

Universidad de Costa Rica, UCR. San José, Costa Rica.
Octubre 6-9, 2020.

1. Resumen

La cristalización es una operación unitaria importante por su amplia aplicación para obtener productos puros de considerable uso comercial. Sin embargo, debido a todas las variables que implica su realización es la más difícil de escalar. Se investigaron las condiciones de operación que nos permitieran obtener cristales de ácido benzoico buscando reducir a un mínimo el tiempo necesario para la cristalización. El equipo utilizado es un cristizador donde la sobresaturación se obtiene aplicando evaporación y posteriormente enfriamiento. La principal variable a considerar fue el disolvente. El mejor resultado se obtuvo con una mezcla de etanol-agua al 60% en volumen. A mayor concentración de la solución inicial se tuvo también mayor rendimiento. El tiempo mínimo fue de tres horas.

2. Introducción

Para alcanzar la sobresaturación se consideran tres procedimientos: 1) por enfriamiento sin evaporación 2) por evaporación 3) por una combinación de ambos métodos^[1], que es la empleada en el equipo utilizado. Mantener en suspensión los cristales en crecimiento se puede lograr mediante agitación mecánica, o bien la solución se hace circular a través de un intercambiador de calor. Para optimizar el proceso es posible estrategias tales como siembra de cristales, remoción de finos, uso de velocidades de enfriamiento o evaporación óptimos, relaciones adecuadas de compuesto/ antisolvente añadido. Existen muchos factores a controlar dentro de los procesos de cristalización como la distribución del tamaño de partícula, la transición polimorfa, pureza y morfología del cristal, densidad, fluidez, compactibilidad, solubilidad y velocidad de disolución. Entre las estrategias de control esta la de “modelo libre”, que consiste en la retroalimentación de los resultados obtenidos en una experimentación y contrastarlos con los valores de las variables establecidos previamente [9].

3. Condiciones experimentales

Con base en las pruebas de solubilidad realizadas en laboratorio se establecen las temperaturas y concentraciones para trabajar en el equipo

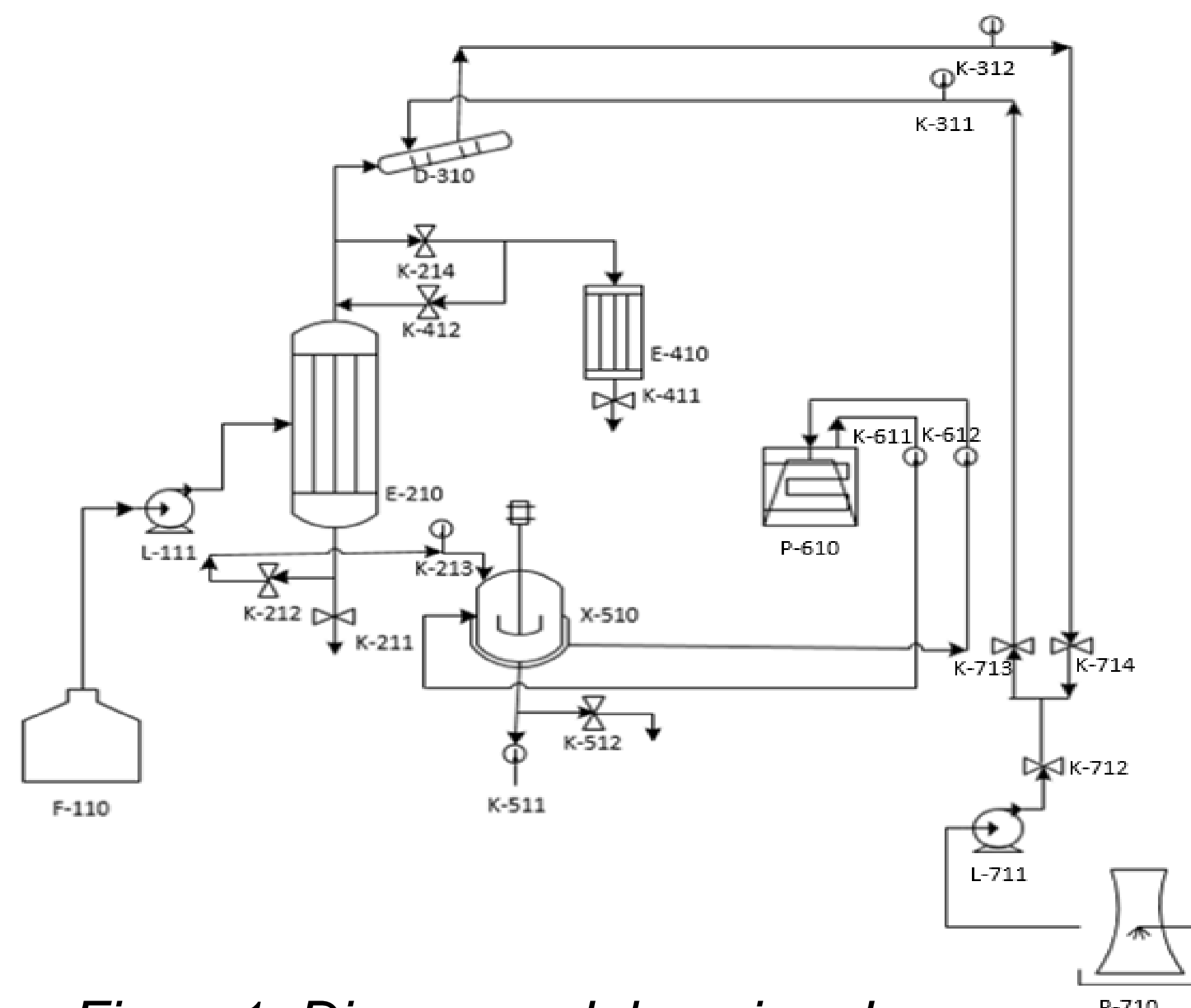


Figura 1. Diagrama del equipo de cristalización

El diagrama del equipo se muestra en la figura 1. La disolución se coloca en el tanque F-110 de donde se envía mediante la bomba dosificadora L-111 al evaporador E-210. El vapor generado se condensa en D-310. El condensado que se obtiene se almacena en el tanque E-410. El líquido concentrado se descarga a cristizador X-510 donde utilizó el sistema de enfriamiento P610. El magma se descarga por la válvula K-512. En la figura 2 se puede observar la formación del magma en el equipo

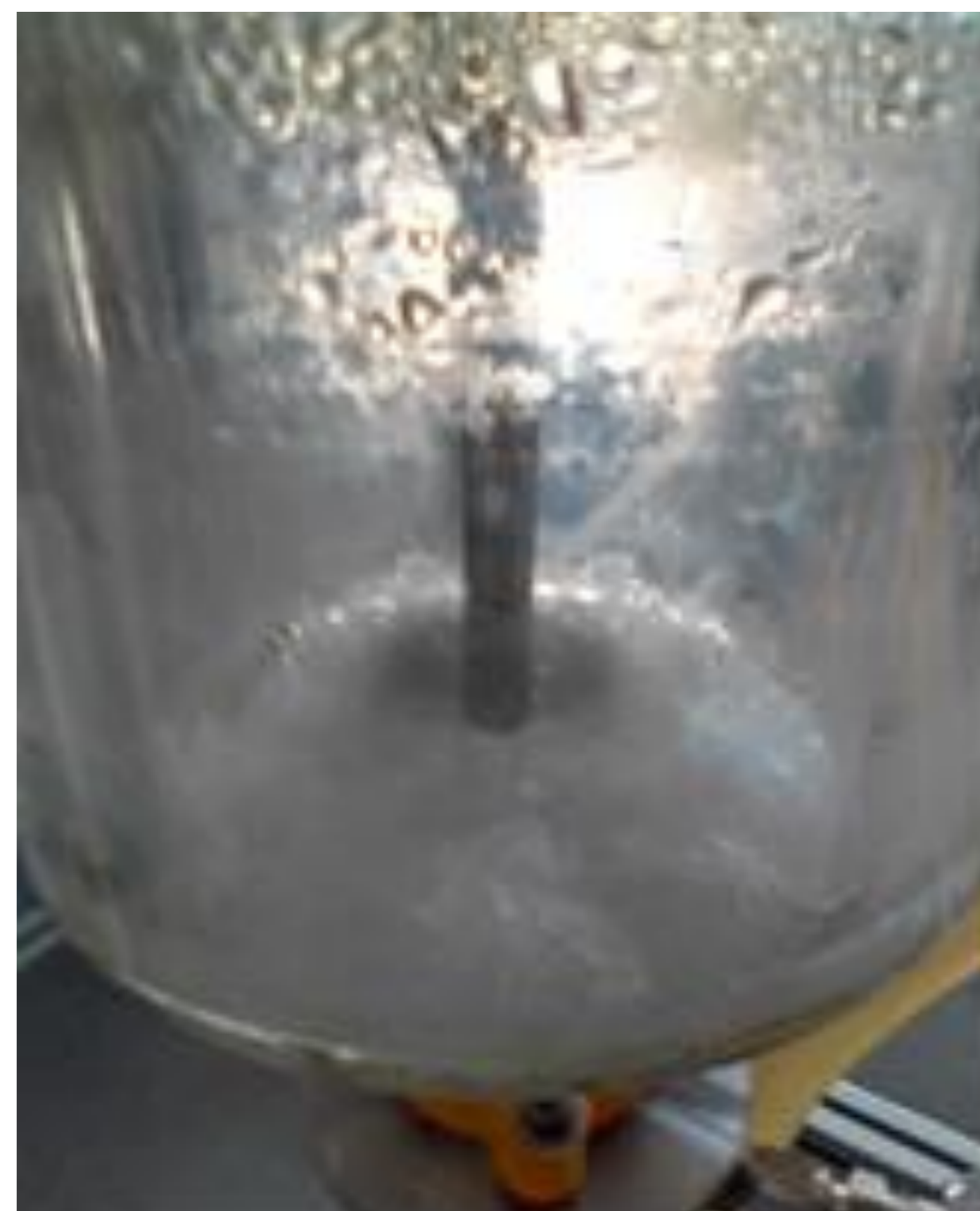


Figura 2. Cristales de ácido benzoico

4. Resultados y discusión

Se determinaron las curvas de solubilidad del ácido benzoico para las diferentes concentraciones de alcohol-agua.

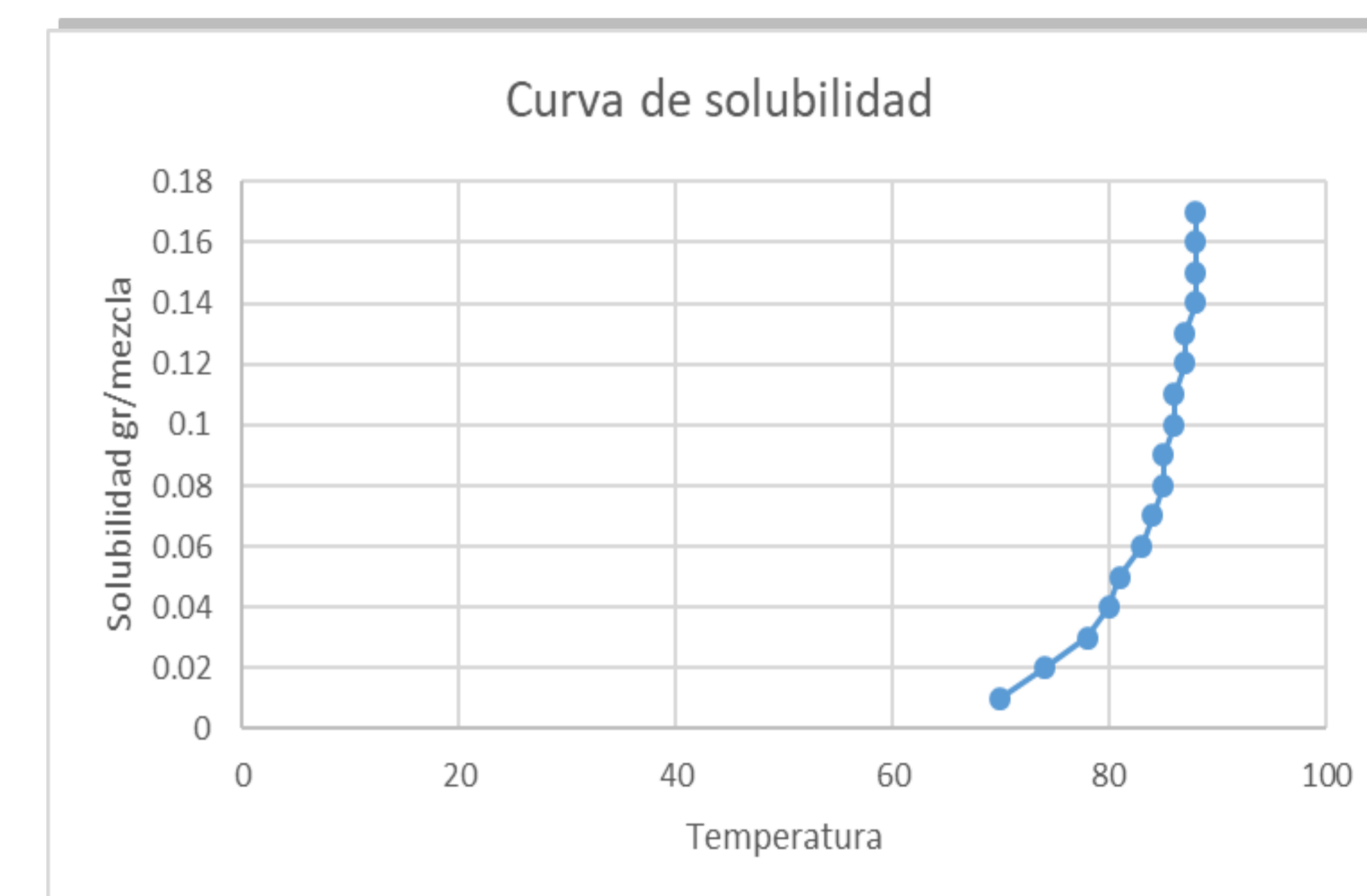


Figura 3. Curva de solubilidad del ácido benzoico en etanol-agua al 20 %

En la tabla 1 se muestran los resultados más relevantes para las principales variables.

Tabla 1. Resultados más relevantes

Prueba	Disolvente		Tiempo de la evaporación min	Rendimiento %	Tiempo del proceso hr
	Etanol % vol.	Agua % vol.			
5	60	40	34	73.69	3.5
6	60	40	38	78.81	3
	Isopropílico % vol.	Agua % vol.			
7	60	40	17	52.02	3.10

la prueba 6 se hizo con cristales puros, los cuales se disolvieron en menor tiempo y temperatura que los impuros

5. Conclusiones

El mejor disolvente resultó la mezcla de etanol 60 % y 40 % agua en volumen, actuando el agua como un antisolvente. La mayor cantidad de etanol contribuyó a acortar el tiempo del proceso. Hay poca diferencia entre los resultados de tiempo y rendimiento para una solución inicial con 20.3624 gr. de cristales impuros y la prueba 6 con el doble de cristales puros. Se logró disminuir el tiempo del proceso de siete horas y media a tres horas.

6. Bibliografía
1. McCabe W., Smith, C., & Harriot, P. (2007). Operaciones unitarias en ingeniería química. México: McGraw-Hill Interamericana.
2. Felder Richard M., Rousseau Ronald W.. (2006). Principios elementales de los procesos químicos. México: Limusa Wiley.
3. Robert, H. P. Green, D. W. (2012). Manual del ingeniero químico. Aravaca (Madrid): McGraw Hill Interamericana de España, S.A.U.
4. Jones, A.G. (2002). Crystallization Process Systems. Great Britain: Butterworth-Heinemann.
5. Geankoplis, C. J. (2006). Procesos de transporte y principios de procesos de procesos de separación. MÉXICO: CECSA.
6. Dejiang Z., Shijie, X., Shichao, D., Jingkang, W., & Junbo, G. (2017) Progress of pharmaceutical continuous crystallization. Pág.354-363.
7. Edward L. Paul, Hsien-Hsin Tung, Michael Midler. (2004). Organic crystallization processes. Pág. 133-143.
8. Zhenguo Gao, Sohrab Rohani, Junbo Gong, Jingkang Wang. (2017). Recent developments in the crystallization process: toward the pharmaceutical industry. Pag. 343-353.
9. Nagy ZK, Chew JW, Fujiwara M. Braatz RD. (2008) Comparative performance of concentration and temperature controlled batch crystallizations. J Process Contr; 18 (3-4) Pag. 399-407