

Tiempo de filtración del citrato de calcio y magnesio obtenido a partir de dolomita cubana

Filtration time for calcium cytrate and magnesium from the Cuban dolomite

Jorge Enrique Rodríguez Chanfrau^I, Orestes Darío López Hernández^{II}

^I Doctor en Ciencias Farmacéuticas. Investigador Auxiliar. Centro de Investigación y Desarrollo de Medicamentos. La Habana, Cuba.

^{II} Doctor en Ciencias Técnicas. Investigador Agregado. Centro de Investigación y Desarrollo de Medicamentos. La Habana, Cuba.

RESUMEN

El citrato de calcio y magnesio es una materia prima de calidad farmacéutica obtenida a partir de dolomitas cubanas, con la finalidad de ser empleada en la producción de formas terminadas para suplir calcio y magnesio en personas con deficiencias de estos minerales. Como parte de la optimización del proceso tecnológico de obtención, se estudió el tiempo de filtración con el objetivo de evaluar el comportamiento a escalas superiores. Para ello se realizó un estudio de desescalado para determinar las condiciones en la escala de banco, empleando como criterio de escalado mantener igual consumo de potencia por unidad de volumen. A través de la ecuación fundamental de la filtración, se determinó el tiempo de esta operación. El estudio de filtración dio como resultados que el valor de la resistencia del medio filtrante era $R_m = 6,08 \times 10^{10} \text{ m}^{-1}$ y la resistencia de la torta $\alpha = 1,239 \times 10^{10} \text{ m/kg}^{-1}$ a una diferencia de presión constante ($\Delta p = 9,99 \times 10^4 \text{ kg/m}\cdot\text{s}^2$). Mientras que el tiempo medio de filtración fue de 494,6 s ($8,24 \pm 3,0 \text{ min}$). En conclusión, los resultados mostraron que el tiempo de filtración es adecuado para el proceso tecnológico estudiado, y el estudio de escalado demostró la viabilidad del proceso de filtración.

Palabras clave: citrato de calcio y magnesio, filtración, tiempo de filtración, dolomita.

ABSTRACT

Calcium and magnesium citrate is a raw material of pharmaceutical quality obtained from Cuban dolomites to be used in those people with deficiency in these two minerals. As part of the technological process optimization, the filtering time was studied to evaluate the possible behaviour at higher scales. To this end, one scale-down study was made to determine the conditions at bench scale by keeping the same power consumption per volume unit. The fundamental filtering equation allowed determining the time for this operation. The results of this study showed that the resistance value of the filtering material was $R_m = 6.08 \cdot 10^{10} \text{ m}^{-1}$ and the resistance of the mass was $\alpha = 1.239 \cdot 10^{10} \text{ m} \cdot \text{kg}^{-1}$ at constant pressure ($\Delta p = 9.99 \times 10^4 \text{ kg/m} \cdot \text{s}^2$). The filtration time was 494.6 s ($8,24 \pm 3,0 \text{ min}$). The results showed that the filtration time was correct for the studied technological process and the scale up study demonstrated the feasibility of the filtration process.

Key words: calcium and magnesium citrate, filtration, filtration time, dolomite.

INTRODUCCIÓN

El citrato de calcio y magnesio es una materia prima de calidad farmacéutica obtenida a partir de dolomitas cubanas a través de un procedimiento establecido por Rodríguez y otros,¹ con el objetivo de ser empleada en la producción de formas terminadas para suplir calcio y magnesio en personas con deficiencias de estos minerales.

Durante el proceso de obtención de una materia prima, la filtración desempeña una función importante como parte de las operaciones básicas que se ejecutan. La misma es una operación en la cual se separan los sólidos finamente divididos de los fluidos en cuyo seno están suspendidos.²

La filtración a presión constante se realiza cuando la suspensión a filtrar forma una torta que es poco sensible a la presión, provocando durante el proceso que la presión se mantenga constante. Sin embargo, la velocidad de filtración va disminuyendo paulatinamente en el tiempo, pues a medida que el espesor de la torta crece, la resistencia a la filtración es mayor.²

Como parte de la optimización del proceso tecnológico de obtención del citrato de calcio y magnesio, se estudió el tiempo de filtración para evaluar el comportamiento a escalas superiores.

MÉTODOS

Para los estudios a escala de banco, se tuvieron en cuenta las condiciones de los equipos existentes en la planta piloto del Centro de Investigación y Desarrollo de Medicamentos (CIDEM) como: volumen del reactor de 100 L, diámetro del reactor de 0,5 m, altura de líquido de 25 cm, velocidad de agitación entre 110 y 260 rev/min, filtro vertical con un área de filtración de $0,2642 \text{ m}^2$ y una presión constante de $9,99 \times 10^4 \text{ kg/m} \cdot \text{s}^2$.

Se realizó un estudio de desescalado para determinar las condiciones a emplear a escala de banco (2 L), teniendo como criterio el consumo de potencia por unidad de volumen;^{3,4} se obtuvo como resultado que a la escala de interés los parámetros óptimos eran: velocidad de agitación de 400 r/min, tiempo de reacción 4 h y temperatura de reacción 55 ± 5 °C y un filtro con un área de filtración de $1,06 \times 10^{-2}$ m². Se empleó un embudo Buchner de porcelana y como medio filtrante lona (algodón XX, 2 mm) (Filtronic, Brasil). La presión constante se garantizó con una bomba (Edwards, Alemania), acoplada a un regulador de vacío.

Se elaboraron 6 lotes empleándose una proporción dolomita-ácido cítrico-agua desionizada (1:1,75:5), en un reactor de vidrio de 5 L de capacidad, provisto de un agitador de propela marina y un sistema de calentamiento.

Para la realización del estudio de filtración en el tiempo, se utilizó la ecuación fundamental de la filtración.⁵⁻⁸ Se midió el tiempo que demoraban en filtrar diferentes volúmenes (0,5; 1,0; 1,5 y 2,0 L) de la suspensión, construyéndose un gráfico que relaciona dt/dV con el volumen medio, y a partir de ella se calcularon los valores de R_m, α y por último el tiempo de filtración (t).

El lavado y secado del producto obtenido en cada uno de los lotes se realizó según lo establecido por *Rodríguez et al.*^{9,10}

Escala de banco

Una vez determinado el tiempo de filtración del proceso, se elaboraron 3 lotes empleando las condiciones tecnológicas antes mencionadas y evaluándose el tiempo de filtración, la velocidad de filtración, el volumen de la torta y la densidad de la torta.

Escala piloto

Se elaboraron 3 lotes de 50 L en la planta productora, empleándose para ello un reactor esmaltado de tipo tanque agitado de 100 L de capacidad, provisto de un agitador de propela marina, un sistema de calentamiento y un sistema de extracción de gases. Los parámetros tecnológicos fueron similares a los empleados en la escala de banco (temperatura de $55 \pm 0,5$ °C y tiempo de reacción de 4 h), excepto la velocidad de agitación que fue de 147 rev/min, valor que fue determinado previamente a partir de los cálculos de desescalado.

La filtración se realizó al vacío empleándose para ello un filtro vertical al vacío de 200 L de capacidad de fabricación italiana (área de filtración de 0,2642 m²). La presión se mantuvo constante en $9,99 \times 10^4$ kg/m·s². Como medio filtrante se empleó lona (algodón XX, 2 mm) (Filtronic, Brasil). El lavado y secado de la muestra se realizó según los parámetros establecidos por *Rodríguez* y otros con anterioridad.^{9,10}

Análisis estadístico

En todos los casos los resultados se expresaron como la media de las determinaciones, comparándose estadísticamente mediante un análisis de varianza (ANOVA). Todos los análisis estadísticos se realizaron con el programa Statgraphics plus (versión 5.1, EUA). El nivel de significación establecido fue el de $\alpha = 0,05$.

RESULTADOS

En la figura se representa la relación dt/dv con el volumen medio de filtración, a partir del cual se calcularon los valores de la resistencia del medio filtrante ($R_m = 6,08 \cdot 10^{-10} \text{ m}^{-1}$) y la resistencia de la torta ($a = 1,239 \times 10^{10} \text{ m} \cdot \text{kg}^{-1}$) a una diferencia de presión constante ($\Delta p = 9,99 \times 10^4 \text{ kg/m} \cdot \text{s}^2$). El resultado del cálculo del tiempo de filtración en estas condiciones de trabajo fue de 494,6 s (8,24 min).

Los resultados de la determinación del tiempo de filtración, velocidad de filtración, volumen y densidad de la torta se muestran en la tabla. Se comprobó que en ambas escalas los valores del tiempo de filtración oscilan entre los 5,0 y 8,5 min (media/DE banco = 6,8/0,874, media/DE piloto = 6,0/0,577 min), obteniéndose tortas cuyas densidades fueron similares en ambas escalas (media/DE banco = $10,64 \times 10^{-4}/0,379$, media/DE piloto = $10,42 \times 10^{-4}/1,340 \text{ kg/cm}^3$).

DISCUSIÓN

Durante el proceso de filtración de una mezcla heterogénea, las partículas sólidas son retenidas en el medio filtrante, formándose una torta porosa sobre la que se van superponiendo capas sucesivas a medida que el líquido va atravesando la torta y el medio filtrante. La filtración a presión constante se realiza cuando la suspensión a filtrar forma una torta poco sensible a la presión. Sin embargo, la velocidad de filtración va disminuyendo paulatinamente en el tiempo, pues a medida que el espesor de la torta crece, la resistencia a la filtración es mayor.²

Al evaluar los resultados obtenidos en el cálculo de los valores de la resistencia del medio filtrante y la resistencia de la torta, se observa que el valor del primero es aproximadamente 5 veces superior al valor del segundo, lo que se considera adecuado para este tipo de material.⁷

En este estudio se comprobó que la suspensión obtenida tras el proceso de reacción es filtrable en las condiciones de trabajo establecidas, y constituye un proceso rápido. La filtración rápida del producto garantiza que este tenga pocas posibilidades de contaminarse y hace que el costo productivo sea menor.

Se observa que para la escala de banco y piloto, el tiempo de filtración fue similar al tiempo obtenido durante el estudio de filtración, sin diferencias significativas entre los lotes ($p = 0,4875$ para un 95 %), lo que demuestra que el proceso de escala no influyó en los resultados.

Por otro lado, al evaluar los valores de densidades de las tortas obtenidas en cada una de las escalas estudiadas, se comprueba que tampoco existen diferencias significativas entre los lotes ($p = 0,8857$ para un 95 %); se observa además, que las características de las tortas obtenidas son semejantes en cada una de las escalas estudiadas, lo que demuestra que existe reproducibilidad en la tecnología desarrollada y que el proceso de escala realizado fue adecuado.

En conclusión, se puede afirmar que la suspensión obtenida es filtrable en las condiciones de trabajo establecidas, y constituye un proceso rápido y reproducible a escalas superiores.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Rodríguez Chanfrau, JE, Graveran T, Rodríguez I, Díaz I, Roberto Y, Mateus L, et al. Proceso de obtención de citrato de calcio y magnesio a partir de dolomita. Patente CO1F 1/00; A61K 33/06, A61K 9/00, C07C 51/41. Certificado 22794. 2002.
2. Vian A, Ocon J. Elementos de Ingeniería Química. Cap. 14 y 17. La Habana: Ed. Pueblo y Educación; 1977. p. 389-424; 479-514.
3. González Castellano RA. Principios básicos de escalado. La Habana: Ed. Universitaria; 2000. p. 9-18.
4. Granges Brown G. Operaciones básicas de Ingeniería Química. La Habana: Ed. Revolucionaria; 1967. p. 592-5.
5. Jáuregui Haza U, Pérez Carpio C, Pellón Comdom R, Márquez Conde T, Suárez Valdés-Ayala A. Filtración al vacío del Lobenzarit. Rev Cubana Farm. 1995;29(2):82-86.
6. McCabe W, Smith JC. Unit Operations of Chemical Engineering. La Habana: Ed. Revolucionaria; 1979. p. 933.
7. Svarovsky L. Solid-Liquid Separation. 4th ed. Oxford: Ed. Butterworth-Heinemann; 2000. p. 335-48; 409-25.
8. Rosabal J, Valle M. Hidrodinámica y separaciones mecánicas. Tomo II. La Habana: Ed. Pueblo y Educación; 1977. p. 152-94.
9. Rodríguez Chanfrau JE, López Hernández OD, Nogueira Mendoza A. Secado del citrato de calcio y magnesio a escala de banco. Rev Cubana Farm 2009;43(1). Disponible en: http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0034-75152009000100004&lng=es
10. Rodríguez Chanfrau JE, Lagarto Parra A, Bueno Pavón V, Guerra Sardina I, Vega Hurtado Y. Eficiencia del proceso de lavado en la obtención del citrato de calcio y magnesio a escala de banco. Rev Cubana Farm. 2010;45(1):5-12. Disponible en: http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0034-75152010000100002&lng=es

Recibido: 15 de febrero de 2011.

Aprobado: 8 de abril de 2011.

Dr. C. Jorge Enrique Rodríguez Chanfrau. Centro de Investigación y Desarrollo de Medicamentos (CIDEM). Ave 26, No. 1 605 entre Boyeros y Calzada de Puentes Grandes, CP 10600, municipio Plaza de la Revolución, La Habana, Cuba. Correo electrónico: jorge.rodriquez@infomed.sld.cu