x_R - y_R}$$



$$\frac{m_A + m_C}{m_B} + 1 = \frac{1}{1 - x_R - y_R}$$

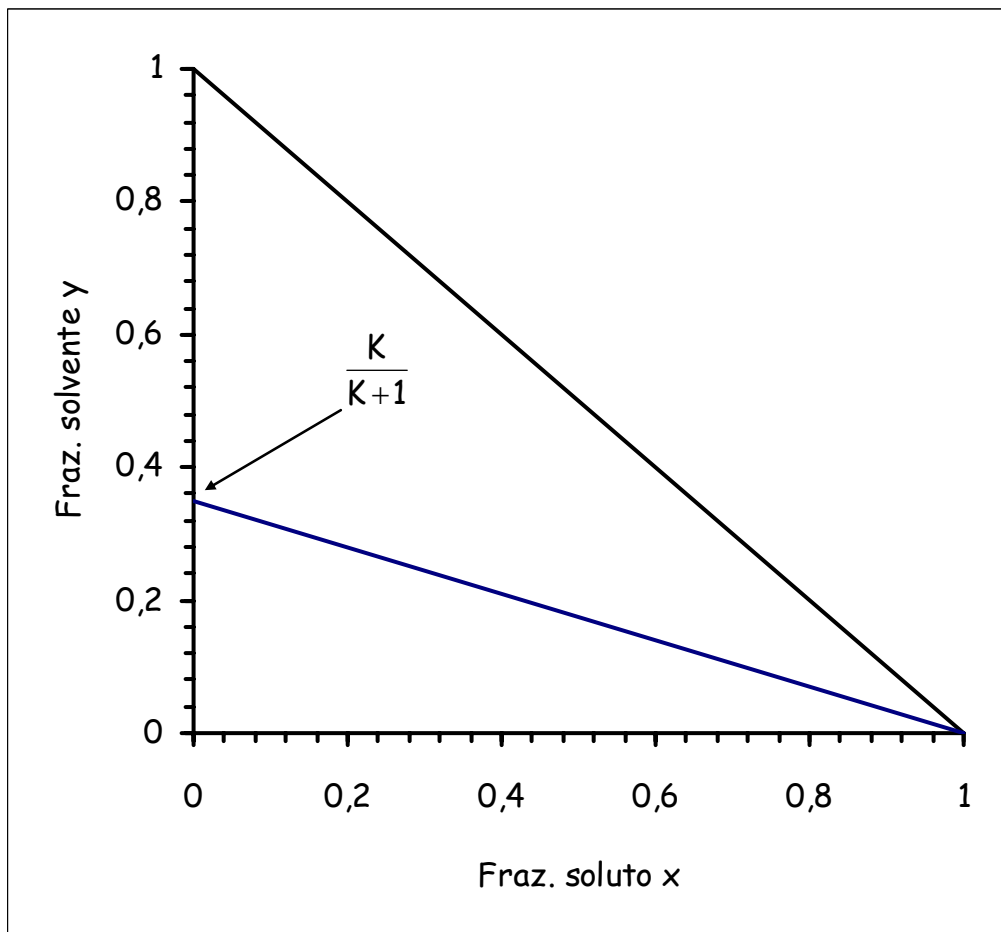
$$k + 1 = \frac{1}{1 - x_R - y_R}$$

$$\frac{1}{k + 1} = 1 - x_R - y_R$$

$$y_R = 1 - x_R - \frac{1}{k + 1} = -x_R + \frac{k}{k + 1} \quad (*)$$

la (\*) è l'equazione di una retta, di coefficiente angolare -1 (quindi parallela all'ipotenusa del triangolo rettangolo del diagramma ternario) che interseca l'asse delle y nel punto di ordinata  $k/k+1$ .

Nel **secondo** caso, indicando con K la quantità (costante) di solvente trattenuta dal raffinato (espressa come kg di solvente C contenuti in 1 kg di solido inerte B), avremo che:



$$x_R + y_R + z_R = 1$$

$$x_R + y_R + \frac{m_B}{m_A + m_C + m_B} = 1$$

$$\frac{m_A + m_C + m_B}{m_B} = \frac{1}{1 - x_R - y_R}$$

$$\frac{m_A}{m_B} + K + 1 = \frac{1}{1 - x_R - y_R}$$

$$\frac{m_R}{m_B} + K + 1 = \frac{1}{1 - x_R - y_R}$$

$$\frac{x_R}{z_R} + K + 1 = \frac{1}{1 - x_R - y_R}$$

$$\frac{x_R}{1 - x_R - y_R} + K + 1 = \frac{1}{1 - x_R - y_R}$$

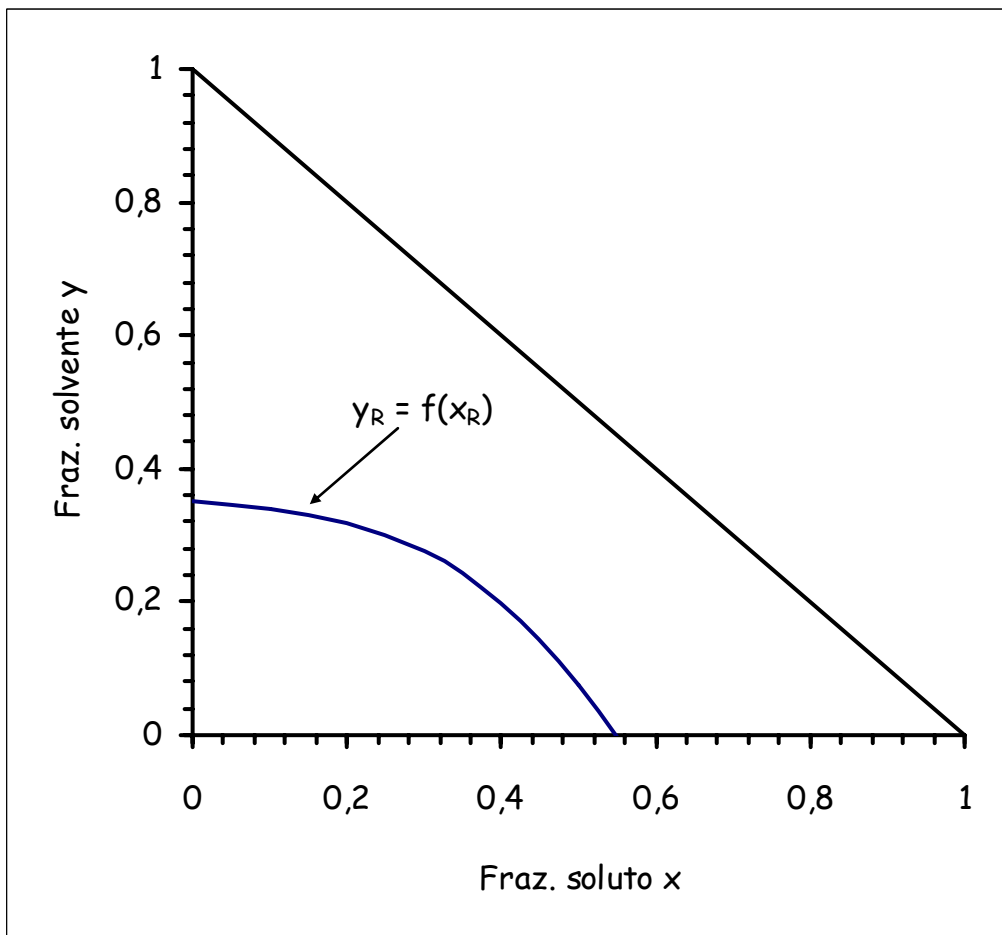
$$x_R + (K + 1) \cdot (1 - x_R - y_R) = 1$$

$$\frac{x_R}{(K + 1)} + (1 - x_R - y_R) = \frac{1}{(K + 1)}$$

$$y_R = x_R \cdot \left( \frac{1}{K + 1} - 1 \right) + 1 - \frac{1}{K + 1}$$

$$y_R = x_R \cdot \left( -\frac{K}{K + 1} \right) + \frac{K}{K + 1} = \frac{K}{K + 1} \cdot (1 - x_R) \quad (**)$$

la (\*\*\*) è l'equazione di una retta che interseca l'asse delle y nel punto di ordinata  $K/(K+1)$  e quello delle x nel punto di ascissa  $x_R = 1$ .

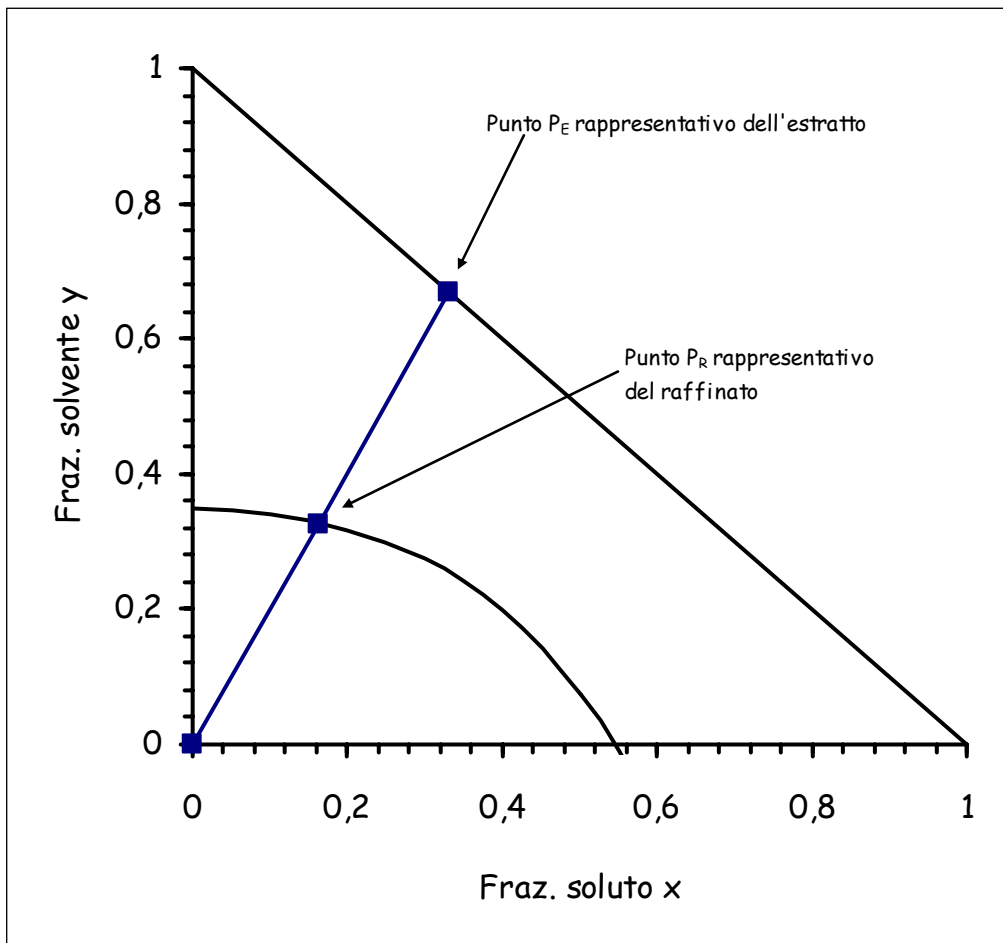


Nel **terzo** ed ultimo caso non è possibile ricavare una relazione analitica tra le composizioni  $y_R$  e  $x_R$ , la relazione in questione può essere determinata solo per via sperimentale e la sua rappresentazione grafica sarà quella di una linea curva.

In conclusione, la curva del raffinato è una linea del diagramma ternario che rappresenta *il luogo dei punti di tutte le possibili composizioni della fase raffinata uscente da uno stadio di estrazione per il sistema ternario in questione.*

Essa è ottenuta imponendo che il raffinato uscente *trattenga una quantità fissa o variabile ma comunque sempre ben determinata di estratto.*

Il punto rappresentativo  $P_R$  del raffinato effettivamente uscente da uno stadio di estrazione si ottiene semplicemente unendo l'origine degli assi (che rappresenta il solido inerte B puro) con il punto corrispondente all'estratto E uscente dal medesimo stadio. Il raffinato R, essendo dato dall'insieme, ossia dalla somma, di inerte B ed estratto E, si troverà sull'intersezione della congiungente i punti  $P_B$  e  $P_E$  con la curva del raffinato.

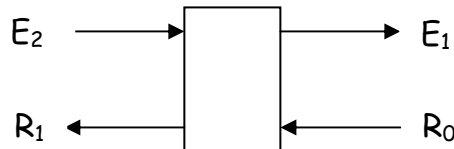


## 6 - Il calcolo

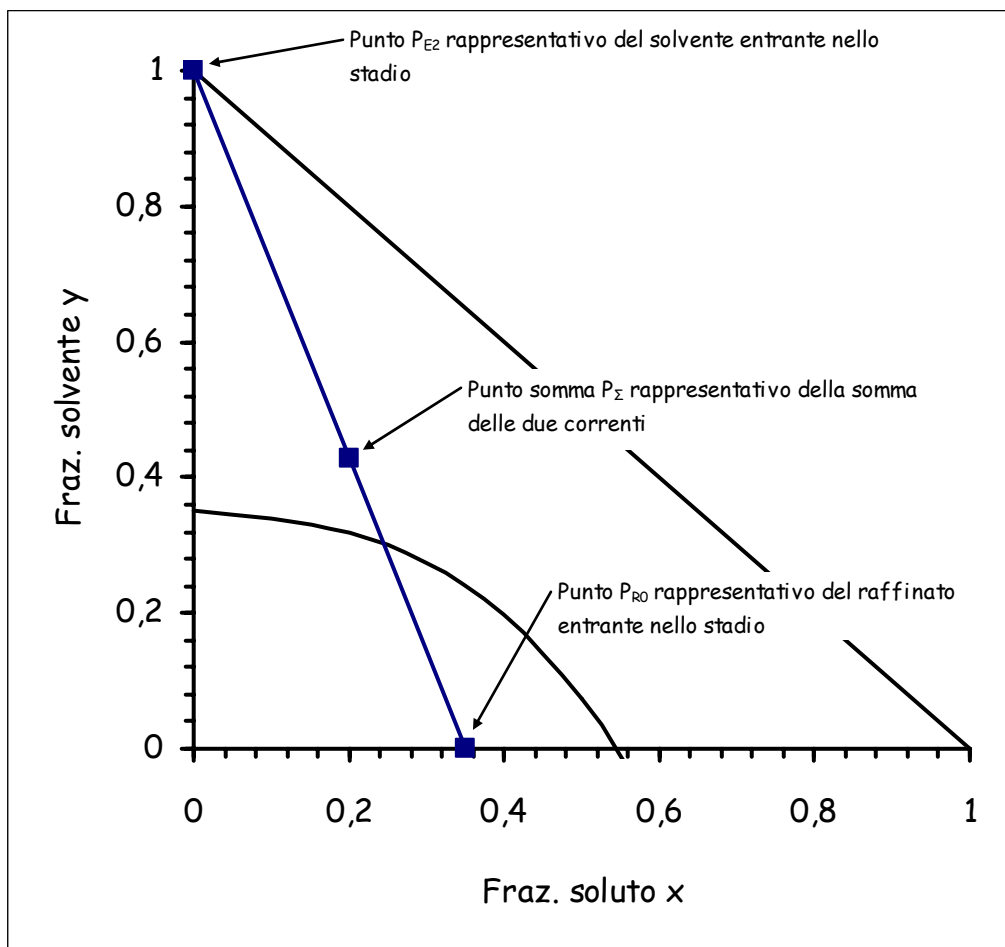
Come già accennato nel primo paragrafo, il calcolo di un sistema di estrazione solido-liquido può essere orientato alla determinazione di:

- 1) composizione e portata delle fasi raffinata ed estratta uscenti (e quindi della resa del processo) da una batteria di estrazione formata da N stadi;
- 2) numero N di stadi necessari all'ottenimento di una determinata resa di estrazione.

*Caso 1 - singolo stadio*

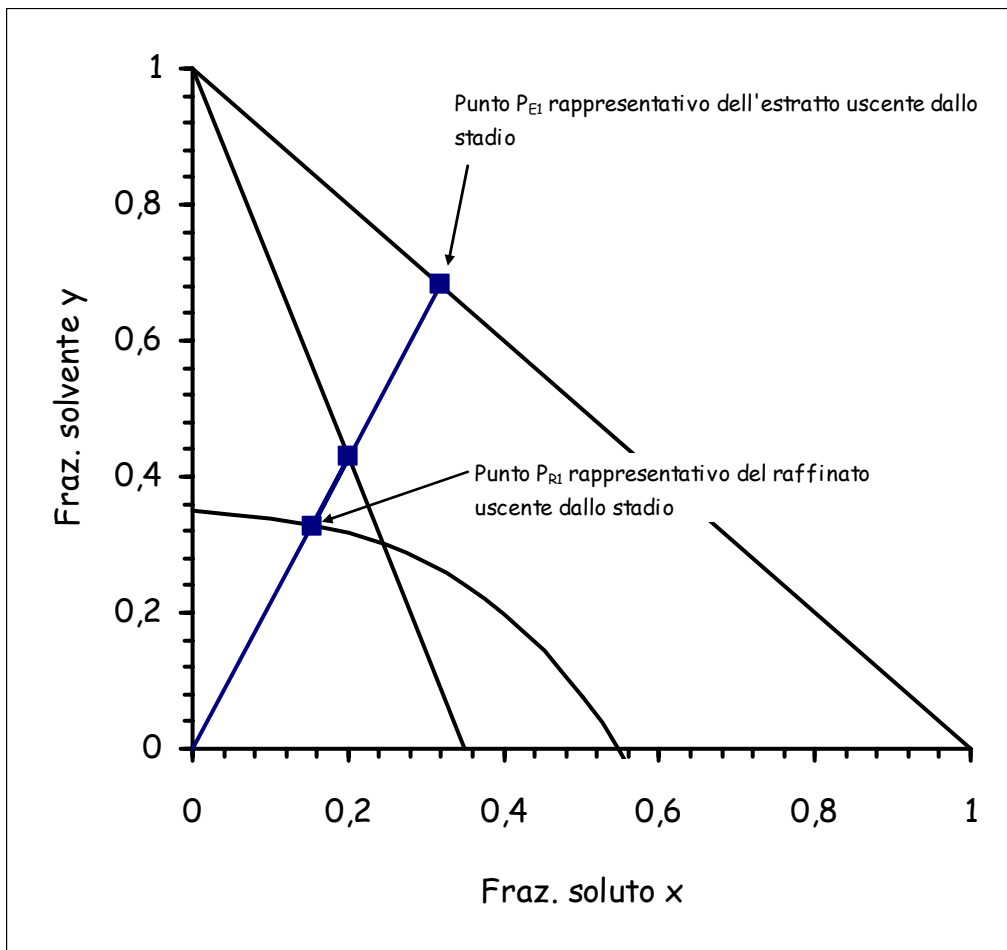


Essendo note le portate e le composizioni del raffinato  $R_0$  e dell'estratto  $E_2$  entranti nello stadio, sarà possibile posizionare i punti rappresentativi di queste correnti,  $P_{R_0}$  e  $P_{E_2}$ , sul diagramma ternario e calcolare, con il metodo visto nel 3° paragrafo, la posizione del punto somma  $P_\Sigma$ :

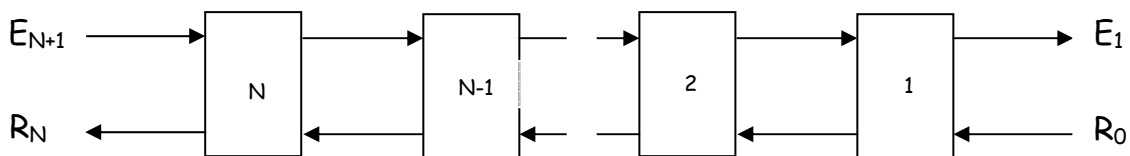


La posizione dei punti corrispondenti alle correnti  $E_1$  ed  $R_1$  (estratto e raffinato uscenti dallo stadio) può quindi essere determinata ricordando che, in base al bilancio globale di materia:  $E_2 + R_0 = E_1 + R_1$ , dette correnti hanno lo stesso punto somma  $P_\Sigma$  e che il raffinato  $R_1$ , il cui punto rappresentativo  $P_{R_1}$  giace sulla curva del raffinato, è

costituito dalla somma di solido inerte puro B ed estratto  $E_1$ , per cui i punti  $P_{R1}$  e  $P_{E1}$  saranno determinati congiungendo l'origine degli assi (che rappresenta l'inerte B puro) con il punto  $P_{\Sigma}$  e prolungando sull'ipotenusa:



*Caso 2 - stadi multipli*



Anche in questo caso, essendo note le portate e le composizioni di  $R_0$  ed  $E_{N+1}$ , sarà possibile posizionare sul diagramma i punti rappresentativi di queste correnti ed il corrispondente punto somma  $P_{\Sigma}$ . D'altra parte supponendo nota anche la resa di estrazione, ossia la percentuale di soluto iniziale che deve essere recuperata, sarà possibile posizionare (sempre sulla curva del raffinato) il punto  $P_{RN}$  rappresentativo dell'estratto uscente dal processo.

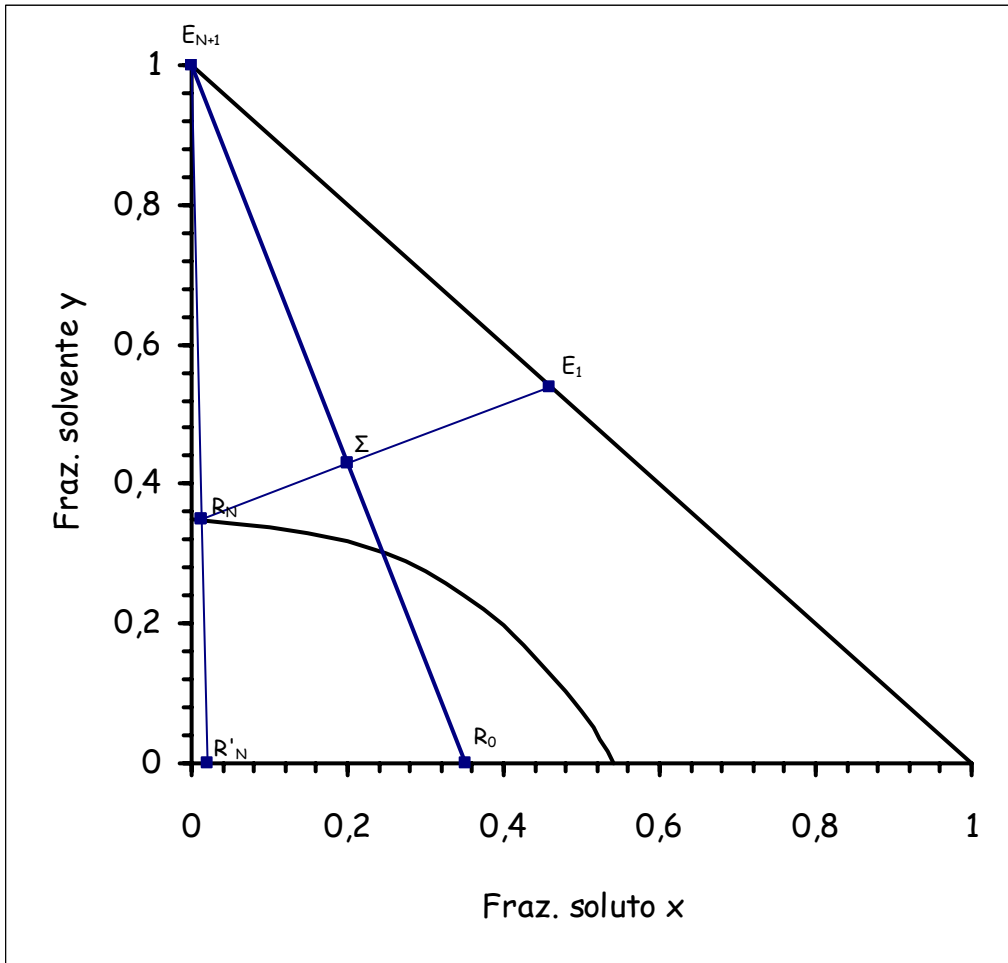
Infatti, chiamando  $r$  la resa percentuale di estrazione, avremo:

$$m_{RNB} = R_0 \cdot (1 - x_{R0}) \quad (\text{massa di inerte B nella corrente } R_N \text{ di raffinato uscente})$$

$$m_{RNA} = R_0 \cdot x_{R0} \cdot (1 - r/100) \quad (\text{massa di soluto A nella corrente } R_N)$$

$$x'_{RN} = m_{RNA} / (m_{RNA} + m_{RNB}) \quad (\text{concentrazione di A in } R_N, \text{ al netto del solvente})$$

per cui è possibile posizionare sul diagramma il punto  $P_{R'N}$  rappresentativo del raffinato  $R'_N$  uscente, privo di solvente. Il punto  $P_{RN}$ , del raffinato effettivo uscente, si otterrà, sulla curva del raffinato, congiungendo il vertice del diagramma  $P_{EN+1}$  (che rappresenta il solvente  $C$  puro) con il punto  $P_{R'N}$ . Il punto  $P_{E1}$  potrà quindi essere ricavato nel solito modo congiungendo  $P_{RN}$  con  $P_{\Sigma}$  e prolungando sulla ipotenusa:



Una volta posizionati sul diagramma i punti rappresentativi delle correnti entranti e uscenti dall'insieme degli stadi di estrazione ( $R_0, E_{N+1}, R_1, E_1$ ) è possibile passare alla seconda fase ossia quella del calcolo del numero  $N$  di stadi necessari.

A questo proposito scriviamo l'equazione di bilancio per i diversi stadi del processo:

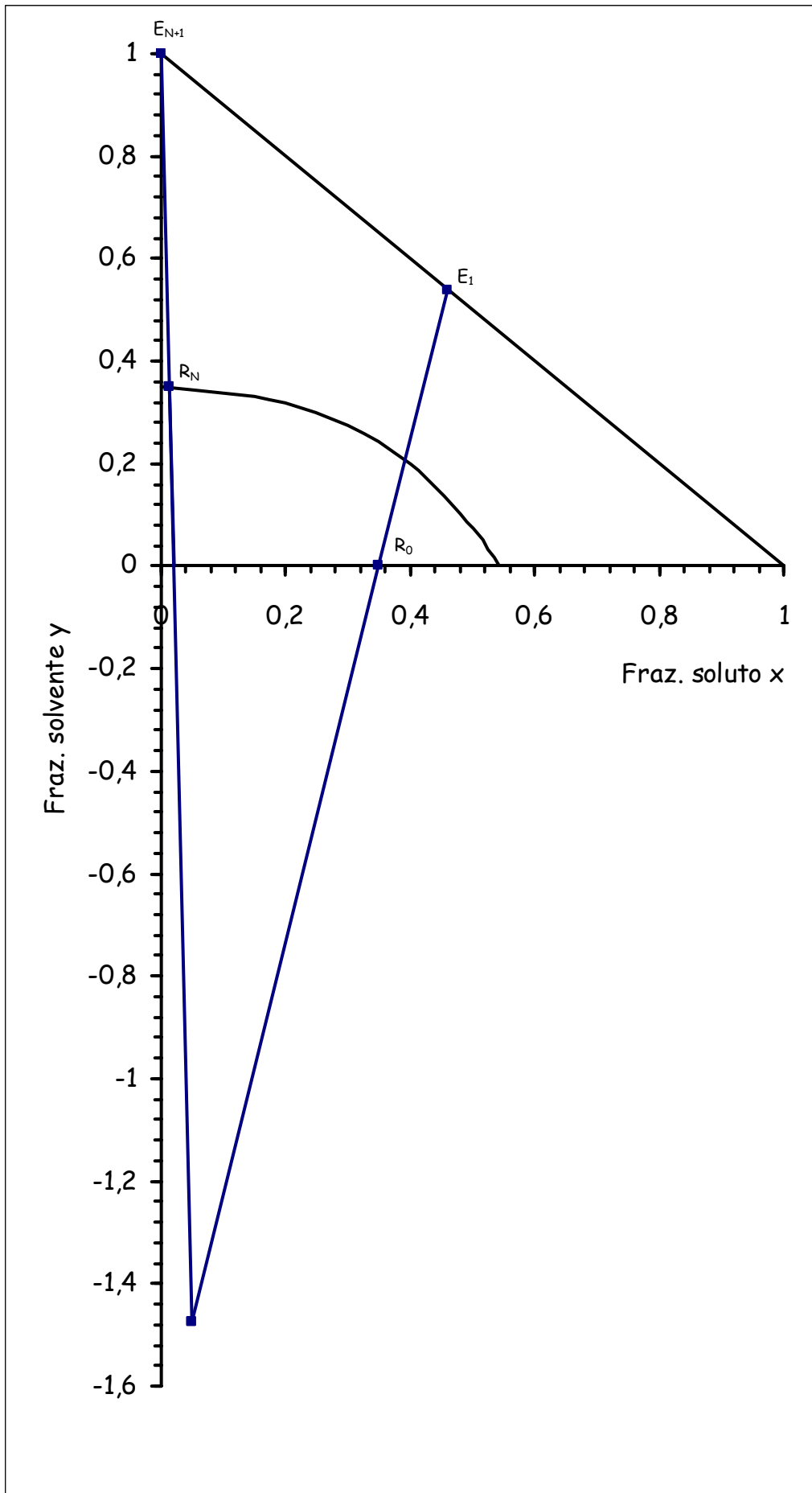
$$R_0 + E_2 = R_1 + E_1 \quad \rightarrow \quad R_0 - E_1 = R_1 - E_2 \quad (I^\circ \text{ stadio})$$

$$R_0 + E_3 = R_2 + E_1 \quad \rightarrow \quad R_0 - E_1 = R_2 - E_3 \quad (I^\circ + II^\circ \text{ stadio})$$

...

$$R_0 + E_{N+1} = R_N + E_1 \quad \rightarrow \quad R_0 - E_1 = R_N - E_{N+1} \quad (\text{tutti gli } N \text{ stadi})$$

Come si nota, le diverse correnti di estratto e di raffinato che si incrociano tra un generico stadio  $i$  e quello successivo  $i+1$  ( $R_i, E_{i+1}$ ) presentano tutte la stessa differenza  $\Delta = R_0 - E_1$ . Il punto  $P_{\Delta}$  rappresentativo di tale differenza può essere ottenuto sul diagramma dall'intersezione dei prolungamenti dei segmenti  $P_{R_0}P_{E_1}$  e  $P_{R_N}P_{E_{N+1}}$ :



Il calcolo a questo punto proseguirà congiungendo il punto  $P_{E1}$  con l'origine, determinando la posizione del punto  $P_{R1}$  sulla curva del raffinato, unendo poi  $P_{\Delta}$  con  $P_{R1}$  e prolungando sull'ipotenusa, determinando  $P_{E2}$  e così via.

La costruzione terminerà allorquando l'ultimo punto  $P_{Ri}$  determinato sulla curva del raffinato, si troverà in corrispondenza di una  $x_{Ri}$  uguale, o inferiore, a quella relativa al punto  $P_{RN}$  definito in precedenza in base al bilancio globale.



