

Estudio de la Cinética de Secado del Disofenol

Jhoany ACOSTA ^{1*}, Lauro NUEVAS ¹, Rolando GONZALEZ ¹, Dora PITA ²,
Gustavo PARRA ¹ & Amador GAGO ¹

¹ Centro de Química Farmacéutica, Calle 200 y 21, Atabey, Playa,
P.O.Box 16042, Ciudad de la Habana, Cuba.

² Instituto Superior Politécnico "José A. Echeverría",
Carretera Central "Manuel Martínez Prieto", Marianao, Ciudad de la Habana, Cuba

RESUMEN. En este trabajo se reporta la modelación de la curva de equilibrio para diez modelos encontrados en la literatura, siendo los modelos de Bradley y Aguerre los que mejor describen el proceso de desorción. Se realizó la determinación de las curvas cinéticas del disofenol en un secador de laboratorio en operación discontinua, en un rango de temperaturas entre 40 °C y 80 °C y espesores del lecho de secado entre 8 mm y 15 mm. Como resultado del diseño experimental realizado se obtuvo un modelo para la determinación del tiempo de secado en función del espesor de la torta húmeda y de la temperatura del aire de secado.

SUMMARY. "Study of the Disophenol Drying Kinetics". In this work the modeling of the equilibrium curve was reported by ten models found in the literature, being the models of Bradley and Aguerre those that better they describe the desorption process. The determination of the kinetic curves of the disophenol was carried out in a laboratory dryer in discontinuous operation in a range of temperatures between 40 °C and 80 °C and bed thickness between 8 mm and 15 mm. As a result of the carried out experimental design a model was obtained for the determination of the time of drying in function of the thickness of the wet cake and the temperature of the air drying.

INTRODUCCION

El 2,6-diiodo-4-nitrofenol (disofenol, Figura 1), es un sólido de color amarillo con actividad antihelmíntica reconocida ¹, el cual presenta un espectro amplio de actividad biológica que incluye el tratamiento de la fasciolosis.

Es conocido que el disofenol se obtiene por iodación con monoclóruo de iodo en ácido acético glacial ² y que es secado en una estufa con recirculación de aire en operación discontinua a una temperatura de 60 °C; sin embargo la literatura consultada no hace mención a un estudio de secado del producto, a pesar de la importancia que tiene esta operación en el proceso tecnológico, por ser el contenido de humedad final uno de los parámetros a tener en cuenta en el control de calidad del disofenol como materia prima farmacéutica.

El contenido de humedad de equilibrio es una propiedad de los sólidos y depende solamente de las condiciones de temperatura y presión a la cual es determinada. El mismo puede ser representado por la curva de desorción, ob-

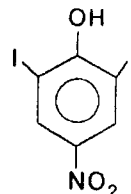


Figura 1. Fórmula estructural del disofenol.

tenida experimentalmente por métodos dinámicos o estáticos y además ser modelada por diferentes ecuaciones disponibles en la literatura ^{3, 4}.

Por otra parte la cinética (expresada como la velocidad de pérdida de masa por unidad de tiempo y área) no sólo depende del estado termodinámico sino también de las condiciones de operación (temperatura, humedad y velocidad del aire).

Las curvas de secado típicas (velocidad vs. tiempo ó velocidad vs. humedad) muestran un período de velocidad constante y otro donde la velocidad disminuye desde el contenido crítico de humedad hasta el contenido de humedad de equilibrio. El análisis de las mismas es muy im-

PALABRAS CLAVE: Cinética de secado, Disofenol, Secado

KEY WORDS: Disophenol, Drying, Drying Kinetics.

* Autor a quien dirigir la correspondencia.

portante en la caracterización del mecanismo de carga para la transferencia de masa, durante cada período de secado ⁵.

En este trabajo los objetivos propuestos son: a) ajustar la curva de equilibrio del disofenol para diez modelos muy utilizados en la industria farmacéutica, que describen la isoterma de desorción, b) realizar un estudio de la cinética del secado del disofenol en un rango de temperatura de 40 a 80 °C y de espesores de la torta húmeda entre 8 y 15 mm y c) obtener un modelo que relacione el tiempo de secado con el espesor de la torta y la temperatura del aire de secado.

MATERIALES Y METODOS

En la modelación de la isoterma de humedad del disofenol se utilizaron los valores de humedad de equilibrio reportados en la literatura ⁶, los cuales se muestran en la Tabla 1.

Humedad relativa (%)	Humedad de equilibrio (%)
43	0.057
48	0.065
62	0.11
74	0.23
79	0.24

Tabla 1. Valores de la curva humedad de equilibrio-humedad relativa, a T= 22 °C y P= atmosférica.

Para el ajuste de la curva se aplicaron: los modelos de dos parámetros de Oswin ⁷, Bradley ⁸, Henderson ⁹, Iglesias y Chirife ¹⁰, Kuhn ¹¹, Smith ¹², Chung y Pfof ¹³ y Halsey ¹⁴; el modelo de tres parámetros de Aguerre ¹⁵ y el modelo de cuatro parámetros de Peleg ¹⁶, resolviéndose los mismos mediante el empleo de un paquete de programas estadísticos. En la Tabla 2 se observan las ecuaciones de los modelos empleados.

Nombre del modelo	Ecuación del modelo	Referencias
Oswin	$X = A \left(\frac{H_r}{1 - H_r} \right)^B$	Chinnan y Beauchart, 1985
Bradley	$\ln \left(\frac{1}{H_r} \right) = BC^X$	Bradley, 1936
Henderson	$1 - H_r = \exp(-BX^C)$	Henderson, 1952
Iglesias y Chirife	$X = C \left(\frac{H_r}{1 - H_r} \right) + B$	Iglesias, 1981
Kuhn	$X = \frac{C}{\ln H_r} + B$	Labuza, 1972
Smith	$X = B - C \ln(1 - H_r)$	Smith, 1947
Chung y Pfof	$\ln(1 - H_r) = -B \exp(-CX)$	Iglesias, 1978
Halsey	$H_r = \exp\left(-\frac{B}{XC}\right)$	Halsey, 1948
Aguerre	$\psi \ln H_r = K_1 K_2^X$, donde $\psi = \left(\frac{1}{380.5} - \frac{1}{T} \right)$	Aguerre, 1989
Peleg	$X = K_1 H_r^{n1} + K_2 H_r^{n2}$	Peleg, 1992

Tabla 2. Modelos utilizados para el ajuste de la isoterma de desorción del disofenol

Parte Experimental

En el estudio de la cinética de secado del disofenol se realizó un diseño experimental con una réplica para cada experimento. Los niveles seleccionados en el mismo para la variable temperatura fueron 40 °C, 60 °C y 80 °C y para el

espesor del lecho 8, 10 y 15 mm. Todos los experimentos se realizaron en un secador de bandejas discontinuo de laboratorio MEMMERT ULM 400 donde la velocidad del aire permaneció constante (4.0 ± 0.1 m/s). La variación del valor de temperatura fijado en la cámara de secado

fue de ± 1 °C. El valor de la humedad relativa del aire de secado fue de 58 ± 4 %. Los ensayos se realizaron a presión atmosférica.

La variación del peso de la torta en el tiempo fue medida en una balanza técnica Sartorius con una precisión de $\pm 0,01$ g. Las mediciones se llevaron a cabo cada 5 min durante la primera hora del experimento y cada 20 min a partir de la misma. Se dieron por terminados los ensayos cuando al efectuarse dos mediciones sucesivas la variación del peso de las bandejas fue menor del 1 %¹⁷. Después de concluidos los mismos, las bandejas permanecieron en la estufa a 105 °C durante 12 h con el objetivo de determinar el peso seco del producto¹⁸, el cual es útil para expresar la humedad en base seca.

RESULTADOS Y DISCUSION

Isoterma de humedad

Los resultados del ajuste de la curva de desorción se muestran en la Tabla 3.

Modelo	Parámetros	error del ajuste (%)
Oswin	A = 0,076 B = 0,918	8,31
Bradley	B = -3,705 C = -1,991	1,30
Henderson	B = -2,473 C = -0,172	1,68
Iglesias y Chirife	B = 0,007 C = 0,067	7,08
Kuhn	B = 1,417 C = -5,199	22,08
Smith	B = 0,865 C = 0,202	10,12
Chung y Pfof	A = 0,029 B = -0,125 C = 1,361	1,77
Halsey	B = -4,953 C = -0,090	3,63
Aguerre	K ₁ = 0,189 K ₂ = 1,991 ψ = 0,051	1,35
Peleg	K ₁ = 0,011 K ₂ = -0,012 n ₁ = 1,668 n ₂ = 1,656	11,15

Tabla 3. Resultados obtenidos del ajuste de los modelos que describen el proceso de desorción.

Como se muestra en la tabla anterior los modelos que mejor describen la curva de desorción son el modelo de Bradley y el modelo de Aguerre, con un error de estimación relativo prome-

dio de 1,30% y 1,35%, respectivamente, los cuales garantizan para cada valor experimental un error relativo menor del 4%.

Cinética de secado

En el diseño experimental realizado para la determinación de la influencia de la temperatura y el espesor del lecho en la cinética de secado del disofenol se llevaron a cabo 16 experimentos. El error promedio de reproducibilidad obtenido en la determinación de la humedad es menor del 1%.

A modo de ejemplo la Figura 2 muestra la influencia de la temperatura del aire en la cinética de secado del disofenol. En la figura 2b y 3b para calcular los valores de humedad adimensional se utilizó el valor de humedad de equilibrio ($X_e = 0.11\%$) correspondiente a un 62% de humedad relativa del aire, ya que este valor de humedad se encuentra en el intervalo de confianza de la humedad relativa del aire de secado utilizado en los experimentos.

Como se observa en la Figura 2c un incremento en la temperatura del aire hace que se incremente la velocidad de secado, y por tanto que se pueda disminuir el tiempo de exposición del producto en el secador.

En la Figura 3 se ejemplifica la influencia del espesor de la torta húmeda en la cinética de secado.

La curva de velocidad de secado *vs.* humedad correspondiente a la Figura 3 muestra que un aumento en el espesor del lecho hace que disminuya la rapidez con que se elimina la humedad del sólido.

En la Figura 2c y 3c se observa que para el producto disofenol solamente aparece el período de caída del régimen o segundo período de velocidad. Cuando esto sucede la velocidad de secado se rige por la velocidad del movimiento interno de la humedad. Algunos estudios realizados del movimiento interno de la misma¹⁹ indican la posibilidad de que se sigan varios mecanismos de control, entre los que se destacan: la difusión, la capilaridad y los gradientes de presión producidos por la contracción o encogimiento.

Por otra parte los valores experimentales obtenidos en los diferentes ensayos fueron ajustados a partir del desarrollo de un modelo (ecuación 1) que relaciona el contenido de humedad con el tiempo²⁰; en todos los casos fueron significativos los coeficientes del modelo para un nivel de significación del 90% y las ecuaciones adecuadas.

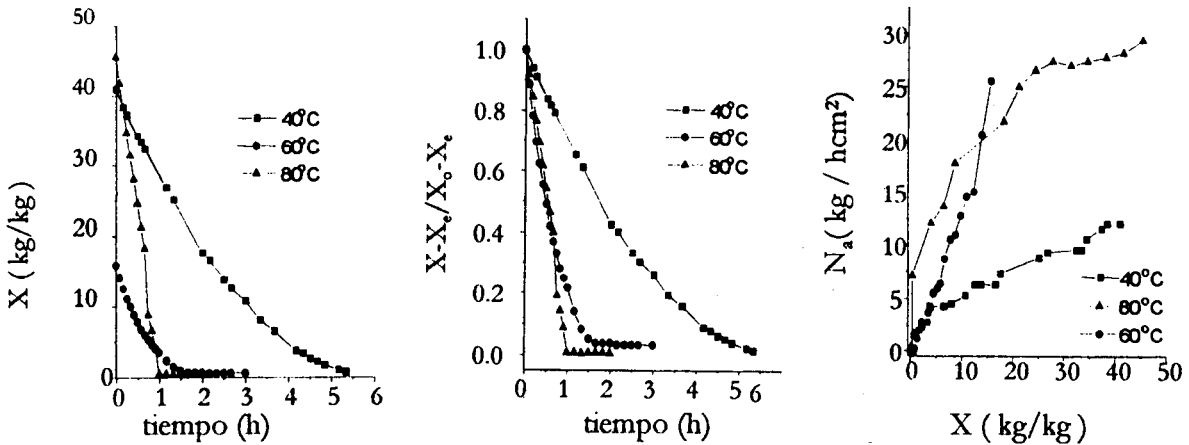


Figura 2. Influencia de la temperatura del aire en la cinética de secado del disofenol para un espesor del lecho de 15 mm. a) contenido de humedad vs tiempo, b) humedad adimensional vs tiempo, c) velocidad de secado

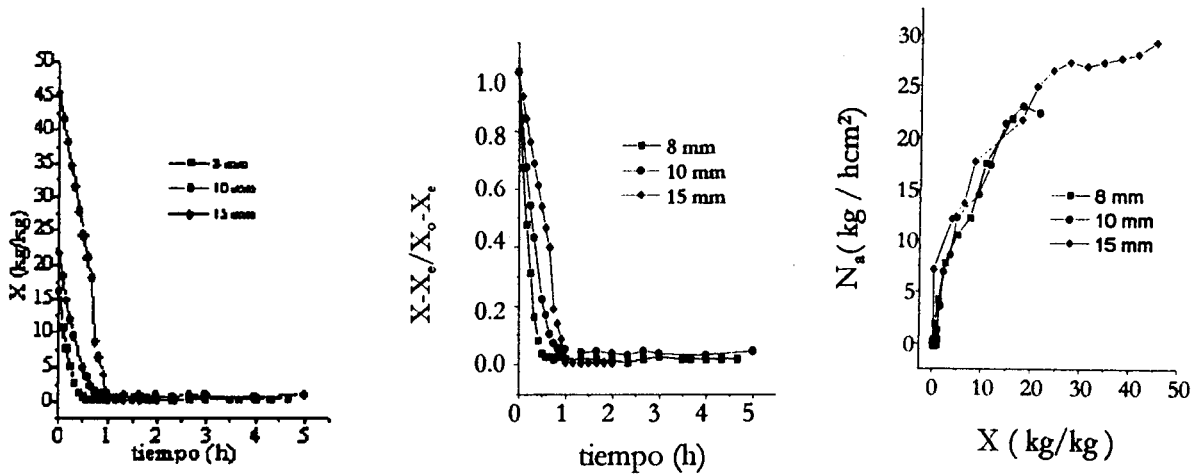


Figura 3. Influencia del espesor del lecho en la cinética de secado del disofenol para una temperatura de 80 °C. a) contenido de humedad vs tiempo, b) humedad adimensional vs tiempo, c) velocidad de secado vs contenido de humedad.

$$X = A \cdot \exp(-B \cdot t/A) \quad (ec. 1)$$

Una vez obtenido el valor de los coeficientes A y B del ajuste de los datos de cada ensayo, se evaluó el modelo para obtener el tiempo de secado correspondiente a una humedad del sólido del 1%, el cual representa el contenido de humedad final que es permitido en el control de calidad del disofenol como materia prima farmacéutica. Los valores de tiempo de secado calculados por el modelo anterior son los que constituyen la data que forma parte en el diseño de experimento, y que se muestran en la Tabla 4.

Con los resultados del diseño de experimento y a partir de la regresión cuadrática múltiple de los factores se obtiene un modelo que describe el secado del disofenol (ecuación 2).

$$t = A \times \text{espesor} - B (\text{espesor} \times \text{temperatura}) \quad ec. 2$$

Experimento	espesor (mm)	temperatura (°C)	tiempo (min.)
1	8	40	89
2	15	40	243
3	8	60	76
4	10	60	110
5	15	60	135
6	8	80	30
7	10	80	65
8	15	80	132

Tabla 4. Resultados del diseño de experimento.

En la prueba de significación de los coeficientes se utilizó el criterio de la t de Student y se comprueba la adecuación del modelo por el estadígrafo F de Fisher para una probabilidad del 90%. En la Tabla 5 se muestran los resulta-

dos del ajuste realizado. Como se observa en la misma, el término de mayor significación en el modelo es aquel que está relacionado con la variable espesor de la torta húmeda.

Variable independiente	Coefficiente	Valor de la t de Student
espesor	21, 79	6,43
espesor · temperatura	- 0,19	-3.58

coeficiente de correlación (r^2) = 0.92

Tabla 5. Resultados del ajuste del modelo.

El hecho de que la variable más significativa sea el espesor de la torta reafirma la hipótesis de que el mecanismo de transporte de humedad en el disofenol se desarrolla en el segundo período de velocidad y que por tanto la influencia de variables externas como la temperatura sea menor.

CONCLUSIONES

Se encontró que los modelos de Bradley y Aguerre son los que mejor describen la curva de

equilibrio del proceso de desorción del disofenol.

Se estudió la influencia de la temperatura del aire y del espesor de la torta en la cinética de secado del disofenol, resultando el espesor de la torta la variable más significativa.

Se obtuvo un modelo que permite determinar a presión atmosférica el tiempo de secado para una humedad final del sólido del 1%, con una velocidad y humedad relativa del aire de secado de $4,0 \pm 0,1$ m/s y 58 ± 4 % respectivamente, en un rango de temperaturas de 40°C-80 °C y para espesores del lecho entre 8 y 15 mm.

NOTACION

- X- contenido de humedad (kg/kg)
- Xe - contenido de humedad de equilibrio (kg/kg)
- Xo - contenido de humedad inicial (kg/kg)
- Xcr - contenido de humedad crítico (kg/kg)
- X-Xe/Xo-Xe- contenido de humedad adimensional
- Hr - humedad relativa del aire (%)
- A, B, C, K₁, K₂, n₁, n₂, Ψ , constantes de los modelos
- t- tiempo de secado (h)
- Na- velocidad de secado (kg/h cm²)
- T- temperatura del aire de secado (°C)
- δ - espesor del lecho (mm)
- P- presión atmosférica

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. Mc Kellar, Q.A. & L.D.B. Kinabo (1991) "The pharmacology of flukcidal drugs", British-Vet.J. **147**: 306-21
2. Adachi, K. & T. Ichino (1974) Japan Patent N° 7414, 437 (Cl. 16C423) Katsura Chemical Co. Ltd., 5 pp.
3. Iglesias, O. , A. García & J.L. Bueno (1990) "Determination of water/agar-agar adsorption-desorption isotherms". Chisa'90. 7th International Drying Symposium, págs. 1-10
4. Park, K.J., L.F.T. Alonso, R.A. Rodríguez & C.M.S. Scavroni (1996) "Desorption isotherms of red ginger (SHO-GA): Experimental determination and evaluation of mathematical models". Drying '96. Proceedings of the 10 th International Drying Symposium (IDS'96). Vol. B. págs. 1023-8
5. Vian, A. & J. Ocon. (1977) "Elementos de Ingeniería Química". Editorial Pueblo y Educación, La Habana, págs. 485-7
6. Acosta, J., A. Paneque, L. Nuevas & G. Parra. (1997) *Acta Farm. Bonaerense* **16**: 31-6
7. Chinnan, M.S. & L.R. Beauchat (1985) *Lebensm-Wiss u-Tech.* **18**: 83-8
8. Bradley, R.S. (1936) *J. Am. Chem. Soc.* **60**: 309-10
9. Henderson, S.M. (1952) *Agric. Eng.* **33**: 29-30
10. Iglesias, H. A.& J. Chirife (1981) *Lebensm. Wiss. u- Technol.* **14**: 105-6
11. Labuza, T.P, S. Mizrahi & M. Kasel (1972) *Trans. ASAE* **15**: 150-1
12. Smith, S.E. (1947) *J. Am. Chem. Soc.* **69**: 646-7
13. Iglesias, H.A. & J. Chirife (1978) *J. Food Technol.* **13**:159-161
14. Halsey, G. (1948) *J. Chem. Phys.* **16**: 931-2
15. Aguerre, R.J., C. Suárez & P.Z. Viollaz (1989) *Lebensm-Wiss.u-Technol.* **22**:192-195
16. Peleg, M. (1992) *J. Food Proc. Eng.* **16**: 21-37
17. Molnár, K. (1992) "Experimental Techniques in Drying", in "Handbook of Industrial Drying". (A.S. Mujumdar, ed.), Marcel Dekker Inc, Quebec, págs. 50-59
18. Salgado, M.A., A. Lebert, H.S. García, J. Munchnik & J.J. Bimbenet (1994) *Drying Technology* **12**: 685-96
19. Perry, J.L. (1967) "Chemical and Engineers, Handbook". Edición Revolucionaria, La Habana, Vol.2, págs: 2-12, 20-16
20. Kasatkin, A.G. (1985) "Operaciones básicas y aparatos en la tecnología química". Editorial Pueblo y Educación. La Habana, págs:316-7