



Abogados Asesores en Propiedad Industrial

Registro de Marcas, Patentes, Nombres, Lemas
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 13-024063- -00008-0000

Fecha: 2015-10-14 11:39:18 Dep: 2020 DIR.NUEVASCR
Tra: 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act: 444 RESPUESTAREQUE Folios: 21

Señores:
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO.
ATT: DIVISION DE NUEVAS CREACIONES.
Bogotá D.C.

Referencia Expediente No. 13-024063
Proceso gubernativo de CONCESION Y REGISTRO DE LA PATENTE
DE INVENCION: "PROCESO PARA FABRICAR CITRATO
TRICALCICO"
Solicitante PROQUIMES S A.

CIELO EDILMA MELO SANCHEZ, abogada, identificada como aparece al pie de mi firma, actuando como apoderada de la sociedad PROQUIMES S A dentro del trámite de la referencia y en término por medio del presente escrito y atendiendo a su requerimiento, adjunto documento adjunto corrección de la PATENTE DE INVENCION denominada: "PROCESO PARA FABRICAR CITRATO TRICALCICO TETRAHIDRATADO"

Esperando haber cumplido a entera satisfacción el requerimiento, con el debido respeto solicito de continuacion al trámite.

Del señor Jefe de la División, atentamente,

CIELO EDILMA MELO SANCHEZ

CC No. 25.296.212 de Almaguer (Cauca)
T.P No. 178697 del C. S. de la Judicatura.

γ

PROCESO PARA FABRICAR CITRATO TRICALCICO TETRAHIDRATADO

A. Presentación

1. Inventores.

Francisco Javier De la Puente Colmenares
Productos Químicos especializados S.A. Proquimes S.A.
Carrera 5N 52-61.
Cali. Valle del Cauca. Colombia

2. Fecha de realización.

Octubre 2.011 a Noviembre 2.012

3. Referencias citadas.

US 20080014307	Enero 2.008
US 006509496	Enero 2.003
US 005662954	Septiembre 1.997
US 005219602	Junio 1.993
US 004851221	Julio 1.989
US 004814177	Marzo 1.989

4. Resumen.

La presente invención consiste en los procedimientos de un proceso de fabricación de Citrato Tricálcico Tetrahidratado de alta pureza y alta densidad, a nivel industrial con etapas de reacción, secado y molienda.

El proceso de producción es a nivel industrial, ya sea con operación continua o semicontinua, con altas eficiencias en proceso, bajos costos de operación y capacidad de varias toneladas por día.

La etapa de reacción se realiza en fase semisólido en un equipo apropiado para manejo de pastas o lodos con alta viscosidad como tornillos sin fin, limitando la cantidad de agua adicionada, con el objetivo de tener una velocidad lenta de reacción; tiempo de reacción superior a las 2 horas, para favorecer la formación de cristales muy compactos. También se busca disminuir el agua a evaporar en la etapa de secado, lo que disminuye los costos de operación. La adición de los reactivos; Ácido Cítrico y un compuesto de Calcio (Óxido, Hidróxido, ó Carbonato) se realiza en una proporción distinta a la estequiométrica, para garantizar la reacción completa del Ácido Cítrico, obteniéndose un producto con pureza superior al 97,5%.

La etapa de secado, que se realiza equipos de lecho fijo tales como hornos de bandejas, hornos rotatorios, etc, determina una humedad total final entre 10,0 y 13,3%. Mediante un secado lento se logra evitar la formación de poros en el interior de los cristales, a fin mantener los cristales compactos, de tal manera que el producto continúe con densidad superior a los 0,5 gr/cc.

El producto seco pasa a la etapa de molienda, la cual se puede realizar en cualquier equipo convencional, ajustando las condiciones de operación para regular los tamaños de partícula. Se debe alcanzar una distribución de tamaños de partícula con la mayor fracción entre mallas ASTM 80 y 100. así se logra la mayor densidad al eliminar al máximo los espacios vacíos entre partículas.

5. Pretenciones y Gráficos

3 pretenciones, 8 gráficos y 1 tabla.

6. Gráficos

GRAFICO 1: Relación Concentración de sólidos en el alimento y el tiempo de reacción

Reacción con Carbonato de Calcio y agua a 40oC

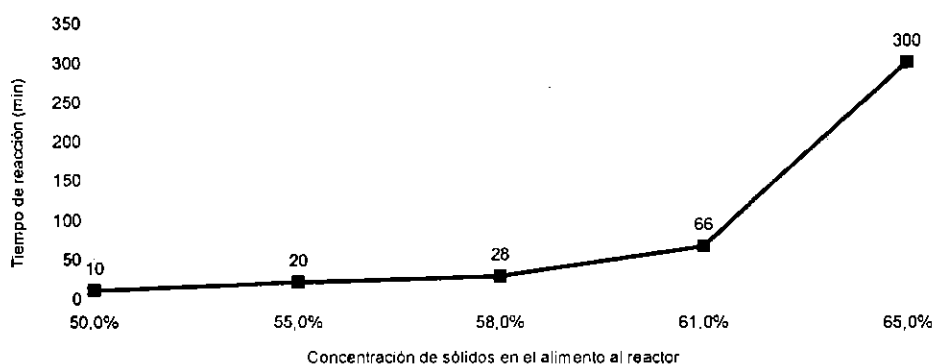
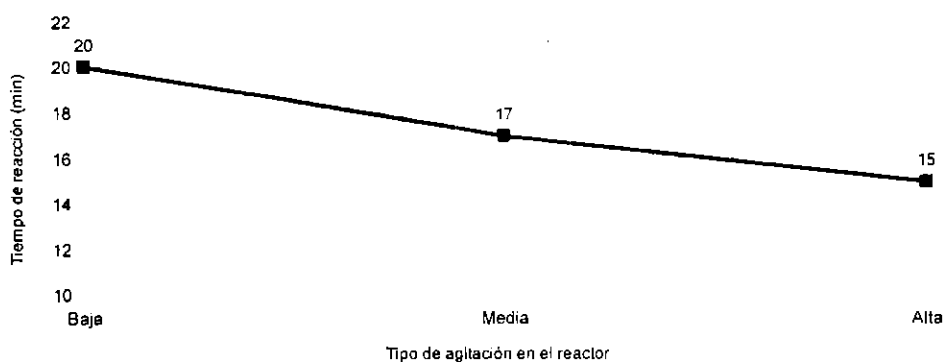


GRAFICO 2: Efecto de la agitación de la reacción en el tiempo de reacción

Reacción con Carbonato de Calcio y agua a 40oC



4

GRAFICO 3: Efecto de la Temperatura del agua en la reacción en el tiempo de reacción

Reacción con Carbonato de Calcio y concentración de agua al 42%

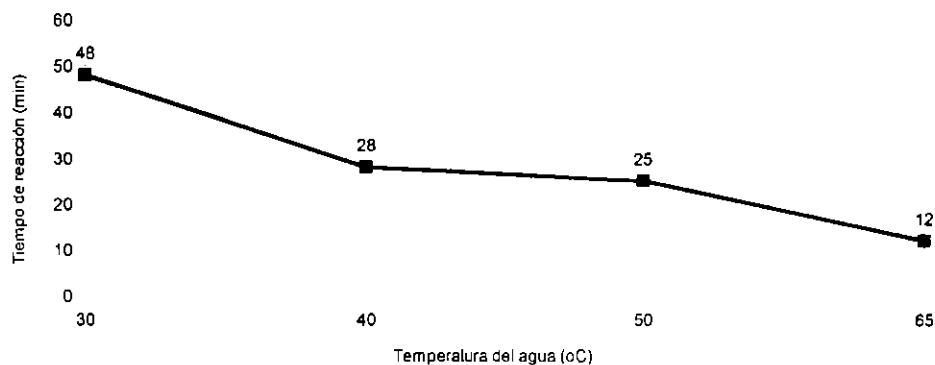


GRAFICO 4: Efecto de la concentración de sólidos en el alimento al reactor en la densidad del producto

Reacción con Carbonato de Calcio y agua a 40oC

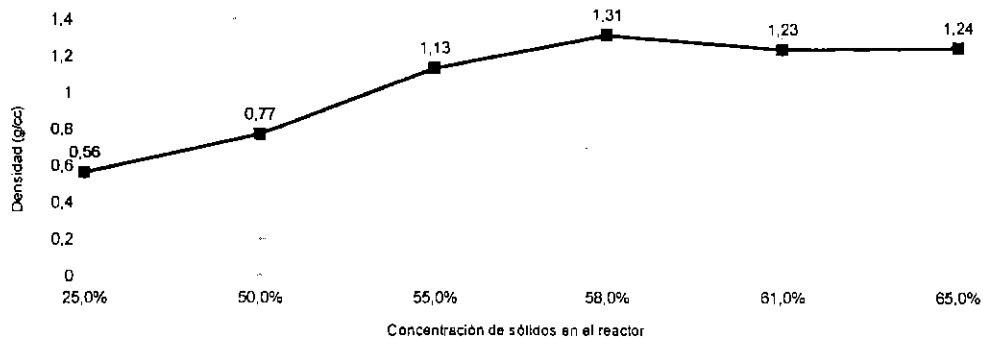
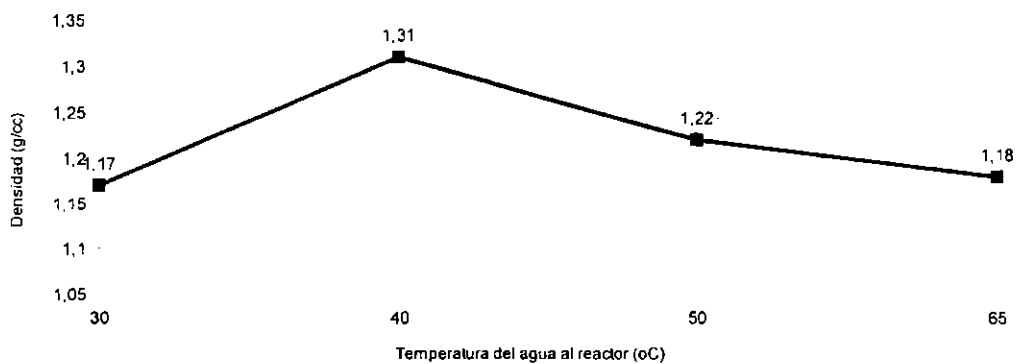


GRAFICO 5: Efecto de la temperatura del agua en la densidad del producto

Reacción con Carbonato de Calcio y Concentración de agua de 42%



5

Gráfico 7. Diagrama de Flujo Ejemplo 1.

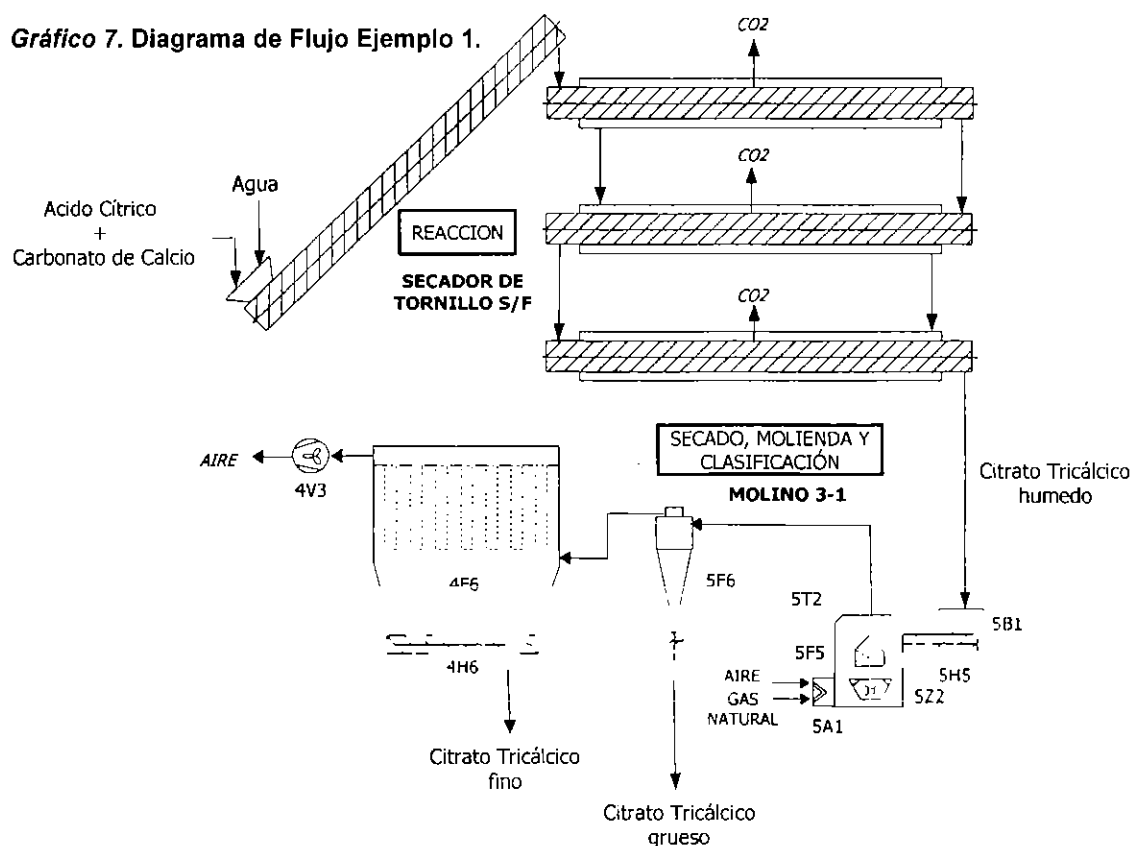
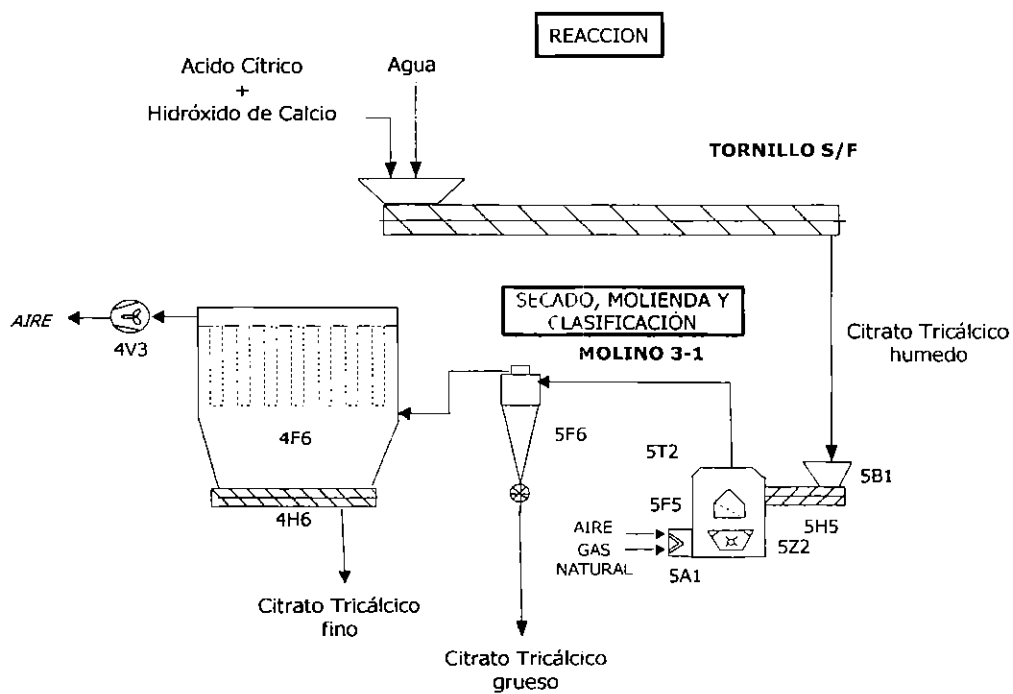


Gráfico 8. Diagrama de Flujo Ejemplo 2.



B. Antecedentes

El Citrato Tricálcico es un compuesto derivado del Ácido Cítrico, que tiene como principal aplicación como fuente Calcio para evitar deficiencias óseas en el organismo, tales como la Osteoporosis. Por esta razón su producción se orienta hacia mercados de Alimentos y productos Farmaceuticos.

Como la mayoría de las sales de Calcio, es un compuesto que tiene muy baja solubilidad en agua; 0,95 gr por cada litro de agua a temperatura ambiente. Esta propiedad limita su aplicación ya que la mayoría de complementos se suministran por vía oral en preparaciones acuosas, como por ejemplo la leche en polvo enriquecida con Calcio.

Otra aplicación es la de elaborar tabletas de Citrato Tricálcico para consumo directo, las cuales contienen las dosis mínimas diarias requeridas. Debido a su baja densidad en el proceso de tableteo resultan tabletas de gran tamaño incómodas de ingerir, característica que restringe su aceptación por parte del consumidor.

Desde hace muchos años se han realizados grandes esfuerzos para corregir estas deficiencias en sus aplicaciones, con desarrollos encaminados a mejorar su solubilidad o su densidad.

Tenemos la patente US 4.814.177 de Marzo 21 de 1.989 de Mission Pharmacal Company, en la cual se describe el proceso para obtener una preparación de Citrato Tricálcico "ultradenso" más soluble y biodisponible. Describe un procedimientos de laboratorio en el que se consigue obtener un producto con densidad de 1,1 g/cc, que resulta de una reacción con relación molar del compuesto de Calcio y Ácido Cítrico de 1,5, que es justamente la relación estequiométrica de la reacción. En el procedimiento se fabrican gránulos de diámetros entre 0,4 y 1,6 mm, con los cuales se elaboran tabletas con otros aditivos tales como rellenos y recubrimientos. La reacción se realiza a partir de la mezcla directa del compuesto de Calcio y el Ácido Cítrico agregando agua hasta una concentración entre el 30,5 y el 47,5 %. La pasta resultante se seca y luego se muele para alcanzar la granulometría y humedad requerida.

En el procedimiento planteado la reacción no es completa, ya que la relación molar es la estequiométrica 1,5, que resulta de comparar las valencias del Ácido Cítrico, trivalente (3) y el Catión Calcio divalente (2). Como toda reacción química se alcanza un equilibrio químico, en el cual al no existir ningún exceso de reactivos, es incompleta; quedando una mezcla de productos y reactivos. Para desplazar el equilibrio hacia los productos se requiere agregar un exceso de uno de los reactivos y así conseguir que el otro se consuma totalmente. El producto obtenido no es de alta pureza, por esa razón la patente se refiere a obtener una "preparación" de Citrato Tricálcico. El producto resultante no es Citrato Tricálcico puro, sino una mezcla de éste con residuos del compuesto de Calcio y Ácido Cítrico. Para el proceso de tableteo la presencia de Ácido Cítrico residual es inconveniente ya que evita la aglomeración del material en las máquinas tableteadoras.

Posteriormente la misma compañía desarrolla un suplemento líquido de Calcio a partir de mezclas "solubles" de un compuesto de Calcio y Ácido Cítrico; patente US 4,851,221 de Julio 25 de 1.989. El producto obtenido son mezclas de un compuesto de Calcio, en este caso

2

Hidróxido de Calcio, y Ácido Cítrico en relaciones molares entre 0,6 y 1,5. Nuevamente se evidencia la imposibilidad de alcanzar una reacción completa y se disminuye el efecto de la baja insolubilidad del compuesto de Calcio, al dejar un exceso de Ácido Cítrico. Es importante notar que el Ácido Cítrico libre al ser ingerido actuará como un secuestrante de Cationes, entre ellos el Calcio, Sodio, Zinc y Potasio, aspecto que no contribuye al objetivo del producto, fortalecer en Calcio.

En Junio 15 de 1.993, Kraft General Foods Inc. Presentan la patente US 5,219,602 en la que presentan la preparación de Composiciones acuosas de Citrato Tricálcico. El procedimiento es el mismo, añadir a la mezcla del compuesto de Calcio y Ácido Cítrico cantidades controladas de agua. Las relaciones molares de Calcio/Ácido Cítrico varían entre 1,2500 y 1,4750, lo que indica que en el producto queda Ácido Cítrico sin reaccionar. A continuación se sugieren las operaciones unitarias tradicionales de secado y molienda para conferir al productos las características necesarias para su aplicación.

La patente US 5,662,954 de Septiembre 2 de 1997 registrada por Margie Joiner presenta una curiosa idea para preparar compuestos enriquecidos de Citratos minerales, utilizando jugo de limón y cáscaras de huevo. A la pasta obtenida se le asigna la propiedad de favorecer el crecimiento de las uñas.

La patente US 6,509,496 de Enero 21 del 2.003 presentada por Nutrapure describe el primer método a nivel industrial para preparar Sales grados Técnicos, Alimenticios o Farmacéuticos, partiendo de la mezcla de los reactivos sólidos y luego añadir agua de manera controlada. Utilizan un reactor Littleford Day, equipo para el manejo de materiales altamente viscosos. Las etapas de reacción y secado se realizan en el mismo equipo en una operación por tandas. Extienden el proceso a la fabricación de 29 sales minerales, entre las cuales se encuentra el Citrato Tricálcico. La relación molar de Calcio/Ácido Cítrico propuesta es de 1,5, que como se ha visto conduce a una reacción incompleta donde el producto obtenido es una mezcla de Ácido Cítrico, el compuesto de Calcio y Citrato Tricálcico.

La firma Tate & Lale Ingredients Americas Inc. presenta la patente US 2008/0014307 del 17 de Enero del 2.008, que presenta un método de fabricación y usos para una forma altamente soluble de Citrato Tricálcico. El proceso se realiza a alta temperatura, cercana a los 150 °C, y con un bajo contenido de agua. El producto final presenta una pureza cercana al 95%, siendo el 5% restante impurezas tales como restos del ácido orgánico. En los ejemplos presentados la relación molar Calcio/ácido Cítrico es de 1,5.

Como se puede ver la reacción entre el compuesto de Calcio y el Ácido Cítrico, en un medio de poca concentración de agua, utilizando una relación molar estequiométrica; 1,5, genera un producto que es rico en Citrato Tricálcico, pero que contiene también fracciones de los reactivos, lo que le resta pureza. Este tipo de productos no utilizados en los procesos industriales conocidos, en los cuales el Citrato Tricálcico se dosifica en cantidades rigurosamente controladas. Para garantizar el contenido de Calcio en el producto de consumo final, se requiere utilizar un producto de altísima pureza, siendo el contenido de otros compuestos muy bajo; concentraciones menores al 0,1%. Según las especificaciones de la Farmacopea Americana (United States Pharmacopeia) la pureza del Citrato Tricálcico requerida se encuentra entre 97,5 y 100,5%. Este rango evidencia que en el producto final se

4

acepta la presencia de Ácido Cítrico o Calcio sin reaccionar, pero en una cantidad mínima.

Podemos concluir que a pesar de todos los esfuerzos por definir un procedimiento para obtener un Citrato Tricálcico de alta pureza por reacción en fase semisólido entre el compuesto de Calcio y Ácido Cítrico, no existe un proceso confiable que garantice la pureza del producto.

C. Descripción del Proceso.

Las reacciones de neutralización de Ácido Cítrico con varios compuestos de Calcio se describen de la **Tabla 1**.

TABLA 1: Reacciones del Ácido Cítrico con compuestos de Calcio

OXIDO DE CALCIO						
	2 Ácido cítrico +	3 Óxido de Calcio +	1 Agua	►	1 Citrato Tricálcico Anhidro +	4 Agua
	$C_6O_7H_8$	CaO	H_2O		$C_{12}O_{14}H_{10}Ca_3$	H_2O
Peso Molecular (g/mol)	192.13	56.09	18.02		498.44	18.02
Estequiometría (g)	384.25	168.24	36.02		498.44	72.06
HIDROXIDO DE CALCIO						
	2 Ácido cítrico +	3 Hidróxido de calcio +	9 Agua	►	1 Citrato Tricálcico Anhidro +	6 Agua
	$C_6O_7H_8$	$Ca(OH)_2$	H_2O		$C_{12}O_{14}H_{10}Ca_3$	H_2O
Peso Molecular (g/mol)	192.13	74.09	18.02		498.44	18.02
Estequiometría (g)	384.25	222.28	162.18		498.44	108.09
CARBONATO DE CALCIO						
	2 Ácido cítrico +	3 Carbonato de Calcio +	1 Agua	►	1 Citrato Tricálcico Anhidro +	4 Agua + 3 CO ₂
	$C_6O_7H_8$	$CaCO_3$	H_2O		$C_{12}O_{14}H_{10}Ca_3$	H_2O
Peso Molecular (g/mol)	192.13	100.09	18.02		498.44	18.02 44.01
Estequiometría (g)	384.25	300.27	36.02		498.44	72.06 132.03

El Citrato Tricálcico generalmente se obtiene en su forma más estable que es el cristal con cuatro (4) aguas de hidratación; Citrato Tricálcico Tetrahidratado.

También se puede fabricar Citrato Tricálcico por medio de reacciones de sustitución, partiendo de Citrato de Sodio o Potasio, y la respectiva sal de Calcio, tales como Sulfatos, Fosfatos, Cloruros, etc.

7. Preparación de las materias primas.

Se utilizan como materias primas Ácido Cítrico Anhidro o Hidratado y compuestos de Calcio, tales como Óxido de Calcio (Cal viva), Hidróxido de Calcio (Cal apagada o lechada de cal) y Carbonato de Calcio (precipitado o de origen mineral). La calidad del Citrato Tricálcico obtenido dependerá exclusivamente de la calidad de las materias primas utilizadas.

Si se desea obtener un producto grado industrial, la calidad de estas materias primas es grado industrial. Si se busca un producto como aditivo de alimentos, las calidades deben ser alimenticias, y si se trata de un producto grado farmacéutico USP (United States Pharmacopeia) la calidad debe ser igual. Esta aclaración es importante porque el proceso establecido no permite eliminar ninguna impureza presente en las materias primas y por tanto estará presente en el producto final obtenido.

Las materias primas en polvo; el Ácido Cítrico y el compuesto de Calcio, se mezclan en cualquier tipo de mezclador de sólidos conocido, ya sea en procesos continuos o por tandas.

9

Para eliminar la formación de terrones, sobretodo en el ácido Cítrico, se puede utilizar un molino de impacto, como molinos de cuchillas o martillos, sin mayores exigencias por la granulometría obtenida que puede ir desde malla 10 estándar hasta malla 325 estándar (definida como el número de orificios por pulgada cuadrada).

La proporción de la mezcla de las materias primas debe ser medida con mucho cuidado. Para ello se debe determinar previamente las purezas del ácido cítrico y del compuesto de Calcio. Los procedimientos para esos análisis son de conocimiento público y ampliamente utilizados.

La proporción de la mezcla de materias primas se encuentra entre 0,3180 y 0,3270 Kg de Calcio/Kg de Ácido Cítrico Anhidro 100% puro, que equivale a una relación molar entre 1,5240 y 1,5675. Para determinar la cantidad del compuesto de Calcio se requiere considerar el contenido de Calcio de cada uno. La cantidad requerida se determina dividiendo la relación Calcio/Ácido Cítrico por el contenido de calcio del compuesto:

Sal de Calcio	Contenido de Calcio
Óxido de Calcio	71,47%
Hidróxido de Calcio	54,09%
Carbonato de Calcio	40,05%

Esta proporción también debe ser corregida por las purezas de las materias primas, tal como se muestra en el **ejemplo 1**. La proporción correcta permitirá realizar una reacción completa, es decir con la mayor pureza posible de Citrato Tricálcico, de acuerdo con la calidad de las materias primas. Por esta razón es muy importante establecer las cantidades necesarias con la mayor precisión posible.

Ejemplo 1:

Cantidad de Ácido Cítrico comercial: 100 Kg
 Pureza del Ácido Cítrico: 99,8 %
 Pureza del Hidróxido de Calcio: 90,0%
 Contenido de Calcio en el Hidróxido: 54,09% (relación de pesos moleculares)
 Relación Calcio/Ácido Cítrico: 0,3307 Kg Calcio/Kg Ácido Cítrico
 Cantidad de Hidróxido a emplear:

$$\frac{0,3307 \text{ Kg Calcio}}{\text{Kg A.Cit puro}} \times 100 \text{ Kg A.Cit Com} \times \frac{99,8 \text{ Kg A.Cit puro}}{100,0 \text{ Kg A.Cit Com}} \times \frac{100,0 \text{ Kg Hidróxido de Calcio}}{54,09 \text{ Kg de Calcio}} \times \frac{100 \text{ Kg Hidróxido Com}}{90 \text{ Kg Hidróxido de Calcio}}$$

= 67,7962 Kg de Hidróxido de Calcio Comercial con pureza 90%

Por tanto para obtener un producto de reacción completa a cada 100 Kg de Ácido Cítrico con 99,8% de pureza se adicionan 67,7962 Kg de Hidróxido de Calcio de 90% de pureza.

2. Reacción en fase semisólida

Las materias primas se pueden adicionar al equipo de reacción sin realizar la mezcla anterior, lo cual requerirá una mayor agitación durante la reacción para eliminar el riesgo de que esta no sea homogénea, y el producto de reacción obtenido sea una mezcla de Citrato

Tricálcico y ácido cítrico con la sal de calcio sin reaccionar. La homogenización de los dos reactivos se realiza para garantizar que la reacción sea completa, con la mayor formación de Citrato Tricálcico y consumo de Ácido Cítrico posible.

La reacción puede llevarse a cabo en cualquier equipo de transporte de sólidos, garantizando que el material del equipo sea inerte y que las operaciones de limpieza sean fáciles de realizar. Se pueden utilizar equipos como los transportadores de Tornillo sin fin (de aletas o de cinta), transportadores de paletas (rasquetas), elevadores de cangilones, transportadores de cinta o bandas (planas o abarquilladas), transportadores vibrantes o vibradores, etc.

Al entrar en contacto el agua con los dos reactivos sólidos se inicia la reacción. La cantidad a utilizar varía entre 0,9166 y 0,7500 Kg de agua/Kg de Ácido Cítrico, que corresponde a una relación molar entre 9,7728 y 7,9965. Al igual que en el caso anterior esta proporción debe ser corregida de acuerdo con la pureza del Ácido Cítrico, tal como se muestra en el **ejemplo 2**.

Ejemplo 2:

Cantidad de Ácido Cítrico comercial:	100 Kg
Pureza del Ácido Cítrico:	99,8 %0
Relación Agua/ácido Cítrico:	0,85 Kg Agua/Kg Ácido Cítrico
Cantidad de Agua a emplear	

$$= \frac{0,85 \text{ Kg Agua}}{\text{Kg A Cit puro}} \times 100 \text{ Kg A Citr Com} \times \frac{99,8 \text{ Kg A Cit puro}}{100,0 \text{ Kg A Cit Com}}$$

= 84,8300 Kg de Agua

Los reactivos; el Ácido Cítrico, la sal de Calcio y el agua se pueden añadir al mismo tiempo o por partes, siempre y cuando se garantice una buena homogenización en la mezcla. Las reacciones en las que se utiliza Óxido e Hidróxido de Calcio son muy rápidas y dependiendo de la pureza de estos materiales se genera calor. En estos casos se requiere de una agitación continua sobretodo en los primeros minutos de la reacción. Si la agitación es insuficiente el material se aglutinará y la reacción será incompleta, quedando reactivos libres. Cuando se utiliza Carbonato de Calcio, se libera Anhídrido Carbónico (CO₂), lo cual tiene dos efectos positivos en la reacción, la generación de espuma favorece la homogenización del material y el desprendimiento del gas desplaza el equilibrio de la reacción hacia la generación de los productos, favoreciendo el consumo total de los reactivos.

La adición del agua se puede realizar en forma independiente a la mezcla de los otros reactivos que se ha preparado con las consideraciones anteriores. También es posible preparar soluciones de Ácido Cítrico y añadirla a la sal de Calcio en polvo, o preparar una suspensión de la sal de Calcio y añadirla al Ácido Cítrico en polvo. Cualquiera de esas alternativas es efectiva, siempre y cuando se realicen con las proporciones establecidas y se garantice una mezcla homogénea.

La reacción tiene dos etapas; la primera en la cual se forma Citrato Tricálcico, el cual se solubiliza en los reactivos, por tanto la apariencia del material es de pasta muy viscosa. Cuando se utiliza Carbonato de Calcio, se forman burbujas por el desprendimiento del Anhídrido Carbónico, por lo cual se debe tener especial cuidado en dejar un espacio libre en el reactor para la formación de espuma. Con el tiempo la capa de burbujas cede por el peso

del material y el volumen de material en el reactor disminuye.

La segunda etapa corresponde a la cristalización del Citrato Tricálcico por efecto de su hidratación. El agua cada vez más escasa es atrapada por los cristales de Citrato para alcanzar su forma de tetrahidrato. En esta etapa es importante la agitación del material para evitar que se aglomere en una masa compacta muy dura y difícil de procesar en las etapas posteriores de secado y molienda.

Al final de la reacción se obtienen partículas duras difíciles de deshacer, con tamaños que varían desde polvo fino hasta terrones de unos 20 mm de diámetro. Esta distribución de partículas favorece el proceso de secado y molienda ya que se trata de un material muy fácil de transportar.

Se ha determinado que las principales variables en la reacción son:

- La concentración de sólidos en el alimento al reactor.
- Agitación en el reactor.
- Temperatura del agua que se alimenta al reactor.

2.1. Efecto de la Concentración de sólidos en el alimento al de reactor.

La concentración de sólidos en el alimento al reactor afecta el tiempo de reacción, el cual puede durar desde unos cuantos minutos; 10 minutos, hasta varias horas, 5 horas. La relación entre la concentración de sólidos y el tiempo de reacción se describe en el **Gráfico 1**.

El agua en este tipo de reacciones es el medio de reacción, es decir a través de ella se realiza el intercambio iónico de los demás reactivos. Lo usual en la industria es realizar reacciones de neutralización o sustitución en fase líquida, utilizando tanques agitados y concentraciones de sólidos entre 20 y 40%, dependiendo de la solubilidad de los compuestos. La cantidad de agua oscila entre 80 y 60%.

En esta invención la concentración de sólidos está entre 55 y 58% es decir que la cantidad de agua está entre 45 y 42%. Esta condición requiere que el agua sea dosificada cuidadosamente para que se esparza homogéneamente en los sólidos y así garantizar que la reacción sea completa. El tiempo de reacción está entre 20 y 28 minutos, tiempo en el cual se obtiene una mezcla uniforme y la reacción es completa.

Concentraciones menores de sólidos en el reactor, entre 50% y 55%, aceleran la reacción resultando reacciones incompletas, es decir con presencia de Ácido Cítrico y la sal de Calcio sin reaccionar en el producto final. Los tiempos de reacción registrados son inferiores a los 20 minutos.

Por otra parte concentraciones más altas de sólidos, entre 58 y 65%, retardan la reacción debido al pobre contacto entre los reactivos. Los tiempos de reacción están entre 0,5 y 5 horas. Esta condición de operación implica el diseño de equipos de gran tamaño, a fin de

12
obtener un volumen de producción económico.

En conclusión la mejor condición de operación se logra con una concentración de sólidos entre 55 y 58%, para tiempos de reacción entre 20 y 28 minutos. El tamaño de los equipos es modesto; en un tornillo sin fin de 4 m de largo, 10 pulgadas de diámetro y una altura libre de 2 m se logra producir 250 Kg por tanda, garantizando la homogeneidad del producto.

La adición de agua se puede realizar a la mezcla de los reactivos en polvo, o se pueden preparar soluciones o suspensiones con uno de ellos para añadirlas al reactivo en polvo. Los resultados son mejores si se añade el agua directamente a la mezcla de los reactivos en polvo, ya que permite una mejor homogenización y control en la fase inicial de la reacción.

2.2. Agitación en el Reactor.

La agitación durante la reacción es otro de los factores importantes para alcanzar la mejor homogenización durante la reacción. Debido a la limitación en la cantidad de agua en la reacción, los otros reactivos en polvo forman una pasta viscosa que reduce las posibilidades de contacto entre ellos. Se forman partículas que en su superficie tienen Citrato Tricálcico y en su interior encontramos Ácido Cítrico o sal de Calcio sin reaccionar, lo que determina una baja pureza en el producto obtenido.

En la parte inicial de la reacción se requiere una agitación vigorosa para lograr una mezcla homogénea de los reactivos. Posteriormente esta debe ser menor para evitar la formación de poros en el interior de las partículas. Por esta razón el equipo que se utiliza como reactor debe tener la facilidad de ajustar la agitación del material de acuerdo a como se desarrolla la reacción. La forma más práctica es la de instalar un variador de frecuencia en el motor del agitador y es más conveniente utilizar como reactor equipos del tipo de tornillos sin fin en cualquiera de sus variantes.

El efecto de la agitación en el tiempo de reacción se describe en el **Gráfico 2**. Observamos que conforme se aumenta la agitación, el tiempo de reacción disminuye y se produce una reacción incompleta.

La utilización de Óxido o Hidróxido de Calcio requiere de sistemas con buena agitación ya que la reacción es muy rápida en los primeros 2 minutos, sobretodo cuando se utiliza el óxido. Para el caso de tornillos sin fin las revoluciones se encuentran entre 15 y 25 RPM, y se pueden mantener constantes durante todo el proceso.

Cuando la reacción se realiza utilizando como fuente de calcio Carbonato de Calcio, en la fase inicial se genera espuma debido al desprendimiento de CO_2 . En esa etapa de la reacción la agitación debe ser muy vigorosa para evitar que la espuma se derrame y que se formen terrones de los reactivos recubiertos con Citrato Tricálcico, los cuales permanecerán así hasta el final. En el tornillo sin fin la velocidad se controla entre 80 y 100 RPM. Una vez se termina la generación de espuma, el material se vuelve más viscoso para quedar como una masa homogénea, en este momento la agitación se regula entre 15 y 25 RPM.

Cuando se ha completado la formación de Citrato Tricálcico y se inicia su hidratación, el

13

material se endurece formando terrones que pierden el brillo en su superficie.

En conclusión cuando la velocidad de agitación se controla entre 15 y 25 RPM y una concentración de sólidos entre 55 y 58% resultan tiempos de reacción entre 20 y 28 minutos, obteniéndose Citrato Tricálcico con pureza entre 97,5 y 100,5%. Cuando se utiliza Carbonato de Calcio la agitación mientras se forma la espuma debe ser entre 80 y 100 RPM.

2.3. Temperatura del agua.

La reacción de neutralización del Ácido Cítrico con Calcio es exotérmica, lo que se evidencia de mayor manera cuando se utilizan Óxido o Hidróxido de Calcio. Si se suministra calor al sistema el equilibrio se desplaza hacia los reactivos, disminuyendo la velocidad de reacción con tiempos de reacción superiores a los 30 minutos.

Cuando se utiliza Carbonato de Calcio la liberación de Anhídrido Carbónico CO_2 , difunde calor a la atmósfera, refrigerando el sistema por lo cual la temperatura tiende a mantenerse estable o a disminuir. Al añadir calor al proceso, esta fase se realiza más rápidamente porque favorece el desprendimiento del gas y por tanto desplaza la reacción hacia la formación de los productos. Con agua a 40 °C el tiempo de reacción es de 28 minutos mientras que al utilizar agua a 65 °C el tiempo disminuye 12 minutos, con reacción incompleta. Si utilizamos agua a 30°C el tiempo de reacción es de 1 hora aproximadamente.

El efecto de la temperatura del agua en el tiempo de reacción, para reacciones con carbonato de Calcio y ácido Cítrico se observa en el **Gráfico 3**.

Podemos observar que para temperaturas entre 40 y 50 °C el tiempo de reacción presenta menos variación siendo más estable.

3. Secado y Molienda

Una vez se ha realizado la reacción, el material se transforma gradualmente de una pasta muy viscosa a terrones que se deshacen fácilmente en el transporte. El material se vuelve más duro pero también más frágil, con una gran facilidad de transporte.

El secado se puede realizar utilizando cualquier equipo convencional de secado de sólidos; ya sea por lecho fijo o fluidizado, con aire caliente o gases de combustión, o cualquier otro medio de calentamiento. La humedad total final del producto se debe regular entre 10,0 y 13,3%

El producto seco se puede someter a molienda para ajustar el tamaño de partícula, el cual depende de la aplicación. En el caso de aditivos para alimentos se requieren granulometrías muy finas, similares a las del producto alimenticio en el cual se va a incorporar el Citrato Tricálcico, tamaños menores a 100 micras. Para la elaboración de tabletas y cápsulas el tamaño de partícula es mayor variando entre 1.000 y 100 micras.

En las etapas de secado y molienda se logra terminar la reacción, el suministro de calor y sumado al aumento del área de transferencia permiten que los reactivos que están sin

reaccionar desaparezcan, completándose la reacción. Esto se evidencia por el aumento en el pH de material, determinado en solución acuosa al 5%. Al final de la reacción este se encuentra entre 5,5 y 6,0. Cuando el producto se seca y muele aumenta entre 6,0 y 7,5.

Se observa que este se disminuye hasta 5,5 cuando en el producto terminado hay Ácido Cítrico sin reaccionar, o aumenta hasta 8,5, cuando hay Carbonato de Calcio sin reaccionar. Incluso en soluciones ácidas se alcanza a observar un ligero burbujeo por desprendimiento de CO₂ lo que indica la presencia de Carbonato de Calcio.

En conclusión la reacción en fase semisólida entre Ácido Cítrico y una sal de Calcio, ya sea Óxido, Hidróxido o Carbonato, en una relación molar entre 1,5240 y 1,5675, con una concentración de sólidos entre 55 y 58% en el alimento al reactor, utilizando agua con temperaturas entre 30 y 50 oC y una velocidad de agitación lenta; para tornillos sin fin entre 15 y 25 RPM, tiene tiempos de reacción entre 20 y 28 minutos. El producto una vez secado y molido, con una humedad total entre 10,0 y 13,3%, tiene una pureza entre 97,5 y 100,5%. El pH del producto en solución al 5% se encuentra entre 6,0 y 7,5.

4. Efecto de las condiciones de reacción en la Densidad del producto.

La reacción de neutralización más común es la que se realiza en fase acuosa, utilizando reactores agitados en los cuales una solución de ácido cítrico se neutraliza con una suspensión del compuesto de calcio, en concentraciones de sólidos cercanas al 20%. Al utilizar este mecanismo de reacción, la densidad aparente (bulk density) y la densidad prensada a volumen constante (taped bulk density) se encuentran por debajo de 0,7 gr/cc.

Para la aplicación en tabletas se requiere un material de densidad prensada cercana a los 1,0 g/cc, para que el tamaño de la tableta sea fácil de ingerir. Adicionalmente el material debe ser de alta pureza a fin de garantizar su contenido en el medicamento. La pureza del Citrato Tricálcico USP utilizado en estos productos farmacéuticos está determinada entre 97,5 y 100,5%. Si en la materia prima se presentan residuos de Ácido Cítrico y la sal de Calcio, además de afectarse la pureza del medicamento, se presentan problemas en la etapa de tableteo, si esta se realiza por compresión directa.

Una característica particular del procedimiento descrito para la reacción en fase semisólida es que dependiendo de las condiciones de la reacción; concentración de sólidos, temperatura del agua y velocidad de agitación, es posible obtener producto con densidades entre 0,5 y 0,7 g/cc, que corresponde a la densidad de referencias del material utilizado como agente de calcio en alimentos, ó productos con densidades entre 0,9 y 1,1 g/cc, que son los utilizados en la fabricación de tabletas. Esto se logra modificando las condiciones de reacción descritas.

4.1. Efecto de la concentración de sólidos en la densidad del producto.

La concentración de sólidos en la reacción afecta la velocidad de la misma, tal como se describió en el inciso 2.1. Debido a la forma como la reacción ocurre, en la cual el Ácido

15
Cítrico se disuelve y reacciona con el compuesto de Calcio formando una pasta muy viscosa, los cristales de Citrato Tricálcico pueden ser más o menos porosos, lo que afecta la densidad aparente y prensada del material, tal como se observa en el **Gráfico 4**.

Conforme la concentración de sólidos aumenta, desde 25 a 58%, la densidad del producto obtenido aumenta desde 0,56 g/cc hasta llegar a un máximo de 1,31 g/cc. A partir de ese punto al continuar aumentando la concentración de sólidos hasta 65%, la densidad disminuye ligeramente hasta 1,24 g/cc. Por encima de 65% de sólidos la reacción no alcanza a ser homogénea y el producto obtenido es una mezcla de Citrato Tricálcico con la sal de Calcio.

Por tanto para obtener productos de baja densidad; densidades menores a 0,80 g/cc, que se puedan suspender en soluciones acuosas, la concentración de sólidos debe controlarse por debajo del 50%. Para alcanzar densidades mayores a 1,0 g/cc la concentración de sólidos deberá controlarse entre 55 y 65%. La mayor densidad; 1,31 g/cc, se alcanza con una concentración de 42%.

4.2. Efecto de la Temperatura de agua en la densidad del producto.

Como se observó en el inciso 2.2., conforme se aumenta la temperatura del agua, la velocidad de reacción también se incrementa, lo que se evidencia en la disminución del tiempo de reacción. Con velocidades de reacción altas se forman poros al interior de las partículas, lo que afecta la densidad del material obtenido como se observa en el **Gráfico 5**.

El comportamiento de la densidad frente a la temperatura del agua en la reacción es similar al caso anterior. Al aumentar la temperatura, la densidad aumenta hasta un punto máximo, para luego disminuir; determinamos una densidad máxima de 1,31 g/cc cuando la temperatura del agua es de 40°C. Para temperaturas menores, hasta 30°C la densidad g/cc. Cuando se aumenta hasta hasta 65°C disminuye a 1,18 g/cc

4.3. Efecto de la agitación en la densidad del producto.

En el inciso 2.3. se determinó el efecto de la agitación en la reacción frente al tiempo de reacción, por tanto también se determina un efecto de esta variable en la densidad del producto terminado.

Podemos observar que conforme se aumenta la agitación en el sistema, la densidad del material disminuye de 1,31 g/cc con baja agitación; 15 a 25 RPM en el tornillo sin fin, hasta 1,0,93 g/cc con alta agitación; 80 a 100 RPM en el tornillo sin fin.

En conclusión el producto de la reacción en fase semisólida una vez secado y molido a una humedad total entre 10,0 y 13,3%, tiene una densidad prensada mayor a 1,0 g/cc, siempre y cuando la relación molar entre el Ácido Cítrico y una sal de Calcio, ya sea Óxido, Hidróxido o Carbonato, del alimento sea entre 1,5240 y 1,5675, con una concentración de sólidos entre 55 y 58% en el alimento al reactor, utilizando agua con temperaturas entre 30 y 50 oC y una velocidad de agitación lenta; para tornillos sin fin entre 15 y 25 RPM. El producto final tiene una pureza entre 97,5 y 100,5%. El pH del

16
producto en solución al 5% se encuentra entre 6,0 y 7,5.

Por otro lado, el producto de la reacción en fase semisólida una vez secado y molido a una humedad total entre 10,0 y 13,3%, tiene una densidad prensada menor a 0,77 g/cc, siempre y cuando la relación molar entre el Ácido Cítrico y una sal de Calcio, ya sea Óxido, Hidróxido o Carbonato, del alimento sea entre 1,5240 y 1,5675, con una concentración de sólidos menor a 55% en el alimento al reactor, utilizando agua con temperaturas entre 30 y 40 °C y una velocidad de agitación rápida; para tornillos sin fin entre 80 y 100 RPM. El producto final tiene una pureza entre 97,5 y 100,5%. El pH del producto en solución al 5% se encuentra entre 6,0 y 7,5.

5. Consideraciones en la operación.

De acuerdo con el estudio anterior es claro que podemos afectar las variables del proceso para obtener características funcionales diferentes en el producto Citrato Tricálcico.

La primera consideración se relaciona con las materias primas, si se utilizan materias primas de alta pureza, como calidades grado alimenticio o farmacéutico, el producto obtenido corresponderá a la misma calidad, con la garantía de que tendrá la mayor pureza posible, gracias a la reacción completa. Por otra parte las impurezas presentes en las materias primas también aparecerán en el producto afectando su calidad. Es importante resaltar que el proceso propuesto no elimina impurezas insolubles presentes.

La densidad del Citrato Tricálcico es una propiedad importantísima en sus aplicaciones. Por tratarse de un material muy poco soluble en agua, cuando se elaboran suspensiones acuosas, existe siempre el riesgo de que el material precipite con el tiempo. Este fenómeno se puede controlar con la adición de emulsificantes, práctica que es poco viable en productos orientados hacia los sectores de alimentos y farmacéutica. Otra alternativa es buscar tamaños de partícula muy pequeños que permitan al material permanecer suspendido por más tiempo. Con esta propuesta de proceso es posible determinar las mejores condiciones de cantidad y temperatura del agua en el reactor, y agitación, para obtener productos con densidades menores a 0,7 g/cc.

Otra aplicación usual es la fabricación de tabletas de Citrato Tricálcico, como agente de calcio para combatir la osteoporosis. En este caso, además del tamaño de partícula del producto, la densidad es un factor fundamental. Materiales de alta densidad permiten obtener tabletas o cápsulas de tamaños discretos, fáciles de ingerir. Con la correcta determinación de las condiciones de la reacción, es posible obtener Citrato Tricálcico con densidades superiores a 0,9 g/cc.

En conclusión la correcta formulación de los reactivos permitirán alcanzar reacciones completas, con la mayor formación de Citrato Tricálcico. Si utilizamos materias primas de alta pureza el producto obtenido tendrá una altísima pureza, calidades requeridas en las industrias de alimentos (Grado Alimenticio, Food Grade) y farmacéutica (USP). Los equipos para la dosificación de los reactivos deben ser muy precisos y estar bien calibrados para garantizar que los alimentos de los materiales sean en la proporción adecuada. Una etapa de premezclado puede ser conveniente para obtener más confiabilidad en el proceso.

17

El control de la reacción es la etapa crítica, determinando variables como la temperatura a la cual se realiza la reacción, en este caso debido a la temperatura a la cual se añade el agua, la concentración de sólidos en el alimento y la agitación del sistema para garantizar el contacto íntimo entre los reactivos; el Ácido Cítrico y el compuesto de Calcio.

Por esta razón es muy importante la selección del equipo en el cual se realizará la reacción ya que debe garantizar la mezcla homogénea de los materiales, ya que de ella dependerá la velocidad de reacción, factor clave para que la reacción sea completa. El proceso puede operarse en forma continua o por tandas, dependiendo de las características esperadas en el Citrato Tricálcico obtenido. Como se observó tiempos de reacción altos permiten productos con densidades superiores a los 0,9 g/cc, y viceversa, tiempos de reacción cortos generan productos de densidades menores.

Cuando se utiliza Óxido de Calcio (Cal viva) para la neutralización del Ácido Cítrico, siempre se debe tener en cuenta la alta reactividad de este compuesto, el cual reacciona incluso con la humedad del aire, transformándose en Hidróxido de Calcio. Este efecto es importante cuando se están determinando las cantidades a usar en la reacción, ya que si no se corrige la pureza del óxido, se estaría agregando menos calcio del requerido y la reacción será incompleta. En la operación la correcta dotación de seguridad del personal; mascarilla para polvos y gafas de seguridad especialmente, son indispensables. Se conocen casos en los cuales pequeñas partículas de Óxido de Calcio reaccionaron con la mucosa de los ojos y nariz causando lesiones muy graves. Por estas razones resulta más apropiado y seguro utilizar Hidróxido de Calcio en polvo (Cal apagada o lechada de cal), aunque este material es poco común en el mercado.

Una buena alternativa es utilizar Carbonato de Calcio, material más comercial que se encuentra en muchas calidades desde industrial, grados alimenticio y grados farmacéuticos. En el proceso cuando se utiliza Carbonato de Calcio como fuente de calcio, es importante tener en cuenta que la reacción genera un desprendimiento de Anhídrido Carbónico (CO_2), el cual es tóxico y deberá ser manejado con cuidado para no afectar la salud de los operadores. Por esta razón es necesario instalar un sistema para liberación de estos gases a la atmósfera garantizando que no hay impacto en el ambiente.

Este fenómeno tiene un aspecto muy favorable al proceso ya que en el sistema se crea una atmósfera inerte de Anhídrido Carbónico que evita la contaminación microbiológica del material, lo cual es relevante en procesos orientados a alimentos y farmacéutica..

Cuando se utilizan procesos por tandas en la reacción, las operaciones siguientes; de secado y molienda, se pueden realizar de la misma manera, aunque siempre serán mejor los procesos continuos, debido a la facilidad de control y mejores eficiencias al no tener etapas de arranque y parada.

Como estrategia de proceso los equipos más recomendados son los tornillos sin fin en la etapa de reacción, con diseños que tengan todas las facilidades de acceso para limpieza y mantenimiento. En la dosificación de los reactivos es muy fácil calibrar estos equipos para que entreguen al reactor las cantidades establecidas en las proporciones adecuadas.

13

Equipos con variadores de velocidad o temporizadores permiten una operación muy automatizada que requiere poca interacción con el operador. Como reactor se puede utilizar tornillos sin fin que provean el tiempo de residencia suficiente para que la reacción sea completa. Igualmente utilizando variadores de frecuencia y temporizadores se pueden establecer distintos grados de agitación, en flujos continuos o intermitentes, para obtener Citrato Tricálcico de distintas propiedades, especialmente cambios en la densidad. Estos equipos brindan gran versatilidad de proceso.

El secado y la molienda se realizan en equipos tradicionales siendo importante determinar sus capacidades para no afectar la etapa de reacción anterior. Este es un principio básico en el diseño de plantas; los equipos de las primeras etapas son los de menor capacidad, a fin de evitar la generación de puntos de acumulación en el sistema, que causan traumatismos en el proceso y por tanto desviaciones de calidad. En este caso cuando se trata de un proceso continuo, se debe evitar a toda costa la acumulación del material, ya que tiende a compactarse y adherirse firmemente a las paredes y accesorios de los equipos, lo que exige suspender el proceso y eliminar las incrustaciones lo más rápido posible.

En la operación del reactor es vital que el material no se acumule, ya que por una parte el Citrato Tricálcico producido afecta la velocidad de reacción formando núcleos de reacción que aceleran el proceso. Por otra la acumulación excesiva requiere de mayor trabajo mecánico en el sistema motriz, por lo que la carga en el motor aumenta considerablemente. Como medida de precaución se debe instalar protecciones en el sistema eléctrico, térmicos y relés, que eviten sobrecargas dañinas en los motores eléctricos.

Cuando se utiliza Carbonato de Calcio se debe considerar la alta formación de espuma en la fase inicial de la reacción, para lo cual se debe establecer un volumen disponible en el equipo para permitir la liberación de los gases sin que el material se derrame.

6. Pruebas de producción en planta.

6.1. Obtención de Citrato Tricálcico Tetrahidratado USP utilizando Carbonato de Calcio USP.

6.1.1. Descripción del proceso:

El proceso se compone de las etapas de reacción, secado, molienda y clasificación. Se ha determinado un esquema para producción en forma continua. En el **Gráfico 7** se observa el diagrama de flujo del proceso. En esta producción se utilizará como fuente de Calcio, Carbonato de Calcio grado USP. La etapa de reacción se realiza en un sistema de tornillos sin fin acoplados en serie. La mezcla de Ácido Cítrico y Carbonato de Calcio previamente homogenizada se alimenta al primer tornillo al tiempo que se añade el agua de reacción, cuya temperatura se regula en un calentador a gas.

La reacción se inicia inmediatamente con un gran desprendimiento de Anhídrido Carbónico, que se libera y sale por las bocas al sistema de ventilación, para ser eliminado en la atmósfera. Se detecta un ligero incremento en la temperatura del sistema, la temperatura alcanza los 46 oC.

La pasta que se forma se transporta lentamente de un tornillo sin fin a otro, a fin de proveer el tiempo de residencia necesario para que la reacción se realice, el cual es alrededor de 20 minutos. Conforme la reacción ocurre la consistencia de la pasta va cambiando volviéndose cada vez más viscosa, hasta que finalmente se endurece, formando terrones muy porosos que se deshacen fácilmente, resultando partículas de tamaños cercanos a 1 cm de diámetro.

El material obtenido se alimenta a un micropulverizador con clasificación neumática de tiro inducido, que opera con aire caliente, de esta manera las etapas de secado y molienda están integradas en un solo equipo. El aire caliente transporta el material a través de la cámara de molienda para luego dirigirse al clasificador, que consiste en una turbina de aletas verticales que gira a una velocidad determinada. Dependiendo de la velocidad de giro se establece el tamaño de las partículas que pueden atravesar el clasificador y salir con la corriente de aire caliente. Las partículas gruesas retornan a la cámara de molienda para repetir el ciclo, hasta que finalmente puedan ser arrastradas fuera del equipo.

En este proceso se ha transferido calor al material y se inicia la evaporación del agua. La molienda además de proveer un contacto íntimo entre las dos fases, permite aumentar el área de transferencia de calor, mejorando la eficiencia térmica del equipo. La corriente de aire caliente arrastrando el material finamente molido pasa a un ciclón en el cual se da el tiempo de residencia necesario para el secado y se separa la fracción gruesa del sólido, que sale por la parte inferior.

El aire con la fracción de finos sale por la parte superior a un colector de mangas o talegas en el cual se retiene el sólido. El aire filtrado y húmedo pasa a un turboventilador para finalmente salir a la atmósfera.

6.1.2. Balance de Materiales:

	Alimentación Reactor		Gases		Alimento Molino		Agua Evaporada		Producto ciclón		Finos Colector	
	Kg	%	Kg	%	Kg	%	Kg	%	Kg	%	Kg	%
Ácido Cítrico	240	36,8%										
Carbonato de Calcio	192	29,4%										
Anhidrido Carbónico	0	0,0%	132	92,0%								
Citrato Tricálcico		0,0%			315	61,9%			269	89,2%	39	89,6%
Agua		33,7%	11	7,9%	124	38,1%	152	100%	36	11%	4	10,2%
TOTAL	432		143		439		152		305		44	
Temperatura agua (°C)	40				32				42			

Rendimiento teórico: 1,4847 Kg Citrato Tricálcico Tetrahidratado/Kg Ácido Cítrico Anhidro

Rendimiento planta: 1,4542 Kg Citrato Tricálcico Tetrahidratado/Kg Ácido Cítrico Anhidro

EFICIENCIA: 97,94%

6.1.3. Caracterización del producto obtenido en el ciclón:

20

PARAMETRO		CICLÓN
Humedad @ 150 oC		11,80%
pH solución 5%		5,53
Pureza		98,40%
Granulometría	SM 80	49,5%
	SM 120	59,8%
	residuo	40,2%
Densidad (g/cc)		1,13

6.2. Obtención de Citrato Tricálcico Tetrahidratado USP utilizando Hidróxido de Calcio de alta pureza.

6.2.1. Descripción del proceso:

El proceso se compone de las mismas etapas que la prueba anterior; etapas de reacción, secado, molienda y clasificación. Se define una configuración de equipos para producción en forma continua, tal como se aprecia en el **Gráfico 8**.

En esta producción se utilizará como fuente de Calcio, Hidróxido de Calcio o Cal Hidratada tipo E de alta pureza. La etapa de reacción se realiza en un tornillo sin fin de carcasa abierta en U. La mezcla de Ácido Cítrico e Hidróxido de Calcio previamente homogenizada se alimenta a la tolva del tornillo al tiempo que se añade el agua de reacción, que en este caso se encuentra a temperatura ambiente.

La reacción es muy rápida y requiere constante agitación. La reacción es exotérmica por lo cual el sistema se calienta a temperaturas superiores a los 60 oC, sin necesidad de refrigeración. La pasta que se forma se transporta a lo largo del un tornillo sin fin, a fin de proveer el tiempo de residencia necesario para que la reacción se realice. Conforme la reacción ocurre la consistencia de la pasta cambia volviéndose cada vez más viscosa, hasta que finalmente se endurece, formando terrones muy duros de unos cuantos centímetros centímetros de diámetro.

El tiempo de residencia estimado es de alrededor de 20 minutos. A la salida del reactor la temperatura del sistema disminuye cerca de los 38 oC

El material obtenido se alimenta al sistema de secado y molienda descrito en el caso anterior, buscando una humedad final del producto entre 13 y 10 %, con un tamaño de partícula inferior a las 20 micras ($D[100]<20$).

6.2.2. Balance de Materiales:

	Alimentación Reactor		Alimento Molino		Agua Evaporada		Producto ciclón		Finos Colector	
	Kg	%	Kg	%	Kg	%	Kg	%	Kg	%
Ácido Cítrico	240	41,4%								
Hidróxido de Calcio	146	25,2%								
Anhidrido Carbónico	0	0,0%								
Citrato Tricálcico	0	0,0%	314	54,3%			145	87,6%	165	88,8%
Agua	124	33,4%	205	45,7%	223	100,0%	20	12,4%	21	11,2%
Total	510		579		223		165		186	
Temperatura agua (oC)	31		30				41		37	

Rendimiento teórico: 1,4847 Kg Citrato Tricálcico Tetrahidratado/Kg Ácido Cítrico Anhidro

21

Rendimiento planta: 1,4625 Kg Citrato Tricálcico Tetrahidratado/Kg Ácido Cítrico Anhidro

EFICIENCIA: 98,50%

6.2.3. Caracterización del producto:

PARAMETRO	CICLON	COLECTOR
Humedad @ 150 oC	12,36%	11,17%
pH solución 5%	6,01	5,48
Pureza	97,89%	97,61%
Tamaño de partícula (micras)		
D[90]	23,3	17,8
D[50]	10,7	9,2
D[10]	4,4	4,0
Densidad (g/cc)	0,746	0,652

LO QUE SE DEMANDA, PRETENDE Y REIVINDICA ES:

1. Un proceso para obtener Citrato Tricálcico Tetrahidratado conformado por las etapas de preparación de la mezcla de reactivos, reacción en fase semisólida, secado y molienda. La reacción en fase semisólida se realiza con Ácido Cítrico y una sal de Calcio, ya sea Óxido, Hidróxido o Carbonato, en una relación molar entre 1,5240 y 1,5675, con agua con temperatura entre 30 y 50 oC. La concentración de sólidos en el alimento al reactor se encuentra entre 55 y 58%. Como reactor se utiliza un tornillo sin fin con una velocidad de agitación lenta; entre 15 y 25 RPM. El tiempo de reacción está entre 20 y 28 minutos. El producto obtenido pasa a las etapas de secado y molienda, las cuales se pueden realizar en cualquiera de los equipos disponibles.