





**MAESTRÍA EN INGENIERÍA QUÍMICA  
BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA**

**ACTA DE REVISIÓN, LIBERACIÓN E IMPRESIÓN DE TESIS**

Nombre del Estudiante: Celia Ramírez Ramos

Matricula: 212470806

Nombre del Asesor: Dra. Mayra Ruíz Reyes

Nombre del Coasesor: M.I. Francisco Manuel Pacheco Aguirre

**Título de la Tesis:**

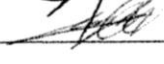
DISEÑO Y SIMULACIÓN DEL PROCESO DE CRISTALIZACIÓN DE AZÚCAR  
EN UN SISTEMA BATCH CON AGITADOR DE PASO VARIABLE

Por medio de la presente, los integrantes de la Comisión Revisora expresamos que hemos leído y revisado el manuscrito de esta tesis de maestría, por lo que **estamos de acuerdo en que se proceda con su impresión definitiva y que el estudiante presente su defensa y examen de grado en horario y lugar que se indica más abajo.**

Presidente: Dr. Irving Israel Ruiz López

Firma: 

Secretario: Dr. Álvaro Sampieri Croda

Firma: 

Vocal (1): Dra. Mayra Ruíz Reyes

Firma: 

Vocal (2): M.I. Francisco Manuel Pacheco Aguirre

Firma: 

FECHA DE EXAMEN: 11 Diciembre 2014

HORA: 5:00 pm.

DÍA DE LA SEMANA: Jueves

LUGAR: Facultad de Ingeniería Química



**BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE  
PUEBLA**

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**“DISEÑO Y SIMULACIÓN DEL PROCESO DE  
CRISTALIZACIÓN DE AZÚCAR EN UN SISTEMA  
BATCH CON AGITADOR DE PASO VARIABLE”**

**TESIS DE MAESTRÍA**

**PARA OBTENER EL GRADO DE  
MAESTRO EN INGENIERÍA QUÍMICA**

Presenta:

**I.Q. CELIA RAMÍREZ RAMOS**

Asesor de Tesis:

**DRA. MAYRA RUIZ REYES**

Coasesor de Tesis:

**M.I. FRANCISCO MANUEL PACHECO AGUIRRE**

Puebla, Pue. Noviembre de 2014.

**BUAP**

## ÍNDICE DE CONTENIDO

|   |     |
|---|-----|
| NOMENCLATURA.....   | iii |
| INTRODUCCIÓN.....   | 1   |
| 1.1 ANTECEDENTES .....                                    | 2   |
| 1.2 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA .....                      | 3   |
| 1.3 JUSTIFICACIÓN .....                                   | 5   |
| 1.4. OBJETIVOS GENERALES Y ESPECÍFICOS DEL PROYECTO ..... | 7   |
| 1.5 HIPÓTESIS.....  | 7   |
| MARCO TEÓRICO .....                                       | 8   |
| 2.1 DEFINICIÓN DE CRISTALIZACIÓN .....                    | 9   |
| 2.2 NUCLEACIÓN.....                                       | 10  |
| 2.3 CRECIMIENTO DE CRISTALES.....                         | 11  |
| 2.4 VARIABLES DE OPERACIÓN EN LA CRISTALIZACIÓN .....     | 12  |
| 2.4.1 Sobresaturación .....                               | 13  |
| 2.4.2 Temperatura .....                                   | 14  |
| 2.4.3 Agitación .....                                     | 15  |
| 2.5 CALIDAD DEL AZÚCAR .....                              | 17  |
| 2.6 COMPORTAMIENTO REOLÓGICO.....                         | 17  |
| METODOLOGÍA.....  | 20  |
| 3.1 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL .....                        | 21  |
| 3.1.1 Pruebas Experimentales .....                        | 21  |
| 3.1.2 Caracterización de la Suspensión.....               | 22  |
| 3.1.3 Cinéticas de Cristalización.....                    | 25  |
| 3.1.4 Diseño del Agitador .....                           | 27  |
| 3.2 MODELACIÓN Y SIMULACIÓN.....                          | 41  |
| 3.2.1 Consideraciones para el Sistema Agitado.....        | 41  |
| 3.2.2 Formulación del Modelo.....                         | 42  |
| RESULTADOS .....  | 45  |
| 4.1 CARACTERIZACIÓN DE LA SUSPENSIÓN.....                 | 46  |
| 4.1.1 Determinación de Viscosidad.....                    | 46  |

|   |     |
|---|-----|
| 4.1.2 Propiedades de la Mezcla y Números Adimensionales. .... | 50  |
| 4.1.3 Diseño Preliminar del Agitador.....                     | 52  |
| 4.2 DISEÑO DE AGITADOR DE PASO VARIABLE.....                  | 53  |
| 4.2.1 Filosofía y Diagrama de Flujo del Proceso .....         | 54  |
| 4.2.2 Diseño de la Propela del Agitador.....                  | 56  |
| 4.2.3 Diseño del Eje del Agitador .....                       | 58  |
| 4.2.4 Diseño del Mecanismo de Paso Variable.....              | 64  |
| 4.3 EVALUACIÓN DE AGITADOR DE PASO VARIABLE .....             | 72  |
| 4.4 MODELACIÓN DEL PROCESO DE TRANSPORTE DE MASA .....        | 81  |
| 4.4.1 Resultados Paso Constante de 45° .....                  | 82  |
| 4.4.2 Resultados Paso Constante de 90° .....                  | 86  |
| 4.4.3 Resultados Paso Variable de 0° a 45° .....              | 89  |
| 4.4.4 Resultados Paso Variable de 0° a 90° .....              | 94  |
| 4.4.5 Análisis Comparativo en los Resultados del Modelo.....  | 98  |
| CONCLUSIONES .....  | 102 |
| BIBLIOGRAFÍA .....  | 104 |

# NOMENCLATURA

$A_s$ : Área específica de la partícula ( $\text{cm}^2$ )

$^{\circ}\text{Bx}$ : Grados Brix de la solución

$C$ : Concentración en peso de sacarosa ( $\%p$ )

$C$ : Distancia del agitador con respecto a la tapa inferior del recipiente (m)

$C_l$ : Concentración de azúcar en fase continua ( $g\text{ cm}^{-3}$ )

$C_p$ : Concentración de azúcar perteneciente a la fase discreta ( $g\text{ cm}^{-3}$ )

$CS$ : Concentración de sólidos suspendidos, ( $g\text{ cm}^{-3}$ )

$C_{ss}$ : Concentración de sobresaturación ( $g\text{ cm}^{-3}$ )

$C_{s,T}$ : Concentración de azúcar en una solución saturada a la temperatura de interés, ( $g\text{ cm}^{-3}$ )

$C_{s,T_{ref}}$ : Concentración de azúcar en una solución saturada a la temperatura de referencia ( $g\text{ cm}^{-3}$ )

$d_e$ : Diámetro del eje (m)

$d_{et}$ : Diámetro teórico del eje (m)

$D, Da$ : Diámetro de propela (m)

$D_{if}$ : Difusividad del azúcar ( $\text{cm}^2\text{ s}^{-1}$ )

$e$ : espesor de la paleta (m, mm)

$e_p$ : Espesor nominal comercial ( $mm, m$ )

$E$ : Módulo de elasticidad ( $\text{Nm}^{-2}$ )

$E_a$ : Energía de activación, ( $\text{KJ mol}^{-1}$ )

$E_f$ : Eficiencia de la junta

$E_s$ : Esfuerzo permisible máximo en tensión ( $\text{MPa}$ )

$E_x$ : Masa de azúcar en exceso (g)

$F$ : Carga lateral al eje (N)

$F_{pt}$ : Factor Mpt

$FS_\sigma$ : Factor de seguridad de esfuerzo (Pa)

$FS_\tau$ : Factor de seguridad de tensor ( $\text{Nm}^{-2}$ )

$g$ : Aceleración de la gravedad ( $9.81 \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )

$h_p'$ : Altura parte angosta de la paleta ( $m$ )

$H$ : Altura de diseño ( $m$ )

$H_i$ : Altura de operación ( $m$ )

$J$ : Momento polar de inercia ( $\text{m}^4$ )

$K_L$ : Coeficiente global de transferencia de masa ( $\text{cm s}^{-1}$ )

$l_p$ : Longitud parte angosta de la paleta ( $m$ )

$L_e$ : Longitud del eje ( $m$ )

$L_p$ : Longitud de la paleta ( $m$ )

$m_{eq}$ : Masa equivalente (Kg)

$m_{ex}$ : Masa de la propela (Kg)

$m_l$ : Masa del eje (Kg)

$M_f$ : Momento de deflexión (Nm)

$M_{pt}$ : Torque del agitador modificado (Nm)

$M_t$ : Torque del agitador (Nm)

$\tilde{M}_t$ : Torque nominal del agitador (Nm)

$N$ : Velocidad de rotación (rps, rpm)

$N_{Fr}$ : Número de Froude,  $\frac{DN^2}{g}$

$N_Q$ : Número de flujo

$N_p$ : Número de Potencia,  $\frac{P}{\rho N^3 D^5}$

$N_{Re}$ : Número de Reynolds,  $\frac{\rho ND^2}{\mu}$

$N_{Rep}$ : Numero de Reynolds de partícula

$N_{Sc}$ : Numero de Schmidt

$N_{Sh}$ : Numero de Sherwood

$N_{js}$ : Velocidad de agitación mínima para la suspensión de sólidos (rpm, rps)

$P$ : Potencia mínima requerida para el agitador (Watt)

$\check{P}$ : Potencia nominal del motor (Watt)

$P_i$ : Presión interna (Pa)

$Q$ : Flujo de descarga del agitador. (cm<sup>3</sup> s<sup>-1</sup>)

$r$ : radio del eje (m, mm)

$R$ : Constante de los gases

$R_s$ : Altura de techo y fondo ( $m$ )

$S$ : Factor de relación de  $(\frac{T}{D\alpha})^a$  donde  $a$  es una constante igual a 0.82

$St$ : Presión permisible máxima de trabajo (Pa)

$S_y$ : Límite de fluencia (Nm<sup>-2</sup>)

$t$ : Tiempo (s)

$t_i$  : Espesor nominal comercial ( $mm, m$ )

$T$ : Temperatura de la sustancia. (°C, K)

$T_E$ : temperatura en equilibrio

$T_s$ : Temperatura de referencia (°C, K)

$T$ : Diámetro interior del cilindro ( $m$ )

$\nu$ : Viscosidad cinemática de la solución (cm<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>)

$V_m$ : volumen de la alícuota, (cm<sup>3</sup>)

$V$ : Volumen de diseño del recipiente (cm<sup>3</sup>)

$V_T$ : Volumen total de la suspensión ( $cm^3$ )

$W$ : Altura de la paleta ( $m$ )

$W_A$ : Peso del filtro más los sólidos, (g)

$W_B$ : Peso del filtro sin muestra, (g)

$W_M$ : Peso del filtro más la muestra, (g)

$X_C$ : Fracción masa de sólidos suspendidos (cristales)

$X_S$ : Fracción masa de la solución

$y_{max}$ : Deflexión máxima (m)

### **Alfabeto griego**

$\alpha$ : Ángulo de inclinación de paletas

$\dot{\gamma}$ : Velocidad de deformación ( $s^{-1}$ )

$\varepsilon$ : Porosidad de la suspensión

$\eta, \eta_m$ : Viscosidad aparente de la sustancia

$\Delta C$ :  $C_p - C_l$  ( $g\ cm^{-3}$ )

$\mu$ : Viscosidad de la sustancia ( $Pa\ s$ )

$\mu_0$ : Viscosidad de la solución a temperatura infinita ( $Pa\ s$ )

$\rho, \rho_m$ : Densidad de la sustancia ( $Kg\ m^3$ )

$\rho_c$ : Densidad del cristal, ( $g\ cm^{-3}$ )

$\rho_{eje}$ : Densidad del material del eje ( $Kg\ m^3$ )

$\rho_p$ : Densidad del material ( $Kg\ cm^{-3}$ )

$\rho_m$ : Densidad de la muestra, ( $g\ cm^{-3}$ )

$\rho_s$ : Densidad de la solución, ( $g\ cm^{-3}$ )

$\sigma_{eje}$ : Esfuerzo calculado sobre el eje (MPa)

$\sigma_{paleta}$ : Esfuerzo calculado sobre la paleta (MPa)

$\sigma_{max}$ : Esfuerzo de deflexión máximo calculado (MPa)

$\sigma_{max-eje}$ : Esfuerzo máximo permisible del material del eje (MPa)

$\sigma_{max-paleta}$ : Esfuerzo permisible máximo en tensión (MPa)

$\tau$ : Esfuerzo cortante en la interface del fluido (Pa)

$\tau_{paleta}$ : Tensión de corte calculado en la paleta ( $Nm^{-2}$ )

$\tau_{propela}$ : Tensión de corte calculado en la propela ( $Nm^{-2}$ )

$\tau_{max}$ : Tensión de corte máximo calculado ( $Nm^{-2}$ )

$\tau_{max-eje}$ : Tensión de corte máximo para material del eje ( $Nm^{-2}$ )

$\omega$ : Velocidad angular ( $rad\ s^{-1}$ )

$\omega_c$ : Velocidad crítica (rps, rpm)

---

# Capítulo 1

## INTRODUCCIÓN

En éste capítulo se plantean los antecedentes relevantes en cuanto a la aplicación de sistemas agitados en la cristalización de azúcar, así como la problemática que se presenta en dichos sistemas; se señalan las razones que justifican la elaboración del presente trabajo, así como los objetivos que se cubrieron para su realización y se establece la hipótesis planteada al inicio del proyecto, la cual motivó a contribuir a la solución de la problemática antes mencionada.

## 1.1 ANTECEDENTES

La cristalización de azúcar (*Saccharum spp*) ha sido ampliamente estudiada en el pasado por varios autores, [Velázquez, *et al.*, 2009; Quintana, *et al.*, 2008; Quintana, *et al.*, 2004] los cuales han señalado y evaluado las variables de operación que delimitan al proceso de fabricación de azúcar, dentro de las que destacan la sobresaturación, temperatura y agitación. Se ha establecido que la sobresaturación debe existir a lo largo del proceso; que la temperatura es una condición fundamental a controlar en el caso de cristalización por sobreenfriamiento; y la agitación se evalúa a diferentes cambios de velocidad angular. Para ésta última variable de operación, se ha reportado [Kacunic, *et al.*, 2013] que la agitación forma parte del diseño eficiente de los cristalizadores, ya que influye considerablemente en el comportamiento hidrodinámico del sistema; tanto en el tipo de agitador como en la velocidad angular del mismo, aspectos que limitan o favorecen la evolución adecuada del cristal [Kacunic, *et al.*, 2013].

Ante la dificultad de mantener suspensiones homogéneas en sistemas con agitación mecánica y evitar la desintegración de partículas, debido a su colisión con las paredes del recipiente o del impulsor promoviendo la nucleación secundaria y deficiencias en los mecanismos de transporte, se han desarrollado investigaciones respecto al efecto de la intensidad de agitación sobre la eficiencia en la suspensión de sólidos en el proceso de cristalización [Nienow, 1985; Hartel y Randolph, 1986; Hartel, *et al.*, 1986; Zuoliang and Seppo, 2000]. Para evitar la práctica convencional de incrementar la velocidad de giro del impulsor para aumentar la turbulencia en la mezcla, en este trabajo se presenta el desarrollo y aplicación de un mecanismo de agitación que permite ajustar el régimen de flujo a lo largo del proceso, mediante el cambio en la inclinación de las paletas del impulsor, a lo que se le denomina agitador de paso variable; para el diseño se determinó la viscosidad y densidad de la mezcla a diferentes condiciones.

En resumen, en el presente trabajo de tesis se propone el estudio y desarrollo de tecnología aplicada a mejores sistemas de agitación en procesos por lotes, a partir del diseño de un agitador de paso variable, que represente una alternativa en la optimización del rendimiento

o estabilidad del proceso de cristalización de azúcar por enfriamiento; a partir de datos experimentales se realiza una simulación que represente a dicho sistema agitado.

## 1.2 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La cristalización es importante en la industria química, ya que se emplea como método de purificación y de obtención de materiales cristalinos que se definen como sólidos formados por la repetición semejante de agrupaciones atómicas paralelas entre sí, a distancias respectivamente determinadas y que están dispuestas tanto de manera ordenada como equivalente; la distribución en el espacio muestran relaciones de simetría; siendo propiedades características del medio cristalino ser periódico, homogéneo y anisotrópico. [Cortes *et al.*, 2006]. Dentro de las aplicaciones dadas al proceso de cristalización se encuentra la producción de azúcar de caña, en donde esta operación unitaria es el corazón del proceso de manufactura. Sin embargo, la comercialización de azúcar a partir de la caña de azúcar enfrenta serias dificultades ante el fenómeno de la globalización, así como la incorporación en el mercado de edulcorantes bajos en calorías en diversas presentaciones, aunado a las agresivas campañas publicitarias sobre los peligros del consumo de azúcar [Aguilar y Roman, 2006].

Por otro lado, las etapas que conforman el proceso de producción de azúcar de caña generalmente se encuentran automatizadas; no obstante, durante el monitoreo del proceso se ha observado que el operario aún requiere aplicar manualmente acciones correctivas ante escenarios irregulares durante el proceso para conseguir la normalización del mismo [Fuente *et al.*, 1999]; dichas irregularidades están relacionadas con los mecanismos de nucleación y crecimiento de cristales, como es el caso de la aglomeración de los cristales, ya que disminuye el rendimiento del proceso y la calidad del producto. Se busca reducir los efectos de dicho problema tomando en cuenta que la intensidad de la agitación tiene un impacto significativo en la aglomeración de cristales, ya que como lo describe la bibliografía [Wang *et al.*, 2012], la velocidad de corte del líquido tiene dos efectos opuestos en la aglomeración; por un lado, con el aumento de velocidad de agitación el líquido aumenta el esfuerzo cortante en la solución, y por consiguiente aumentan las colisiones de partículas; por otro lado, el aumento de la fuerza de corte en el fluido puede llegar a

ocasionar la ruptura de partículas de mayor tamaño y eso perjudica al crecimiento de cristales, así mismos puede inhibir la formación de núcleos, ya que la transferencia de materia por convección se puede llegar a ver afectada por una agitación acelerada.

A partir de las problemáticas mencionadas anteriormente, se origina que los países productores de azúcar de caña tengan que disminuir costos de producción mediante la optimización del proceso de fabricación; el programa de reingeniería del proceso del azúcar debe plantear una cuidadosa y técnicamente fundamentada selección de las instalaciones industriales de óptimo funcionamiento operacional y mayor eficacia productiva tomando en cuenta las siguientes opciones [Aguilar y Roman, 2006]:

1. Transferir la tecnología que permita reducir el consumo de energía, sin afectar la producción del azúcar.
2. Desarrollar tecnologías que permitan una mayor producción de azúcar. Introducir innovaciones tecnológicas en la industria con el objetivo de asegurar, en cantidad y calidad, la producción de azúcar.
3. Aumentar la eficiencia de los diferentes procesos empleados en la producción de azúcar para aumentar la recuperación de los azúcares que entran en la fábrica y el rendimiento en azúcar de la industria.

De los puntos anteriores se busca profundizar la investigación al respecto, enfocándose en el segundo y tercer punto para cubrir los estándares de calidad que demanda la cristalización de azúcar y que, a su vez, se ven afectados significativamente por las condiciones de operación a las que se lleva a cabo el mismo; por lo tanto, es importante monitorear las variables de proceso tales como: sobresaturación, temperatura y agitación [Sander y Prlic, 2011.]; mismas que afectan directamente a los mecanismos de formación de cristales, ya que éstas dan lugar a la nucleación, y contribuyen al crecimiento de los cristales; sin embargo, este último se gobierna por los fenómenos difusivos que tienen lugar en el seno de la solución. Estos fenómenos difusivos se ven favorecidos o inhibidos por la hidráulica del sistema [Kacunic *et al.*, 2013.], la cual está representada por la agitación, ya que establece la distribución de los cristales en la solución y delimita la velocidad de difusión en las partículas de azúcar.

Por consiguiente, es necesario establecer las condiciones de operaciones óptimas que favorezcan al proceso de cristalización; como primera instancia, se busca promover la formación y crecimiento de cristales, conservar una buena distribución de los mismos y disminuir la formación de aglomeraciones de cristales que tengan lugar durante el proceso. Por lo tanto, se considera importante el desarrollo de conocimiento teórico, enfocado a establecer las condiciones de agitación que favorezcan a los mecanismos de nucleación y crecimiento de cristales, así como a los fenómenos difusivos presentes en la cristalización; integrado a la innovación de tecnología dentro del mismo campo, que permitan llevar a cabo el desarrollo de dicho conocimiento con el fin de mejorar el proceso de cristalización de azúcar.

### 1.3 JUSTIFICACIÓN

La cristalización solido-liquido, como operación unitaria ha sido estudiada ampliamente los últimos años, teniendo en cuenta todos los factores que intervienen en la misma han surgido varias líneas de investigación al respecto, todas enfocadas a la optimización del proceso.

En muchos estudios [Velázquez *et al.*, 2009; Quintana *et al.*, 2004; Quintana *et al.*, 2008] se han considerado las variables del proceso que favorecen la calidad de azúcar durante su fabricación, las cuales son sobresaturación, temperatura y agitación. Se puntualizó que la sobresaturación debe existir a lo largo del proceso; que la temperatura es una condición fundamental a controlar en el caso de cristalización por sobreenfriamiento; y en la agitación generalmente se analiza en cuanto a su velocidad angular. Para éste último caso, el efecto de la agitación en la cristalización de azúcar no se analiza a detalle, a pesar que está involucrada en todos los aspectos de esta operación; incluyendo la nucleación, crecimiento del cristal, suspensión de cristales y la distribución del tamaño de los cristales (DTC) [Kacunic *et al.*, 2013]. En relación con este aspecto, se ha comprobado que la agitación forma parte del diseño eficiente de los cristalizadores, para el cual es necesario conocer el comportamiento hidrodinámico del flujo en el mismo; para tal caso la geometría del cristizador debe ser considerada y la forma de la propela tiene una gran influencia en las condiciones hidrodinámicas del sistema, ya que éste y la velocidad de agitación determinan el régimen de flujo en el sistema [Kacunic *et al.*, 2013].

Dentro del mismo contexto, el estudio de la cristalización de soluciones señala aspectos que permiten la optimización de los procesos de cristalización, mismos que se enumeran a continuación [David *et al.*, 2013].

1. En tanques agitados la dependencia de parámetros relacionados con la velocidad de agitación, la viscosidad del líquido y el tamaño de partícula, difieren según el régimen de flujo al que pertenece el sistema.
2. El tipo de aglomeraciones que se presentan en los sistemas están relacionados con el tipo de solución y el régimen de flujo presente.
3. La tasa de crecimiento de los cristales varía durante el proceso como consecuencia del agotamiento de las mieles.
4. El aumento de la velocidad de difusión del soluto conduce a la alta frecuencia de colisión entre el cristal y agregados.

A partir de los aspectos señalados, se identifica que las condiciones de mezclado y la hidrodinámica del sistema son factores que pueden favorecer o inhibir la formación de cristales conservando una buena distribución de los mismos. Sin embargo, los avances tecnológicos con respecto a la cristalización de azúcar se limitan al estudio de sistemas con agitación convencional en la cual se varía la velocidad angular del mismo. Por lo tanto, se propone que en base a la teoría de soluciones se desarrolle nueva tecnología aplicada a la cristalización de azúcar, donde la variable del proceso no sea la velocidad de agitación sino el régimen de flujo del sistema, mismo que tiene lugar a partir de la modificación in situ de la inclinación de las paletas constituyentes del impulsor, a lo cual se le denomina agitador con propela de paso variable.

Consistente con lo mencionado anteriormente, en el presente trabajo de tesis se propone el estudio y desarrollo de tecnología aplicada a mejores sistemas de agitación en procesos intermitentes, a partir del diseño de un agitador de paso variable, que represente una alternativa en la optimización del rendimiento o estabilidad del proceso de cristalización de azúcar por enfriamiento, y a partir de datos experimentales obtenidos evaluar el proceso mediante simulación.

#### 1.4. OBJETIVOS GENERALES Y ESPECÍFICOS DEL PROYECTO

##### *Objetivo General:*

1. Diseñar y evaluar un agitador con propela de inclinación variable para un sistema de tanque agitado, cuya aplicación está enfocada a la cristalización de azúcar por enfriamiento; la eficiencia del mismo se evalúa a partir de las cinéticas de cristalización del proceso, y la distribución del tamaño en los mismos.

##### *Objetivos Específicos:*

1. Determinar experimentalmente las cinéticas de cristalización de azúcar a dos condiciones diferentes de enfriamiento de la mezcla, con un agitador tipo convencional a temperatura de enfriamiento constante.
2. Diseñar el agitador de inclinación de la propela variable.
3. Obtener experimentalmente las cinéticas de cristalización de azúcar a diferentes cambios de inclinación en la propela del agitador, a condiciones constantes de velocidad angular en el agitador y temperatura de enfriamiento.
4. Determinar experimentalmente las cinéticas de cristalización de azúcar con paso variable en la propela del agitador, a condiciones constantes de velocidad angular en el agitador y temperatura de enfriamiento.
5. Seleccionar la mejor condición de agitación en base a las cinéticas de cristalización, evaluando velocidad máxima de cristalización y la estabilidad del sistema.
6. Desarrollar y resolver un modelo que represente el proceso de cristalización en el lenguaje del software *Matlab*, a partir de los datos experimentales.
7. Realizar la simulación del proceso de cristalización.

#### 1.5 HIPÓTESIS

La variación de la hidrodinámica del fluido del proceso de cristalización en sistemas agitados, a partir de la sustitución de un agitador tipo convencional por un agitador con propela de paso variable, favorecerá a los mecanismos de transferencia de masa y calor en las etapas de nucleación y crecimiento del cristal, permitiendo mejorar la evolución del cristal en el proceso de cristalización por enfriamiento de soluciones.

---

## Capítulo 2

# MARCO TEÓRICO

En el presente capítulo se exponen los aspectos básicos y las variables que delimitan al proceso de cristalización por enfriamiento, tales como temperatura de enfriamiento, sobresaturación y agitación. Posteriormente se presenta un enfoque relacionado con la cristalización de azúcar; para finalmente describir los antecedentes relacionados con el comportamiento reológico de las suspensiones de azúcar.

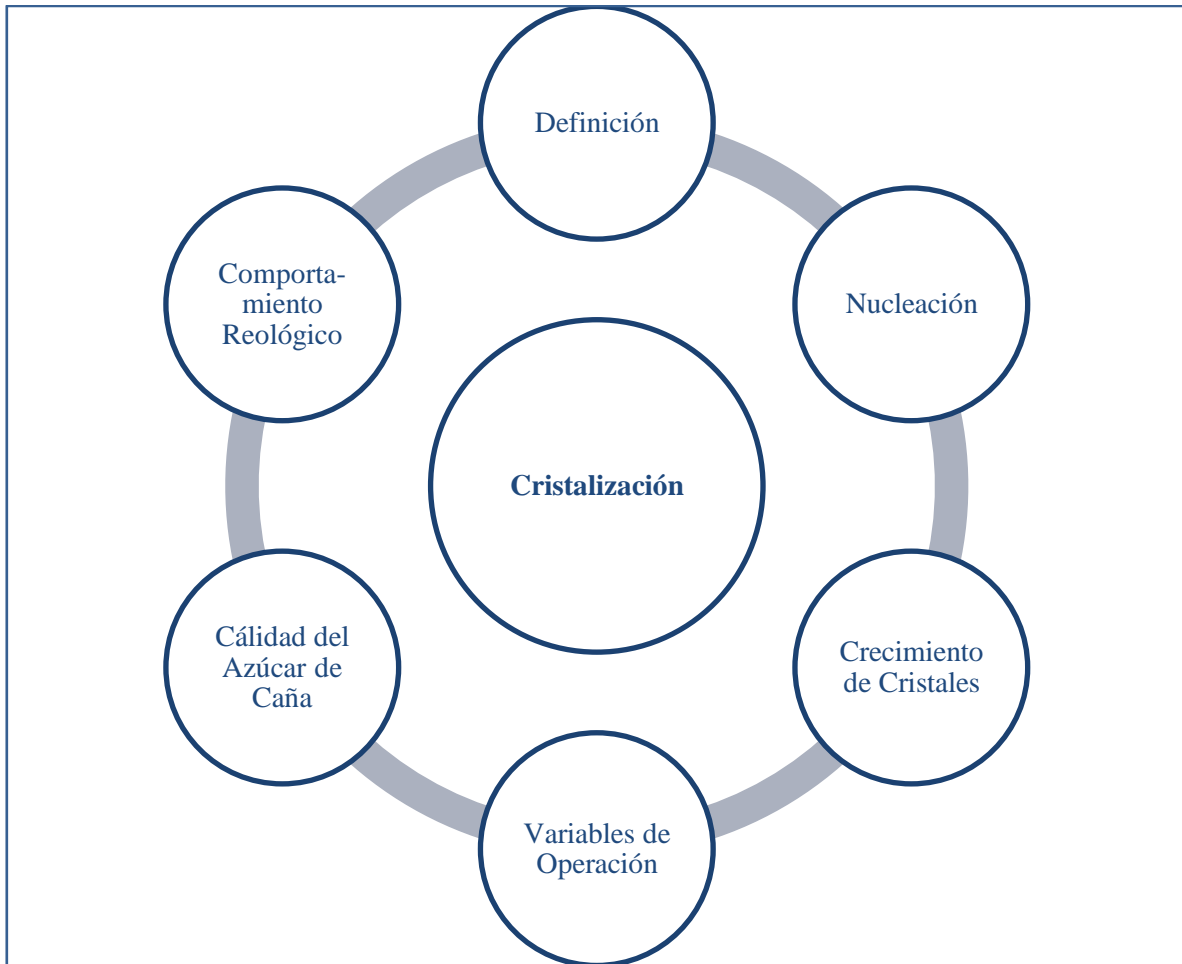


Figura 2.1. Etapas del desarrollo del marco teórico

## 2.1 DEFINICIÓN DE CRISTALIZACIÓN

La cristalización es un proceso en el que se realiza un cambio de fase, pasando de un sistema relativamente desordenado, que es la solución, a un sistema mucho más ordenado que es el cristal [Grases *et al.*, 2000]. Por otra parte, se define a los sólidos cristalinos ideales como las partículas constituyentes de átomos, iones o moléculas, perfectamente ordenadas en una red cristalina cuya posición en el espacio es característica de la naturaleza de la sustancia. La forma de los cristales tiende a ser característica de una determinada sustancia; sin embargo, no es una condición necesaria, ya que ésta puede formar cristales de características diferentes. La mayoría de los cristales se consideran anisotrópicos ya que sus propiedades mecánicas, eléctricas, magnéticas y ópticas pueden variar de acuerdo con la

dirección en la que se miden [Mullin, 2001]. La teoría aceptada actualmente sobre la formación de cristales se basa en que éstos se forman en dos etapas principales, que pueden llevarse a cabo de manera simultánea o independiente. La primera de ellas es la formación de núcleos, conocida como nucleación, la segunda etapa corresponde al crecimiento de los núcleos llamada crecimiento del cristal.

## 2.2 NUCLEACIÓN

La nucleación es la primera etapa en la formación de cristales ya que da lugar al fenómeno de cristalización, se considera el resultado de fluctuaciones rápidas localizadas de las unidades constituyentes de la nueva fase, que generan la formación de núcleos cristalinos; que debido a sus rápidos movimientos estas partículas reciben el nombre de unidades cinéticas, las cuales penetran con frecuencia en el campo de fuerza de otra, o dos unidades cinéticas se unen momentáneamente; lo normal es que se separen inmediatamente, pero si se mantienen unidades se le pueden unir sucesivamente otras partículas; las combinaciones de este tipo reciben el nombre de agregados. La unidad de partículas de una en una, a un agregado constituye una reacción en cadena que se puede considerar como una serie de reacciones químicas reversibles hasta formar núcleos [Mullin, 2001].

Los núcleos se encuentran en equilibrio inestable, ya que si pierden unidades se disuelven y si las ganan se transforman en un cristal. Por lo que se define como etapas de formación de un cristal las siguientes [McCabe *et al.*, 1991]:

Unidad cinética => agregado => embrión => núcleo => cristal

Dentro de las clasificaciones en las que se divide la nucleación se toman dos principales, relacionados con la presencia de sólidos en la solución, tal clasificación se observa en la Figura 2.2 [Zempoaltecatl, 2006].

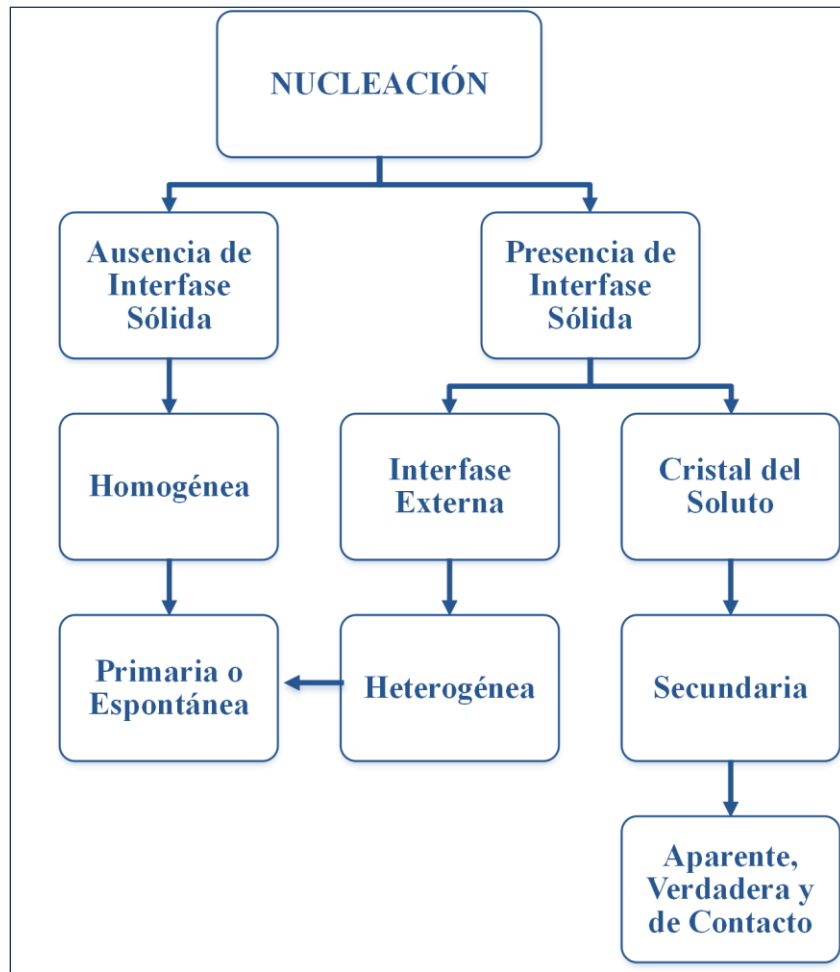


Figura 2.2. Clasificación de los tipos de nucleación.

### 2.3 CRECIMIENTO DE CRISTALES

La ley de crecimiento de los cristales de McCabe (1985) demostró que todos los cristales geoméricamente similares de un mismo material en una misma solución crecen a la misma velocidad. El crecimiento se mide como el aumento de longitud ( $\Delta L$ ) de la dimensión lineal de un cristal, este aumento de longitud se refiere a las distancias equivalentes desde el punto de vista geométrico de todos los cristales. El aumento es independiente del tamaño inicial de los cristales originales, siempre y cuando todos ellos estén sujetos a las mismas condiciones del medio circundante [Geankoplis, 1998]; la velocidad de crecimiento de una cara cristalina es la distancia de desplazamiento por unidad de tiempo en dirección perpendicular a dicha cara. El crecimiento de cristales es un proceso de superposición de

capas, y puesto que sólo se puede verificar en la superficie exterior de la cara cristalina, el soluto debe ser transportado desde la solución general hasta dicha superficie.

La ley de McCabe es altamente idealizada y poco realista en todos los casos, ya que el coeficiente de transferencia de materia es aproximadamente constante solamente para un limitado intervalo de diámetros de las partículas. Por lo tanto, cuando la resistencia a la transferencia de materia es significativa, cabe esperar una velocidad de crecimiento constante para cristales con un tamaño comprendido entre 50 y 500  $\mu\text{m}$ . [Geankoplis, 1998].

Para el crecimiento de los cristales se llevan a cabo una serie de etapas que se enumeran como sigue [Zempoaltecatl, 2006]:

1. Transporte del soluto de la solución a la superficie del cristal.
2. Adsorción en la superficie del cristal.
3. Difusión sobre la superficie.
4. Fijación en un escalón.
5. Difusión a través del escalón.
6. Integración en el cristal en un punto de pliegue.
7. Difusión de las moléculas del solvente fuera de la superficie del cristal.
8. Liberación del calor de cristalización incluyendo su transporte lejos del cristal.

El crecimiento de cristales ocurre ya que las moléculas en los cristales se mantienen unidas unas con las otras por las fuerzas de atracción que actúan con las mismas, de manera que se depositan en las diversas caras del cristal de una forma regular; dichas fuerzas de atracción son las fuerzas de van der Waals y enlaces covalentes o iónicos [Mortimer, 1983]; en el caso de los cristales de azúcar las fuerzas de atracción corresponden a las fuerzas de van der Waals.

## 2.4 VARIABLES DE OPERACIÓN EN LA CRISTALIZACIÓN

Existen diversas maneras de cristalizar una solución, sin embargo para fines de este trabajo se enfoca el análisis a la cristalización de soluciones sobreenfriadas en tanques agitados;

para el cual se consideran tres principales variables de operación, que dan lugar a la formación y crecimiento de cristales, dichas variables son la sobresaturación, la temperatura y la agitación.

### 2.4.1 Sobresaturación

La sobresaturación es la fuerza motriz que permite la formación de cristales, por lo tanto es importante que exista a lo largo del proceso de cristalización. La teoría cualitativa de la cristalización fue explicada por primera por Miers (1927); quien postuló que cuanto mayor es el grado de sobresaturación, más grandes son las posibilidades de formación de núcleos. En un diagrama de Miers o de solubilidad de la Figura 2.3 se observa como varía la concentración de soluto en el solvente en función de la temperatura [Geankoplis *et al.*, 1998].

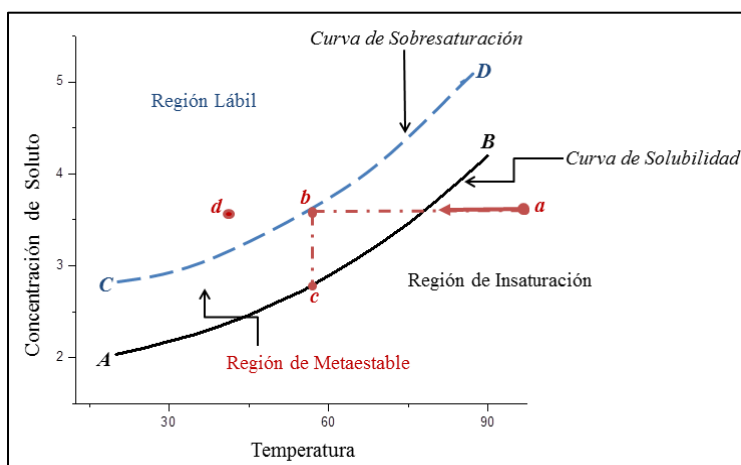


Figura 2.3. Explicación cualitativa de Miers del proceso de cristalización.

Del diagrama de Miers se distinguen tres zonas:

1. Zona insaturada. Ubicada bajo la curva AB de saturación, (punto *a*); en ella no es posible el fenómeno de nucleación ni crecimiento, por el contrario, si existen cristales se da el proceso de disolución.

2. Zona metaestable. Se encuentra limitada por la curva de solubilidad CD y la curva de sobresaturación AB, en ella ocurre el crecimiento de núcleos y también es posible la nucleación si existen cristales o núcleos sembrados en la solución.
3. Zona sobresaturada o lábil. Está por arriba de la curva de saturación CD (punto *d*), en ella también se lleva a cabo el crecimiento de núcleos, aunque se distingue por que en ella la nucleación sucede de manera espontánea.

La posición de la curva de sobresaturación no es únicamente función de la solución, sino también de factores como el área superficial de los cristales sembrados, velocidad de enfriamiento y perturbación mecánica al sistema (agitación); por lo tanto el ancho de la zona metaestable es variable en su límite superior por diferentes curvas de sobresaturación que son posibles alcanzar en la solución [Zempoaltecatl, 2006].

#### 2.4.2 Temperatura

Para que tenga lugar la cristalización se exige un sobreenfriamiento de la solución para que se inicie el proceso de solidificación. En la Figura 2.4 se muestra el comportamiento de la temperatura en función del tiempo [Knight, 1969]; de la cual se distinguen cinco zonas en el proceso de solidificación, mismas que se detallan en la Tabla 2.1, donde  $T_E$  representa la temperatura en el equilibrio de fases.

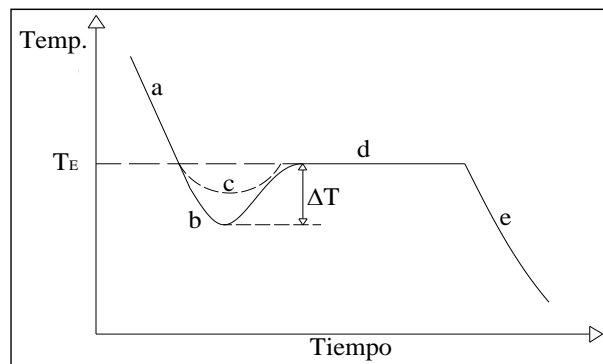


Figura 2.4. Comportamiento de la temperatura como función del tiempo en el enfriamiento.

Tabla 2.1. Zonas establecidas en el comportamiento de la temperatura como función del tiempo en el enfriamiento de soluciones

| Zona     | Transición en la Temperatura  | Etapas de cristalización en la solución         |
|----------|---|---|
| <b>a</b> | Enfriamiento del líquido a $T_E$                                      | Ninguna   |
| <b>b</b> | Sobreenfriamiento del líquido, $\Delta T$                             | Nucleación Homogénea y Crecimiento de núcleos   |
| <b>c</b> | Sobreenfriamiento del líquido, $\Delta T$                             | Nucleación Heterogénea y Crecimiento de núcleos |
| <b>d</b> | Se eleva temperatura hasta $T_E$ ,<br>Calor latente de solidificación | Crecimiento de cristales                        |
| <b>e</b> | La temperatura del sólido disminuye,                                  | Término de proceso de solidificación            |

A partir del análisis de la Figura 2.4, se observa que la temperatura juega un papel fundamental en el proceso de cristalización de soluciones, por lo tanto es una variable importante a tomar en cuenta durante el proceso.

### 2.4.3 Agitación

Los tanques agitados tienen el efecto de reducir los gradientes de temperatura y de concentración además de mantener los cristales en suspensión; es importante asegurar un buen mezclado de la solución en todo el cristalizador, ya que permite la dispersión de sólidos, la distribución de tamaño de partícula y define la densidad de la suspensión [Jones, 2002]. Algunos agitadores convencionales son mostrados en la Figura 2.5, los cuales se clasifican en agitadores de hélice, turbina, paleta, ancla y cintas helicoidales.

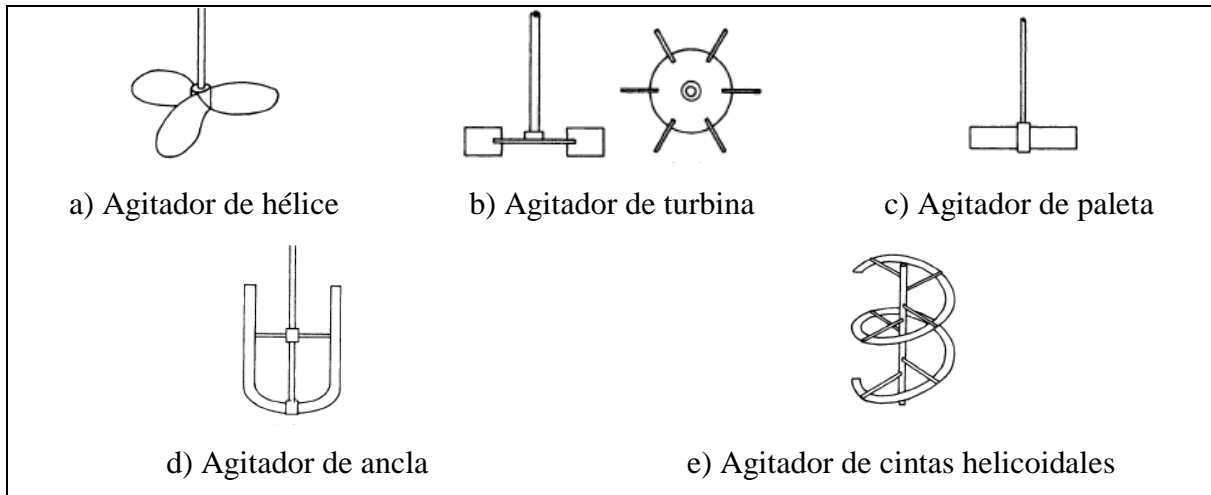


Figura 2.5. Tipos de agitadores

La gama de aplicación de los agitadores depende en gran medida de la viscosidad del líquido; en la Tabla 2.2 se muestran los tipos de agitadores que se manejan; los agitadores de hélice, turbina y paleta se utilizan generalmente para soluciones de baja viscosidad y operan a altas velocidades de rotación. Para líquidos de alta viscosidad los agitadores de ancla con una pequeña distancia a la pared son de uso frecuente, sin embargo tales sistemas no promueven la circulación a lo largo del cristalizador y en su lugar se utilizan los agitadores de cintas helicoidales, los cuales no son adecuados para dispersar partículas aglomeradas; en tales casos puede ser necesario la combinación de tipos de agitadores en el sistema agitado [Nienow *et al.*, 1997].

Tabla 2.2. Relación de tipo de agitador a utilizar en función de la viscosidad de la solución

| Tipo de Agitador    | Viscosidad   |
|---------------------|--|
| Hélice              | < 2Kg/ms   |
| Turbina             | < 50 Kg/ms   |
| Paleta              | < 100 Kg/ms  |
| Ancla               | ↓Incremento de la viscosidad ↑Incremento de la velocidad de giro |
| Cintas helicoidales | -  |

## 2.5 CALIDAD DEL AZÚCAR

En el proceso de cristalización de azúcar el rendimiento es importante, sin embargo la calidad del azúcar es lo que determina la rentabilidad del proceso, y los aspectos que caracterizan a dicha calidad son cuatro principales:

1. Morfología del cristal: las relaciones angulares, el tamaño y la forma de las caras del cristal forman parte de las propiedades a considerar en este aspecto, teniendo en cuenta que el sistema cristalográfico al que pertenecen los cristales de azúcar es al monoclinico [Chen, 1997]; mismo que es representado con tres ejes de diferentes longitud, dos de ellos perpendiculares entre sí con ángulos rectos en un plano y el tercero inclinado.
2. Distribución del tamaño de cristal (DTC): En la industria azucarera existen varios tipos de cristales de azúcar que se diferencian básicamente por el tamaño.
  - a) Azúcar grueso o arenoso: que son cristales que crecen de 1 a 2mm.
  - b) Azúcar de mesa: considerado como el grano normal que crecen de 0.25 a 0.5mm.
  - c) Azúcar granulado fino: llamado también azúcar de fruta, alcanza el tamaño de 0.1 a 0.25mm.
  - d) Azúcar en polvo: llamado también como azúcar confitero y se caracteriza por tener el tamaño de 0.01 a 0.1mm

La distribución del tamaño en todos los cristales formados es fundamental para la rentabilidad del producto.

3. Pureza del cristal: se relaciona con el aspecto uniforme entre los cristales, está fuertemente relacionado con la materia prima del proceso.
4. Color del cristal: este aspecto se ve afectado por la pureza del cristal.

## 2.6 COMPORTAMIENTO REOLÓGICO

La caracterización de soluciones permite conocer el comportamiento de las sustancias a determinadas condiciones de operación; y uno de los aspectos más importantes para

caracterizar soluciones es determinar el comportamiento reológico, ya que es un factor importante en la eficiencia de procesos. En ocasiones el comportamiento reológico resulta ser complejo, ya que la temperatura cambia a lo largo del proceso, así mismo lo hace la viscosidad; como es en el caso de la cristalización de azúcar, ya sea por evaporación o enfriamiento.

Se ha estudiado ampliamente el comportamiento reológico de soluciones de azúcar a diferentes concentraciones, [Green y Perry, 2008; Quintas, *et al.*, 2005; Rojas *et al.*, 2000; Mathlouthi y Génotelle, 1995] sin embargo se consideran soluciones de azúcar puras o sin la presencia de sólidos suspendidos y a bajas concentraciones, dichas soluciones presentan un comportamiento newtoniano, cuya dependencia de la viscosidad a la temperatura se expresa por la ecuación de Arrhenius, tal como en la Ec 2.1. [Mathlouthi y Génotelle, 1995]

$$\mu = \mu_0 \exp\left(-\frac{Ea}{RT}\right) \quad \text{Ec. 2.1}$$

Donde  $\mu$  representa la viscosidad de la solución, y el término de  $\mu_0$  se toma como el término de viscosidad de la solución a temperatura infinita.

La energía de activación mostrada en la Ec. 2.1 corresponde aproximadamente a un valor de  $17 \text{ KJ mol}^{-1}$  para soluciones diluidas y de  $102 \text{ KJ mol}^{-1}$  para concentraciones relativamente altas de sacarosa.

Posteriormente la Ec. 2.1 ha sufrido modificaciones por otros autores [Quintas, *et al.*, 2005] como se observa en la Ec. 2.2 a partir de la cual se ha reportado una buena aproximación del cálculo de la viscosidad con datos reportados en la bibliografía.

$$\mu = \frac{1}{a_{Arrh} + \frac{b_{Arrh}}{C}} \exp \left[ c_{Arrh} \exp(d_{Arrh} C) \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_s} \right) \right] \quad \text{Ec. 2.2}$$

Para la cual el término de  $C$  representa concentración en peso de sacarosa,  $T$  es temperatura de la sustancia y  $T_s$ : temperatura de referencia, y  $a_{Arrh}$ ,  $b_{Arrh}$ ,  $c_{Arrh}$ , y  $d_{Arrh}$  son parámetros determinados por un análisis de regresión no lineal.

De igual manera se cuenta con estudios relacionados con la viscosidad de soluciones concentradas y sobresaturadas de azúcar [Martinez, *et al.*, 2011; Mechetti, *et al.*, 2011; Barra, 2004], los cuales señalan que tienden a comportarse según el modelo de ley de potencias de Ostwald de Waele según la Ec. 2.3 [Mechetti,*et al.*,2011]

$$\tau = k \dot{\gamma}^n \quad \text{Ec. 2.3}$$

De la cual  $\tau$  representa el esfuerzo cortante en la interface del fluido y el elemento produce el esfuerzo (*Pas*);  $\dot{\gamma}$  es la velocidad de deformación ( $s^{-1}$ ) y  $k$ ,  $n$  son constantes dependientes de la naturaleza viscosa de la sustancia

Entonces dado que la viscosidad es igual al cociente del esfuerzo cortante entre la velocidad de deformación, la expresión para la viscosidad a partir de la ecuación anterior se puede expresar tal como la Ec.2.4

$$\mu = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = k \dot{\gamma}^{n-1} \quad \text{Ec. 2.4}$$

Por otra parte un modelo que ha demostrado predecir la viscosidad de manera muy aproximada el comportamiento de soluciones concentradas de azúcar es el de Williams, Landel Ferry (WLF) en 1995, el cual se basa en la teoría del volumen libre. [Barra, 2004]. Actualmente se conoce una nueva versión de dicho modelo que permite mayor exactitud en cierto intervalo de soluciones altamente concentradas [Quintas, *et al.*, 2005], eligiendo una adecuada temperatura de referencia; el modelo WLF es representado con la Ec. 2.5.

$$\log \mu = a_{WLF} \exp^{b_{WLF} C} + \frac{c_{WLF} \exp^{d_{WLF} C} (T - T_s)}{c_2 + (T - T_s)} \quad \text{Ec. 2.5}$$

Para la cual la viscosidad de la sustancia ( $\mu$ ) se calcula con la concentración en peso de sacarosa: ( $C$ ) considerando la temperatura de la sustancia ( $T$ ) y una determinada temperatura de referencia ( $T_s$ ) y los términos de  $a_{WLF}$ ,  $b_{WLF}$ ,  $c_{WLF}$ ,  $d_{WLF}$  y  $c_2$  son parámetros determinados por un análisis de regresión no lineal

# Capítulo 3

## METODOLOGÍA

La metodología que se llevó a cabo en el presente trabajo se divide en dos etapas; la primera corresponde a la etapa experimental, en la cual se realizó la determinación de las cinéticas de cristalización de azúcar de diferentes experimentos y se considera el diseño del agitador de paso variable; además ésta etapa se desarrolló en las instalaciones del Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Facultad de Ingeniería. Química de la BUAP. La segunda etapa consta del planteamiento del modelo y simulación del proceso de cristalización a partir de los datos obtenidos en la primera etapa de la investigación.

En la figura 3.1 se observa la síntesis de la metodología que se llevó a cabo para la realización de este proyecto.

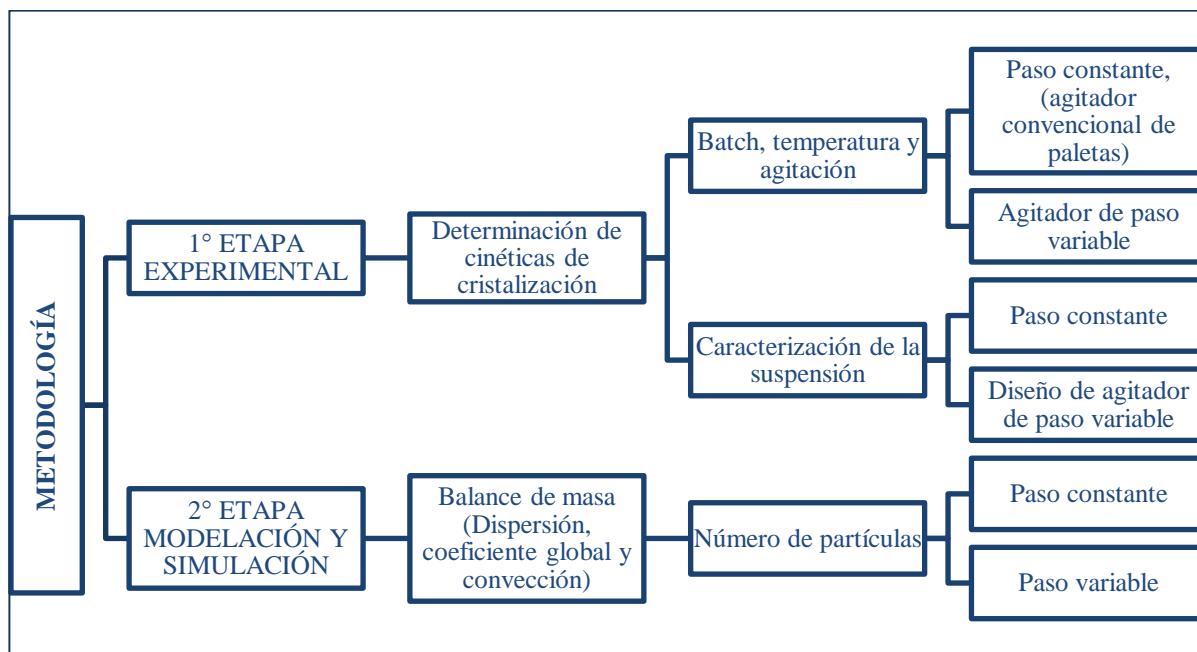


Figura 3.1. Metodología a desarrollar en el trabajo

### 3.1 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Las pruebas experimentales de cristalización de azúcar se realizaron en un tanque enchaquetado de geometría cilíndrica, cuyo material es de vidrio borosilicato y de capacidad de 1000 cm<sup>3</sup>. El flujo de agua por el enchaquetado es controlado por una válvula que regula el paso de agua de calentamiento (358.15±2 K) a un flujo de 4.2723x10<sup>-6</sup> m<sup>3</sup> s<sup>-1</sup>, o agua de enfriamiento (295.15 K o 281.15±2 K) a un flujo de 1.66 x10<sup>-5</sup> m<sup>3</sup> s<sup>-1</sup>, según se requiera. El tanque cuenta con un sensor de temperatura ubicado a 8 cm por debajo del nivel de la solución y a 3 cm alejado de la pared del recipiente; el puerto de muestreo se encuentra equidistante al sensor de temperatura.

#### 3.1.1 Pruebas Experimentales

La cristalización de azúcar por enfriamiento se llevó a cabo a partir de la preparación de 950 cm<sup>3</sup> de una solución acuosa de azúcar a una concentración inicial de 3.65 g por cada

mililitro de agua. Para su preparación se empleó 1050 g de azúcar estándar disuelta en 295 cm<sup>3</sup> de agua desionizada a una temperatura de 358.15 K. El azúcar se obtuvo del Ingenio Emiliano Zapata (Zacatepec, Morelos) zafra 2012-2013.

La solución de azúcar se alimentó a un tanque previamente acondicionado a una temperatura 358.15 K en el enchaquetado y agitación constante de 120 rpm, durante la alimentación se presentó un enfriamiento natural alcanzando una temperatura de 353.15±2K como condición final en el llenado del reactor, posteriormente se tomó la primera muestra para establecer la concentración inicial de sólidos suspendidos. Posteriormente la solución sufre un enfriamiento natural hasta alcanzar los 343.15 K temperatura a partir de la cual empieza a circular agua de enfriamiento a 281.15 K en el enchaquetado para dar inicio a un enfriamiento forzado.

### **3.1.2 Caracterización de la Suspensión.**

Para el diseño preliminar del agitador y la elección del material de construcción, se realizaron pruebas de cristalización de azúcar a una temperatura del agua enfriamiento de 295.15 K para determinar la concentración de sólidos suspendidos, densidad y viscosidad de la mezcla durante el proceso de cristalización, y para la agitación se empleó un impulsor convencional de 4 aspas planas a 90° de inclinación con respecto al eje horizontal durante todo el experimento, a una velocidad de agitación de 120 rpm, durante 5 h.

Durante el experimento se determinó la viscosidad de la suspensión empleando un viscosímetro *Brookfield Dial modelo RVT, USA*. Así mismo, se tomaron muestras de la suspensión antes y después de la medición de viscosidad. Cada muestra es de 2 cm<sup>3</sup>, la cual se destina para determinar la concentración de sólidos suspendidos, y la densidad mediante gravimetría.

#### *3.1.2.1 Determinación de viscosidad.*

En la determinación de la viscosidad se acoplo el viscosímetro *Brookfield RV* al tanque, como se muestra en la Figura 3.2, tomando lecturas por triplicado.

Debido a que las mediciones de viscosidad se realizaron en el mismo periodo que la toma de muestras para la determinación de sólidos suspendidos, las lecturas obtenidas por el viscosímetro permiten analizar la viscosidad de la suspensión a lo largo del experimento como consecuencia del cambio en la concentración de sólidos suspendidos durante la cristalización característica de las condiciones de agitación y enfriamiento; a partir de la determinación de dicha propiedad se determinará el esfuerzo mecánico, máximo y mínimo a los cuales están sujetos las secciones del agitador.

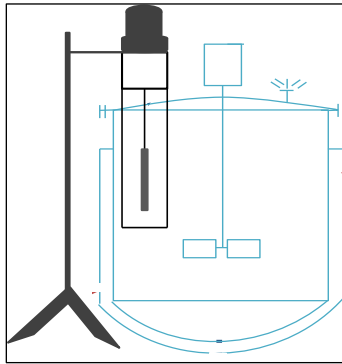


Figura 3.2. Sistema de medición de viscosidad

### 3.1.2.2 Determinación de la densidad experimental y teórica

Para cada muestra se tomó una alícuota de  $2 \text{ cm}^3$  y se colocó en un filtro de celulosa con diámetro de poro de  $2 \mu\text{m}$ , y se pesaron los filtros con la muestra en una balanza marca Adventure<sup>TM</sup> Pro, modelo OHAUS, USA. Para el cálculo de la densidad experimental de la muestra se emplea la Ec.3.1.

$$\rho_m = \frac{W_M - W_B}{V_m} \quad \text{Ec.3.1}$$

Para la cual  $\rho_m$  representa la densidad de la muestra,  $W_M$  es el peso del filtro más la muestra,  $W_B$  es el peso del filtro sin muestra y  $V_m$  es el volumen de la alícuota.

El cálculo de la densidad teórica de la suspensión se realizó mediante la Ec. 3.2. En donde, la densidad de cristal ( $\rho_c, 1.587 \text{ g cm}^{-3}$ ) y la densidad de la solución líquida ( $\rho_s$ ), la cual

se calcula a partir de la correlación experimental de la Ec.3.3, se obtuvieron de datos reportados en la bibliografía [Mullin, 2001].

Ec.3.2

$$\rho_{teo} = \rho_s X_s + \rho_c X_c$$

$$\rho_s = 0.0123^\circ Bx^3 - 2.3824^\circ Bx^2 + 157.75^\circ Bx - 2231.3 \quad \text{Ec.3.3}$$

Para las cuales  $\rho_s$  es la densidad de la solución, ( $\rho_c$ ) es la densidad del cristal,  $^\circ Bx$  es la concentración de la solución en grados Brix y los términos  $X_c$  y  $X_s$  son la fracción masa de sólidos suspendidos (cristales) y la fracción masa de la solución respectivamente.

### 3.1.2.3 Determinación de concentración de sólidos suspendidos.

La alícuota previamente obtenida para determinar la densidad experimental, filtró y se lavó, a partir de una solución etanol-agua al 96% v/v; para después someter los filtros junto con los sólidos obtenidos a un proceso de secado en un horno de placas de convección natural marca Lumistell<sup>MR</sup>, modelo HTP-72, México; a una temperatura de 45°C por 6 horas. Posteriormente se reservaron en un desecador hasta que los filtros alcancen la temperatura ambiente, y se procede a pesar los filtros con la muestra seca para calcular la concentración de sólidos suspendidos a partir de la Ec. 3.4.

$$CS = \frac{W_A - W_B}{V_m} \quad \text{Ec.3.4}$$

Para la cual CS representa la concentración de sólidos suspendidos,  $W_A$  es el peso del filtro más los sólidos,  $W_B$  es el peso del filtro sin muestra y  $V_m$  es el volumen de la alícuota.

La fracción de sólidos se obtiene a partir de la Ec. 3.5 y la fracción de la solución (fase líquida de la mezcla) mediante la Ec. 3.6.

$$x_c = \frac{C_{s,T_{ref}} - C_{s,T}}{\rho_{H_2O} + (C_{s,T_{ref}})} \quad \text{Ec.3.5}$$

$$x_s = 1 - x_c \quad \text{Ec.3.6}$$

Donde  $C_{s,T_{ref}}$  es el término que refiere a la concentración de azúcar en una solución saturada a la temperatura de referencia,  $C_{s,T}$  es la concentración de azúcar en una solución saturada a la temperatura de interés, calculada a partir de la correlación de la Ec.3.7, obtenida a partir de los datos reportados por Mullin (2001).

$$C_{s,T} = A_{1,1}e^{\left(\frac{-T}{A_{2,1}}\right)} + A_{3,1} \quad \text{Ec.3.7}$$

Para la cual  $C_{s,T}$  es la concentración de azúcar a la temperatura de saturación  $T$  y  $A_{1,1}$ ,  $A_{2,1}$ , y  $A_{3,1}$  son parámetros determinados a partir de la regresión (0.0011, -46.4544 y 1.4119 respectivamente); y el ajuste de la correlación con respecto a los datos reportados es de 0.9954

En este trabajo, la temperatura de referencia es de 353.15 K, que corresponde al estado inicial de la solución preparada para los experimentos de cristalización, por lo que, la concentración de saturación a la temperatura de referencia ( $C_{s,T_{ref}}$ ) es  $3.62g_{azúcar}cm_{agua}^{-3}$

Por último se define la concentración de la solución de azúcar que corresponde a la concentración de sólidos suspendidos, y se calcula a partir de la Ec. 3.8 [Martinez, *et al.*, 2011]

$$°Bx = \frac{\text{masa del soluto}}{\text{masa de la solución}} 100 = \frac{C_{s,T}}{C_{s,T} + \rho_A V_A} 100 \quad \text{Ec.3.8}$$

### 3.1.3 Cinéticas de Cristalización.

Para evaluar el efecto del agitador cuya inclinación (con respecto al eje horizontal) de las paletas cambia a lo largo del experimento (paso variable) en comparación con agitador cuya inclinación de paletas se mantiene constante a lo largo de la prueba (paso constante), se llevaron a cabo experimentos de cristalización de azúcar a cinco diferentes condiciones de inclinación en las paletas del impulsor de las cuales se determinó la concentración de sólidos suspendidos y densidad de la suspensión durante la cristalización, todas las pruebas

se realizaron con agua de enfriamiento a 295.15 K en el enchaquetado y velocidad de agitación constante de 120 rpm, durante 5 h. En la Tabla 3.1 se observan las condiciones de operación en el impulsor del agitador.

Tabla. 3.1 Condiciones del agitador en cada experimento.

| Experimento | Paso del impulsor | Inclinación de paletas | Tipo de agitador |
|-------------|-------------------|------------------------|------------------|
| 1           | Constante         | 0°                     | IH               |
| 2           | Constante         | 45°                    | PBT              |
| 3           | Constante         | 90°                    | SBT              |
| 4           | Variable          | 0 a 45°                | IH a PBT         |
| 5           | Variable          | 0 a 90°                | IH a SBT         |

SBT: Propela de paleta recta, PBT: Propela de paleta inclinada, IH: Agitador hidropalano

Las condiciones en el desarrollo experimental se determinaron de la siguiente manera:

1. Agitación: ésta variable se manejó en un solo nivel, el cual corresponde a una velocidad angular mayor a la mínima requerida teóricamente para obtener una completa suspensión de sólidos ( $N_{js}$ ), y menor a la velocidad angular que pueda provocar el rompimiento o disolución de cristales de forma significativa.
2. Temperatura de enfriamiento: corresponde a la temperatura promedio de 281.15 K. la cual se determinó por limitación del equipo.
3. Tipo de agitador: Se utilizó un agitador cuyo impulsor está conformado por dos paletas, mismas que cuentan con un mecanismo que les permite el cambio de la inclinación con respecto al eje horizontal, permitiendo que se pueda dar el cambio de paso en el impulsor, abarcando tres tipos de agitadores convencionales en un solo agitador y la combinación entre ellos (paso variable), los cuales se conocen como:
  - a. Propela de paleta recta: por sus siglas en inglés SBT (Straight blade turbine).
  - b. Propela de paleta Inclinada: por sus siglas en inglés PBT (Pitched blade turbine).

- c. Agitador hidropalano: por sus siglas en inglés IH (Hydrofoil impeller)

Para la realización de este proyecto se tuvo la consideración de que el volumen y la temperatura de enfriamiento permanecieron constantes a lo largo de las pruebas experimentales, para las cuales los datos generados fueron almacenados de manera automática y continua en intervalos de tiempo establecidos. Para reducir el error experimental, para cada condición experimental se realizó su correspondiente réplica.

#### *3.1.3.1 Condiciones de operación de agitador de paso variable*

Para el caso de paso variable de 0 a 45° de inclinación de las paletas del impulsor, la posición inicial de las paletas en el experimento es de 0° de inclinación, desde la temperatura de 80 a 70°C, posteriormente la velocidad de cambio en la inclinación de las paletas es de 0.75° de inclinación por cada grado en el descenso de la temperatura de la suspensión, hasta alcanzar la posición de 45° de inclinación en las paletas, misma que se mantiene constante hasta finalizar el experimento.

En el caso de paso variable de 0 a 90° de inclinación de las paletas del impulsor, la posición inicial de las paletas en el experimento es de 0° de inclinación, desde la temperatura de 80 a 70°C, posteriormente la velocidad de cambio en la inclinación de las paletas es de 1.5° de inclinación por cada grado en el descenso de la temperatura de la solución, hasta alcanzar la posición de 90° de inclinación en las paletas, misma que se mantiene constante hasta finalizar el experimento.

#### **3.1.4 Diseño del Agitador**

El diseño del agitador de paso variable se clasificó en cuatro partes principales, las cuales se enumeran a continuación y se observan en la Figura 3.2

1. Determinación de propiedades de la suspensión.
2. Selección del material de construcción.
3. Dimensionamiento y diseño del agitador.
4. Diseño del mecanismo de paso variable.

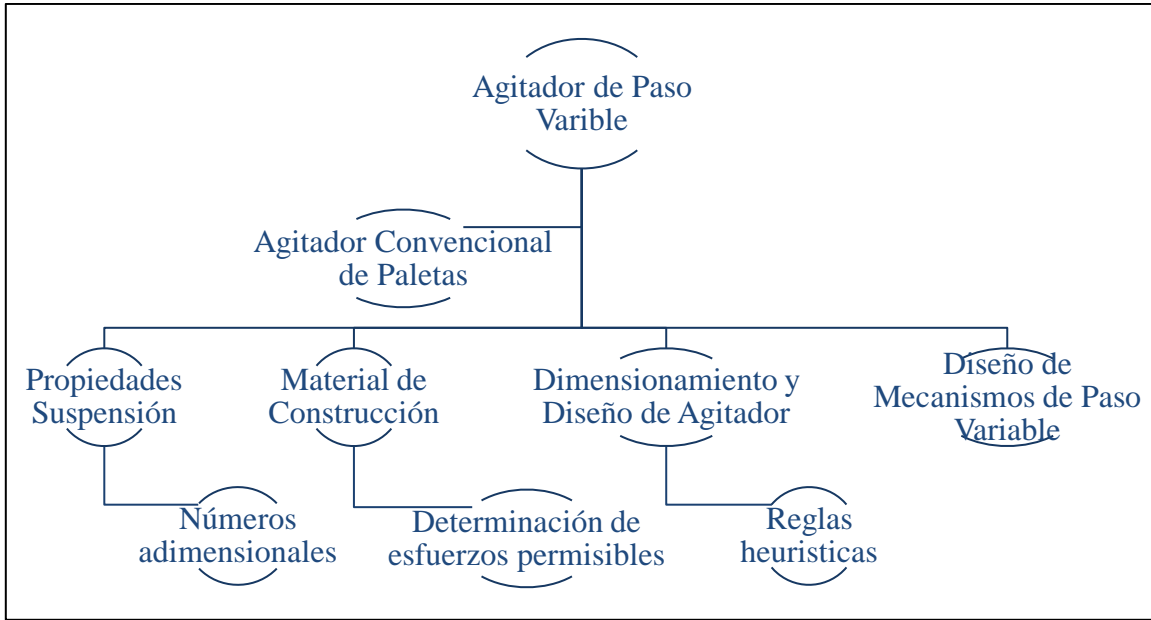


Figura 3.2. Pasos a seguir en el diseño del agitador

### 3.1.4.1 Determinación de números adimensionales.

El requerimiento de potencia del agitador para un sistema agitado se determina a partir de las propiedades de la mezcla y dimensiones del tanque [Nienow *et al.*, 1997], tal como se muestra en la Ec. 3.9.

$$P = f(\rho, \mu, g, NH, D, T, W, H, \text{otras dimensiones}) \quad \text{Ec. 3.9}$$

Actualmente se analizan los números adimensionales cuyas variables describen el comportamiento hidrodinámico en determinadas geometrías del recipiente, como se observa en la Ec. 3.10 [Nienow *et al.*, 1997].

$$\frac{P}{\rho N^3 D^5} = f\left(\frac{\rho N D^2}{\mu}, \frac{N^2 D}{g}, \frac{T}{D}, \frac{W}{D}, \frac{H}{D}, \text{etc.}\right) \quad \text{Ec. 3.10}$$

donde:

$\frac{P}{\rho N^3 D^5}$ : es el número de Potencia,  $N_p$ ,

$\frac{\rho ND^2}{\mu}$ : es el número de Reynolds,  $N_{Re}$

$\frac{DN^2}{g}$ : es el número de Froude,  $N_{Fr}$

El  $N_{Fr}$  es importante en situaciones donde se presentan la formación de vórtices en el sistema mezclado, sin embargo dicha expresión se puede despreciar cuando se presentan valores del  $N_{Re}$  menores a 300 [Nienow *et al.*, 1997].

Con el fin de conocer si el término de  $N_{Fr}$  puede ser despreciable en el sistema se terminó su valor a partir de la Ec. 3.11

$$N_{Fr} = \frac{DN^2}{g} \quad \text{Ec.3.11}$$

El  $N_{Re}$  se calculó a partir de la Ec. 3.12, tomando en cuenta los valores de densidad y viscosidad a diferentes temperaturas, obtenidos de la caracterización de la suspensión.

$$N_{Re} = \frac{\rho D^2 N}{\mu} \quad \text{Ec.3.12}$$

A partir de la curva de  $N_p$  como función del número de Reynolds para un agitador de paletas en un tanque sin mamparas [Ludwing, 1999], se determinó el  $N_p$  mediante la correlación obtenida de la Ec. 3.13.

$$N_p = 125.36(N_{Re}^{-0.842}) \quad \text{Ec.3.13}$$

Para el cálculo de la Potencia ( $P$ ) se empleó la Ec. 3.14

$$P = \rho N_p N^3 D^5 \quad \text{Ec.3.14}$$

En los sistemas agitados el impulsor actúa como una bomba de flujo radial o axial según corresponda, ya que es el que genera la descarga del fluido o velocidad de flujo ( $Q$ ) de la mezcla lo que genera la circulación de la misma a través del recipiente, generando mayor turbulencia en la región circundante al impulsor y decae en regiones lejanas al impulsor, situaciones que pueden afectar en sistemas donde existe transferencia de masa [Nienow *et*

al., 1997]. Dado que es el caso en el sistema que aquí se estudió se determinó dicha velocidad de flujo con la Ec. 3.15 [Ludwing, 1999 y Giraldo, 2011].

$$Q \cong 0.325 ND^3 \quad \dots \quad \text{Ec.3.15}$$

No hay información disponible en la literatura sobre el flujo generado por diferentes impulsores, ya que la velocidad de circulación a través del recipiente no será necesariamente el mismo que el del flujo alrededor del impulsor, por ello se relaciona dicho valor con la posición del impulsor en el tanque, y las expresiones para calcular  $Q$  pueden variar entre ellas, por lo tanto se utiliza otro término denominado número de flujo o coeficiente de bombeo del impulsor, el cual establece la relación entre  $Q$  con la dimensión y velocidad del agitador tal como se observa en la Ec. 3.16 [Ludwing,1999].

$$N_Q = \frac{Q}{ND^3} \quad \text{Ec. 3.16}$$

Es importante mencionar que el valor de la velocidad de descarga  $Q$  es un valor útil cuando se relaciona con variables de proceso, tal como el tiempo de mezclado.

#### *3.1.4.2 Selección del material de construcción.*

La selección del material de construcción se realiza de acuerdo al esfuerzo máximo permisible del mismo, y comparándolo con el esfuerzo mínimo requerido al cual está sujeto el agitador durante la cristalización ya que las condiciones de la suspensión a mezclar cambian a lo largo del experimento; otro factor que se considera es el costo de los materiales de construcción. En este caso de estudio se seleccionó placas de aluminio de 1mm de espesor para las construcción de las paletas en la propela, y una barra circular de 2mm de espesor de acero al carbón grado 55 para el eje del agitador, ya que de acuerdo a lo señalado en la sección II y VIII del código ASME (materiales de construcción) el esfuerzo máximo permisible es de 113,763.524.kPa, para el acero al carbón y de 65,000kPa para el aluminio [Megyesy, 1992].

El esfuerzo mínimo requerido que se necesita para la agitación de la suspensión a lo largo del experimento se calcula a partir de las propiedades de la mezcla, mismas que se

relacionan por la Ec. 3.17, con la cual se calcula el torque al que se somete el agitador ( $M_t$ ), [Ludwing,1999].

$$M_t = \frac{P}{\omega} \quad \text{Ec. 3.17}$$

Se determinó el torque para cada paleta del impulsor durante el experimento con la Ec. 3.18 y posteriormente se calculó el esfuerzo generado en la paleta, para compararlo con el esfuerzo máximo permisible del aluminio y obtener el factor de seguridad, para ello se utilizó la Ec. 3.19, se consideró  $\tau_{propela} = M_t$ .

$$\tau_{paleta} = \frac{\tau_{propela}}{\text{No.de propelas}} \quad \text{Ec. 3.18}$$

$$\sigma_{paleta} = \frac{\tau_{propela}}{W e^2} \quad \text{Ec.3.19}$$

Por último se calculó el esfuerzo mínimo necesario que necesitó el eje del agitador durante la prueba experimental para compararlo con el esfuerzo máximo permisible del acero al carbón grado 55, y con la consideración que el eje del agitador es un cilindro sólido de longitud  $L$  y radio  $r$ , se calculó el esfuerzo ( $\sigma_{eje}$ ); mediante el momento de giro (torque) aplicado  $M_t$ , y el momento polar de inercia  $J$ . Para ello se utilizaron las Ec. 3.20 y Ec. 3.21 respectivamente [Ludwing,1999 y Callister, 2001].

$$\sigma_{eje} = \frac{M_t r}{J} \quad \text{Ec. 3.20}$$

$$J = \frac{\pi r^4}{2} \quad \text{Ec. 3.21}$$

#### 3.1.4.3 Dimensionamiento y diseño del agitador de paso variable.

El diseño del agitador y tanque agitado se llevó a cabo en cuatro etapas fundamentales, tal como se observa en la Figura 3.3 y posteriormente se describen cada una a continuación:

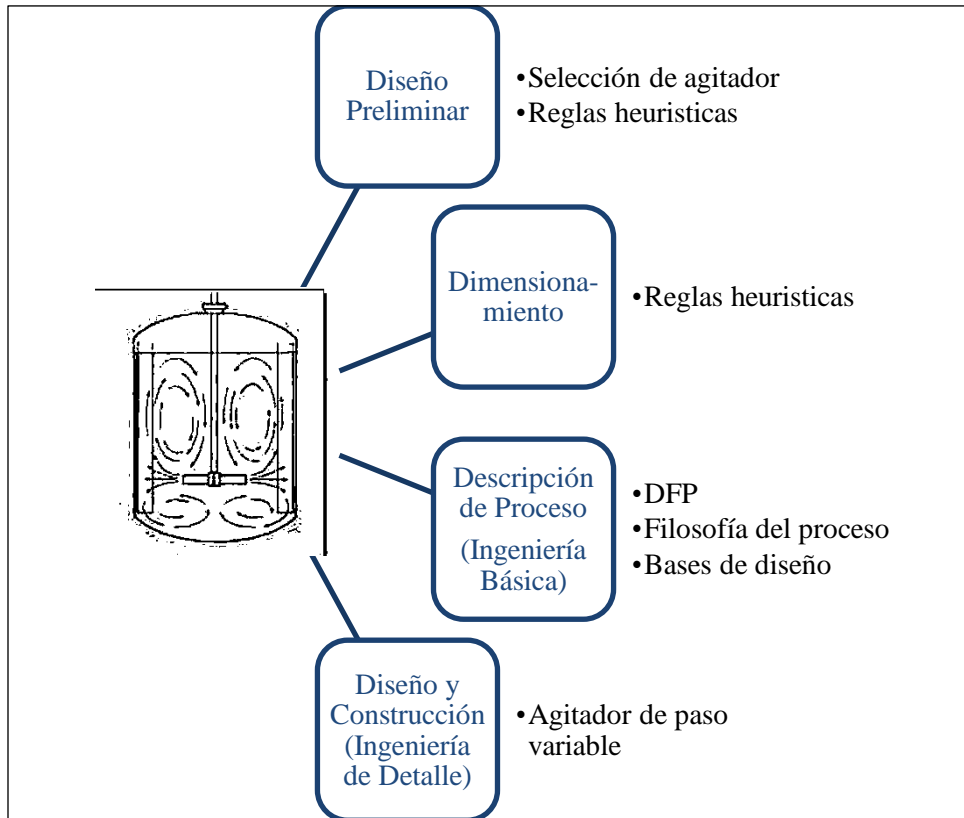


Figura 3.3 Etapas fundamentales para el diseño de agitador de paso variable

1. Diseño preliminar de la relación de agitador y tanque agitado:

Se seleccionó el tipo de agitador, y se establecieron en base a las dimensiones del tanque agitado las dimensiones del agitador a partir de las características de la solución, según reglas heurísticas, como se observa en las Figuras 3.4 y 3.5; y en la Figura 3.6 se advierten los aspectos que se deben considerar en el diseño de un agitador [Ludwing,1999].

| Dispositivo de mezclado  | Viscosidad (Cp) |                 |                 |                 | Estado Plástico | Estado Sólido |
|--|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|---------------|
|  | 10 <sup>2</sup> | 10 <sup>3</sup> | 10 <sup>4</sup> | 10 <sup>5</sup> |                 |               |
| Agitación por aire   | —————<br>-----  |                 |                 |                 |                 |               |
| Líquido a chorro   | —————<br>-----  |                 |                 |                 |                 |               |
| Paletas  | —————<br>-----  |                 |                 |                 |                 |               |
| Hélices  | —————<br>-----  |                 |                 |                 |                 |               |
| Turbinas   | —————<br>-----  |                 |                 |                 |                 |               |
| Discos   | —————<br>-----  |                 |                 |                 |                 |               |
| Tornillo   |                 |                 | —————<br>-----  |                 |                 |               |
| Barriles   |                 | —————<br>-----  |                 |                 |                 |               |
| Molino de bolas  |                 | —————<br>-----  |                 |                 |                 |               |
| Cintas   |                 | —————           |                 |                 |                 | —————         |
| Molino coloidal  |                 | —————<br>-----  |                 |                 |                 |               |
| Molino especial  |                 |                 | —————<br>-----  |                 |                 |               |
| Mezclador interno  |                 |                 | —————           |                 |                 |               |
| Molino de rodillos   |                 |                 | —————           |                 |                 |               |
| Molino cónico  |                 |                 |                 |                 |                 | —————         |
| <p>————— <b>Proceso Batch</b></p> <p>----- <b>Proceso Continuo</b></p> |                 |                 |                 |                 |                 |               |

Figura 3.4 Selección de agitador a partir de la viscosidad de la mezcla.

| Tabla de Selección                         |                             |                         |   | Relaciones de Forma para el Diseño de Turbinas       |  |  |
|--|-----------------------------|-------------------------|---|--|--|--|
| Servicio                                   | Dispositivo de Mezclado     | Alcance                 | Criterio  | Relación diámetro del tanque a diámetro del impulsor | Razón de altura del tanque a diámetro del tanque | Impulsores y posición  |
| Mezcla                                     | Turbina<br>Hélice<br>Paleta | -----<br>-----<br>----- | 1.Circulación de volumen  | 3:1 a 6:1  | Ilimitado  | Simple o múltiple  |
|  | Vol. de tanque              | →1,000,000 Gals.        |   |  |  |  |
| Dispersión (sistemas inmiscibles)          | Turbina<br>Hélice<br>Paleta | -----<br>-----<br>----- | 1.Caída en el control de tamaño<br>2.Re-circulación                                     | 3:1 a 3.5:1  | 1:1 a 1:2 en mezclador de etapas                 | En o por debajo de las líneas centrales de carga líquida         |
|  | Flujo                       | →1,000 Gals/min.        |   |  |  |  |
| Reacciones en Solución (sistema miscibles) | Turbina<br>Hélice<br>Paleta | -----<br>-----<br>----- | 1.Intensidad<br>2.Circulación de volumen  | 2.5:1 a 3.5:1  | 1:1 a 3:1  | Simple o múltiple  |
|  | Cambio de vol.              | →20,000 Gals.           |   |  |  |  |
| Disolución                                 | Turbina<br>Hélice<br>Paleta | -----<br>-----<br>----- | 1.Esf. de corte<br>2.Circulación de volumen   | 1.6:1 a 3.2:1  | 1:2 a 2:1  | En o por debajo de las líneas centrales de carga líquida         |
|  | Cambio de vol.              | →10,000 Gals.           |   |  |  |  |
| Suspensión de Sólidos                      | Turbina<br>Hélice<br>Paleta | -----<br>-----<br>----- | 1.Circulación<br>2.Velocidad  | 2:1 a 3.5:1  | 1:1 a 1:2  | Depende del tamaño de partícula<br>1.En la parte inferior        |
|  | % Sólidos                   | →100%                   |   |  |  |  |
| Aplicaciones de Gases                      | Turbina<br>Hélice<br>Paleta | -----<br>-----<br>----- | 1.Control de esf.de corte<br>2.Circulación<br>3.Alta velocidad                          | 2.5:1 a 4:1  | 4:1 a 1:1  | Múltiple o un simple impulsor en la parte inferior               |
|  | Vol. de gas                 | →5,000cu. Ft/min.       |   |  |  |  |
| Aplicaciones de Alta Viscosidad            | Turbina<br>Hélice<br>Paleta | -----<br>-----<br>----- | 1.Circulación de volumen<br>2.Baja velocidad  | 1.5:1 a 2.5:1  | 1:2 a 2:1  | Simple o múltiple  |
|  | Visc.                       | →1,000,000cps.          |   |  |  |  |
| Transferencia de Calor                     | Turbina<br>Hélice<br>Paleta | -----<br>-----<br>----- | 1.Circulación de volumen<br>2.Alta velocidad a través de la superficie de transferencia | Relacionada con otros servicios                      | Depende de otros servicios de mezclado realizado | Simple o múltiple  |
|  | Cambio de vol.              | →20,000 Gals.           |   |  |  |  |
| Cristalización y Precipitación             | Turbina<br>Hélice<br>Paleta | -----<br>-----<br>----- | 1.Circulación<br>2.Baja velocidad<br>3.Control del esf.corte                            | 2:1 a 3.2:1  | 2:1 a 1:1  | Simple, en o por debajo de las líneas centrales de carga líquida |
|  | Cambio de vol.              | →20,000 Gals.           |   |  |  |  |

Figura 3.5 Relaciones en base a reglas heurísticas para el diseño de agitador

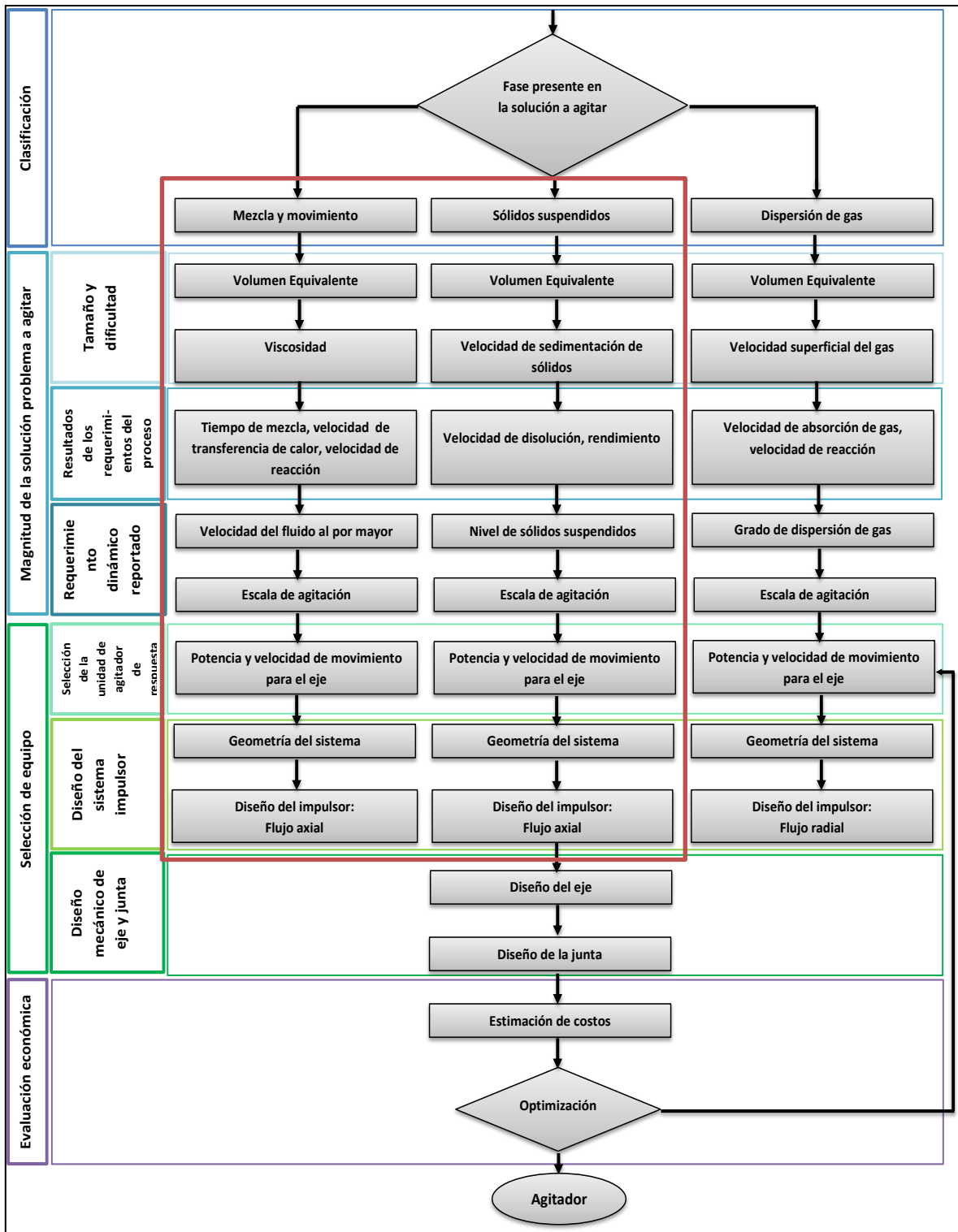


Figura 3.6. Diagrama de flujo para definir los aspectos a considerar en el diseño de un agitador de turbina a partir de la aplicación del mismo [Ludwing, 1990].

Dentro de los criterios que se tomaron en cuenta para la cristalización de acuerdo a las Figuras 3.5 y 3.6 están la suspensión sólidos, y la velocidad de sedimentación de los mismos, así mismos procurar la buena transferencia de calor. De acuerdo al tamaño de partícula y la gravedad (fuerza de arrastre de los sólidos por la solución) se sugiere que la mejor posición del impulsor era en el fondo del recipiente de manera que su descarga radial dispersara todos los sólidos hacia el tanque para mantener la máxima distribución de sólidos; con dicha información el diseño preliminar se completa, [Ludwing, 1990].

2. Dimensionamiento de agitador: Se determinaron las dimensiones del agitador mediante el uso de reglas heurísticas:

Las cuales indican que la relación del diámetro del recipiente ( $T$ ) entre el diámetro del agitador ( $Da$ ) van desde  $2 \leq T/Da \leq 3.2$  [Ludwing, 1999; Cheremisionoff, 2000 y Wallas, 1990]; por otro lado, Green y Perry, 2008, sugieren que para grandes cantidades de sólidos suspendidos la relación puede establecerse de  $1.5 \leq T/Da \leq 2 T/Da$ , para este trabajo se selecciona  $T/Da$  igual a 1.8. Para determinar las dimensiones de la altura de las paletas de la propela ( $W$ ) se considera la relación de  $5 \leq Da/W \leq 8$ , [Cheremisionoff, 2000]; se eligió utilizar la relación  $Da/W$  igual a 5. Por último se establece la distancia del agitador con respecto a la tapa inferior del recipiente ( $C$ ), el cual se calcula a partir de la relación  $H/C$  igual a 6, donde  $H$  es la altura de la mezcla en el tanque [Wallas, 1990]; dichas dimensiones se presentan en la Figura 3.7.

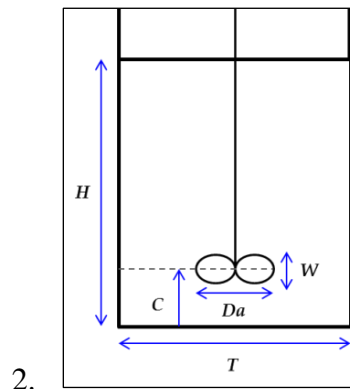


Figura 3.7. Dimensiones del agitador con respecto al recipiente

3. Descripción del proceso de cristalización: Lo cual consta de la realización del diagrama de flujo del proceso (DFP), establecer la filosofía del mismo y generar las bases de diseño para el recipiente y agitador.
4. Diseño y construcción del agitador de paso variable: Se generaron las memorias de cálculo y hojas de diseño para las partes del agitador, tales como, las paletas de la propela, el eje y los acoplamientos correspondientes al mecanismo de paso variable. El procesamiento de datos en éste punto del diseño abarcó, desde resolver todas las ecuaciones de las secciones 3.1.4.1 y 3.1.4.2 para el caso de las dimensiones del agitador de paso variable; así como también resolver las ecuaciones correspondientes al diseño del eje del agitador, que se enumeran de la Ec. 3.22 a la Ec. 3.30.

Es importante introducir el término de potencia nominal del motor ( $\check{P}$ ), mismo que corresponde a la potencia necesaria otorgada al agitador ( $P$ ) más la pérdida de potencia en cajas de engranajes, cojinetes y sellos. Por lo tanto  $\check{P}$  se determinó como  $2.53P$ , de la  $P$  máxima calculada por la Ec. 3.14 para las dimensiones del agitador de paso variable; ya que representa el  $2.5M_t$  de el  $M_t$  calculado en la sección 3.1.4.2, y se le denomina como torque nominal del motor ( $\check{M}_t$ ). El diseño del eje del agitador se desarrolló a partir del método de dimensionamiento de EEUA [Nienow *et al.*, 1997], este método tiende a sobredimensionar el eje, ya que sustituye el término  $\check{M}_t$  por  $M_{pt}$  como se observa en la Ec. 3.22.

$$M_{pt} = F_{pt} \check{M}_t \quad \text{Ec.3.22}$$

Donde  $F_{pt}$  es un factor de seguridad que toma valores de 1.5 para aplicaciones ligeras y 2.5 para aplicaciones rigurosas, ya que es importante proteger al eje, puesto que en las paletas pueden presentarse incrustaciones a lo largo de ellas, lo que implica un aumento en el torque del eje frente a la acumulación de masa presente en la propela.

Con referencia a la Figura 3.8 que muestra el diagrama de cuerpo libre del agitador como condición de viga en voladizo, se calcularon los términos que se observan en la misma [Nienow *et al.*, 1997].

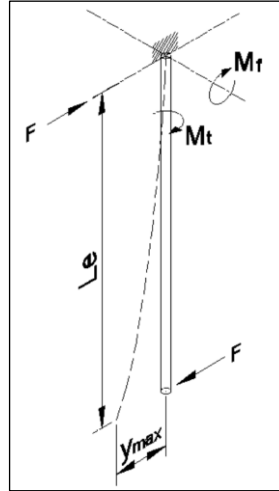


Figura 3.8 Representación de fuerzas en el eje del agitador como cuerpo libre.

Se considera a  $F$  como la carga lateral al eje el cual se calcula con la Ec- 3.23, a partir de la cual se calcula el momento de deflexión ( $M_f$ ) como el producto de dicha fuerza ( $F$ ) por la longitud del eje ( $Le$ ), como se observa en la Ec. 3.24 [Nienow *et al.*, 1997].

$$F = \frac{8M_{pt}}{3D_a} \quad \text{Ec.3.23}$$

$$M_f = F Le \quad \text{Ec.3.24}$$

La deflexión máxima ( $y_{max}$ ) se presenta cuando  $Le$  es máximo y se calcula a partir de la Ec. 3.25 [Hartog, 1947].

$$y_{max} = \frac{F Le^3}{3EJ} \quad \text{Ec.3.25}$$

De manera teórica se calcula el diámetro del eje considerando los momentos de deflexión y torsión a partir de la Ec. 3.26 [Hartog, 1947].

$$d_{et} = \left\{ \frac{16Nf}{\pi S_y} [(4Mf^2 + 3Mt^2)^{1/2}] \right\}^{1/3} \quad \text{Ec.3.26}$$

En el análisis por vibraciones se define el término de frecuencia natural, que refiere a la velocidad crítica ( $\omega_c$ ) de giro para evitar las vibraciones no amortiguadas en el eje en voladizo y en el aire, y se calcula a partir de las Ec. 3.27 y Ec. 3.28, tomando en cuenta tanto el peso del mismo eje ( $m_{eq}$ ), como el peso de la propela ( $m_{ex}$ ) al extremo del mismo [Hartog, 1947; Nienow *et al.*, 1997].

$$m_{eq} = 0.24 m_l Le \quad \text{Ec.3.27}$$

$$\omega_c = \left[ \frac{3EJ}{Le^3(m_{ex}+m_{eq})} \right]^{1/2} \quad \text{Ec.3.28}$$

El esfuerzo de deflexión máximo ( $\sigma_{max}$ ) sobre el eje se evalúa a partir del momento de deflexión del mismo ( $M_f$ ) con la Ec.3.29, y posteriormente compararlo con la resistencia del material; de igual manera se evalúa la tensión de cortante máximo ( $\tau_{max}$ ) con la Ec.3.30 [Hartog, 1947; Nienow *et al.*, 1997].

$$\sigma_{max} = \frac{32 M_f}{\pi d_e^3} \quad \text{Ec.3.29}$$

$$\tau_{max} = \frac{16 Mt}{\pi d_e^3} \quad \text{Ec.3.30}$$

Finalmente con el fin de ratificar la velocidad de giro propuesta para el agitador, se calculó la velocidad mínima requerida para la suspensión de sólidos ( $N_{js}$ ) el cual es función de las propiedades y dimensiones del sistema, tal como se muestra en las Ec. 3.31 y Ec.3.32 propuestas por Zweitering en 1958 [Mullin, 2001].

$$S = \frac{T^a}{Da} \quad \text{Ec.3.31}$$

$$N_{js} = S \left[ v^{0.1} dp^{0.2} x_c^{0.13} Da^{-0.85} \left( \frac{g\Delta\rho}{\rho_s} \right)^{0.45} \right] \quad \text{Ec.3.32}$$

#### 3.1.4.4 Diseño del mecanismo de paso variable

El diseño preliminar del agitador está conformado por un eje que tiene 0.2 cm de diámetro y un impulsor conformado por dos paletas de paso variable; de 2.3 cm de largo, 1.8 cm de ancho y 0.1 cm de espesor, cuyo material de construcción preliminar es aluminio y el eje de acero al carbón. El motor del agitador que provee la fuerza motriz al agitador es de marca *WiseStir*® *Digital Overhead Stirrer*, modelo *HT-50T*, *Corea*; el cual cuenta con un controlador que permite mantener la velocidad angular constante. Para lograr el cambio de en la inclinación de las paletas, al eje se acopla una transmisión paralela, cuyo movimiento vertical causa un desplazamiento angular en las paletas del impulsor, mismas que giran sobre un mismo eje el cual conecta a las paletas del impulsor con la transmisión y así permitir la inclinación de las paletas desde  $0^\circ$  a  $90^\circ$  a partir de una rótula mecánica, como se muestra en la Figura 3.9; el sistema cuenta con un par de rodamientos los cuales reducen la fricción entre el eje y las paletas del impulsor El movimiento en la transmisión se controla mediante un potenciómetro.

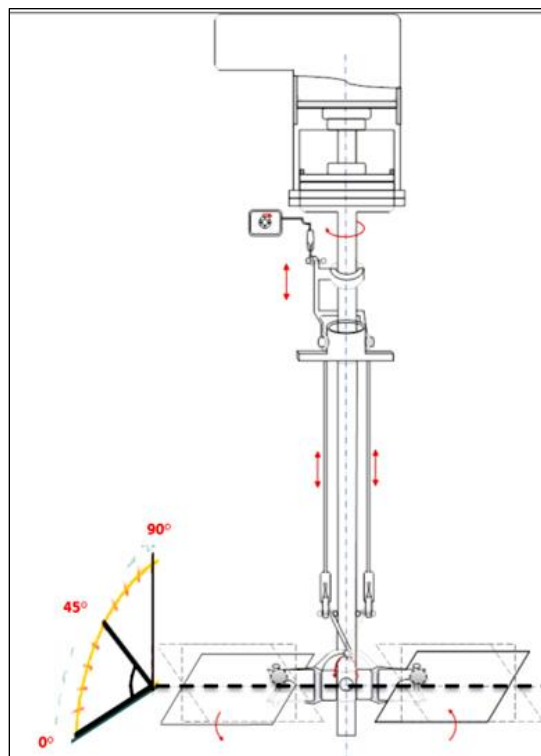


Figura 3.9. Diagrama del sistema de agitación.

## 3.2 MODELACIÓN Y SIMULACIÓN

En la segunda etapa de la metodología se plantean las ecuaciones y la secuencia de paso para la elaboración del modelo del sistema agitado formulado en *Matlab 7.8.0*, a partir de los datos experimentales que se obtuvieron en la sección 3.1. Para ello se tomaron ciertas consideraciones tanto para la simulación del proceso, como para el desarrollo del modelo; misma que se presentan a continuación.

### 3.2.1 Consideraciones para el Sistema Agitado.

- ❖ En la suspensión agitada se consideró un sistema heterogéneo de dos fases únicamente, la correspondiente a la solución en estado líquido a la que se denomina como fase fluida, y la correspondiente a la formación de sólidos cristalinos a la que se denomina como fase discreta.
- ❖ La variación de la velocidad en el sistema agitado está presente tanto en la dirección axial como en la dirección radial.
- ❖ Se considera un sistema isotérmico
- ❖ Se considera volumen constante de la mezcla a lo largo del tiempo.
- ❖ Las condiciones de operación son en batch.
- ❖ Se considera un sistema de mezcla completa.
- ❖ Se analiza únicamente la etapa de crecimiento del cristal, puesto que la etapa de nucleación se considera muy pequeña en comparación con la etapa de crecimiento.
- ❖ La generación o pérdida de materia entre las fases dentro del elemento diferencial del sistema se supondrá que es debida al crecimiento de la fase discreta
- ❖ Se considera que la densidad del cristal es constante.
- ❖ Los cristales formados son de geometría regular cúbica, cuya variación de tamaño de caras es de manera lineal.
- ❖ No se considera el fenómeno de aglomeración.
- ❖ Se considera solamente la transferencia de masa que existe de la fase fluida a la fase discreta.

### 3.2.2 Formulación del Modelo.

Para la modelación de las cinéticas de cristalización solamente se toma en cuenta la transferencia de masa que existe entre la fase líquida a la fase sólida como único aspecto presente en el crecimiento de sólidos cristalinos, como se representa en la Ec. 3.33.

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{Velocidad de} \\ \text{entrada de materia} \\ \text{A al sistema} \end{array} \right\} = \left\{ \begin{array}{l} \text{Velocidad de} \\ \text{salida de materia A} \\ \text{al sistema} \end{array} \right\} \quad \text{Ec.3.33}$$

A partir de dicha consideración se establece un balance de masa para la fase continua y la fase discreta del sistema, los balances se presentan en las Ec. 3.34 y 3.35 respectivamente

$$\varepsilon V_T \frac{dC_l}{dt} = 1 - \varepsilon K_L A_s V_T \Delta C \quad \text{Ec.3.34}$$

$$(1 - \varepsilon) V_T \frac{dC_p}{dt} = -[(1 - \varepsilon) K_L A_s V_T \Delta C] \quad \text{Ec.3.34}$$

Para la modelación se establece el sistema de ecuaciones a resolver, las cuales se muestran en las Ec. 3.35 y 3.36.

$$\frac{dC_l}{dt} = \frac{1-\varepsilon}{\varepsilon} K_L A_s \Delta C \quad \text{Ec.3.35}$$

$$\frac{dC_p}{dt} = -K_L A_s \Delta C \quad \text{Ec.3.36}$$

El algoritmo de solución del sistema de ecuaciones se muestra en la Figura 3.10. Asociado al algoritmo se utilizó un programa de cálculo de propiedades de transporte, las cuales se seleccionaron de la bibliografía [Perry, 2008; Bird, 2006 y Mullin 2001] a partir de las características del sistema agitado, el cual se muestra en la Figura 3.11.

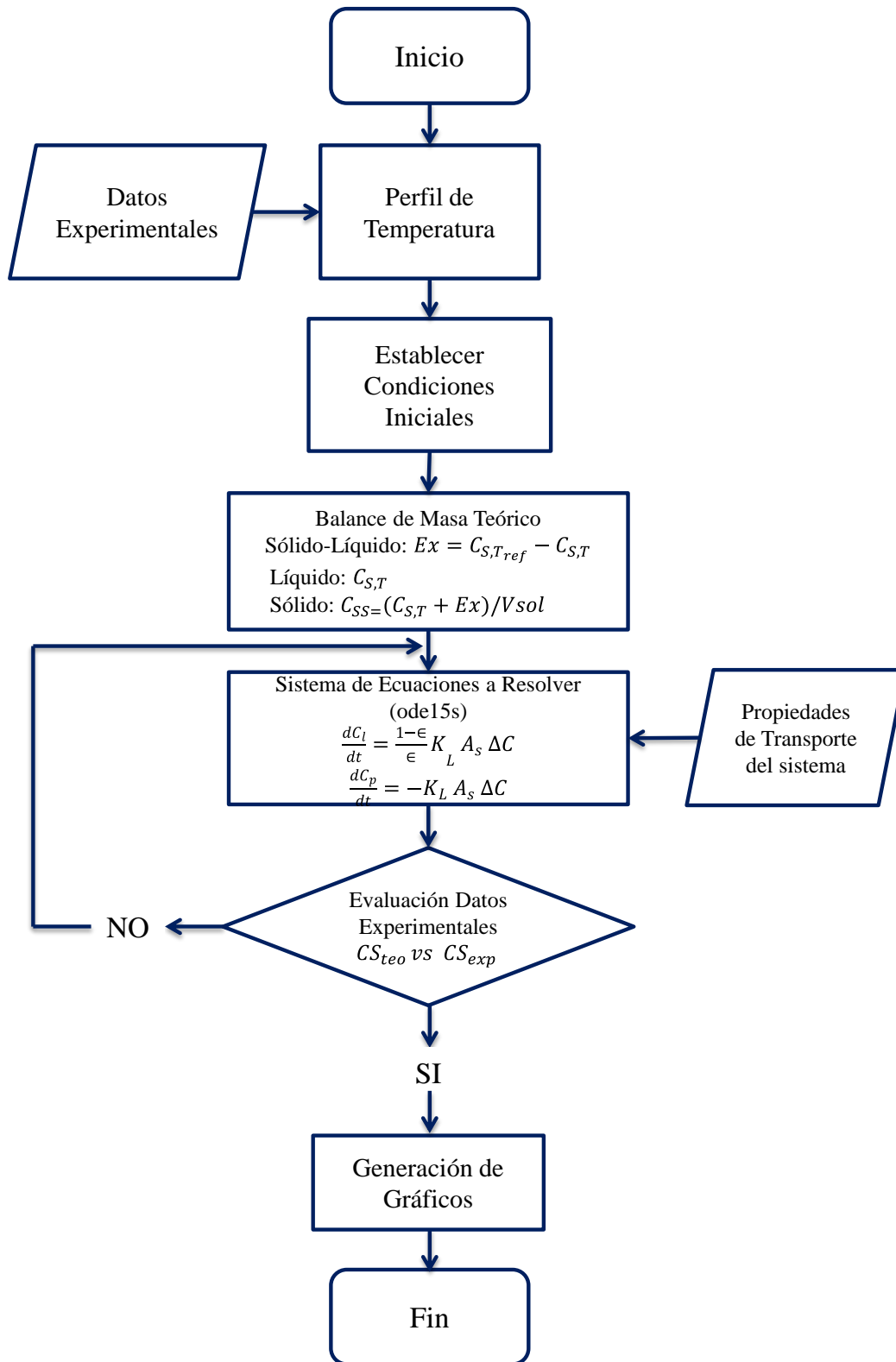


Figura 3.10 Algoritmo de solución de ecuaciones diferenciales

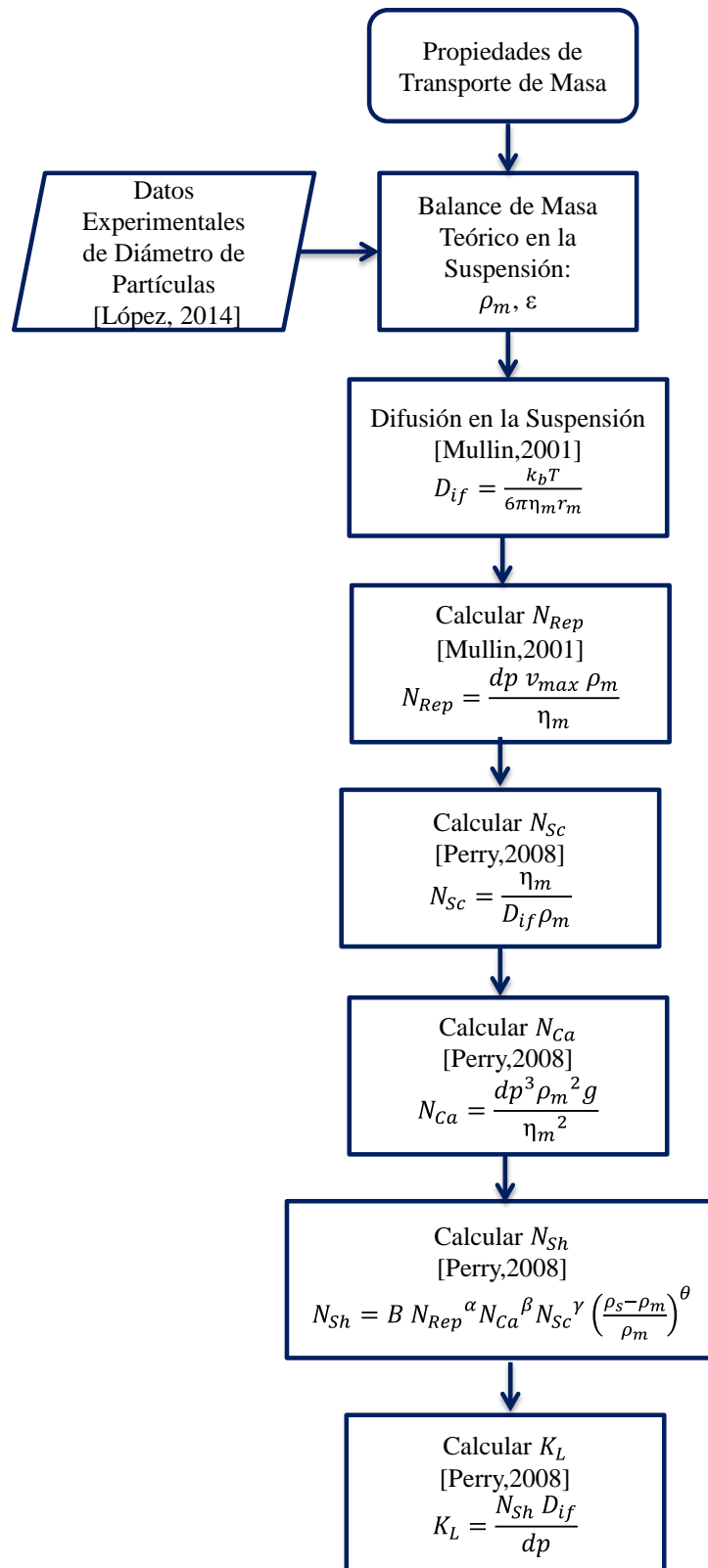


Figura 3.11 Cálculo de propiedades de transporte de masa.

---

## Capítulo 4

# RESULTADOS

En éste capítulo se presentan los alcances obtenidos a partir de las actividades descritas en el capítulo 3; se discuten inicialmente los resultados de la sección experimental que permitieron la caracterización de la suspensión; posteriormente se presenta el prototipo de agitador diseñado propuesto para fines del presente trabajo, así como la evaluación del funcionamiento del mismo a partir de pruebas experimentales a diferentes condiciones de inclinación en las paletas del impulsor, con el fin de identificar la condición que favorece el transporte de masa en el proceso de cristalización; y finalmente se discuten los resultados obtenidos en la modelación y simulación del proceso

De manera sintetizada se muestra en la Figura 4.1 la secuencia de resultados obtenidos en el presente apartado.

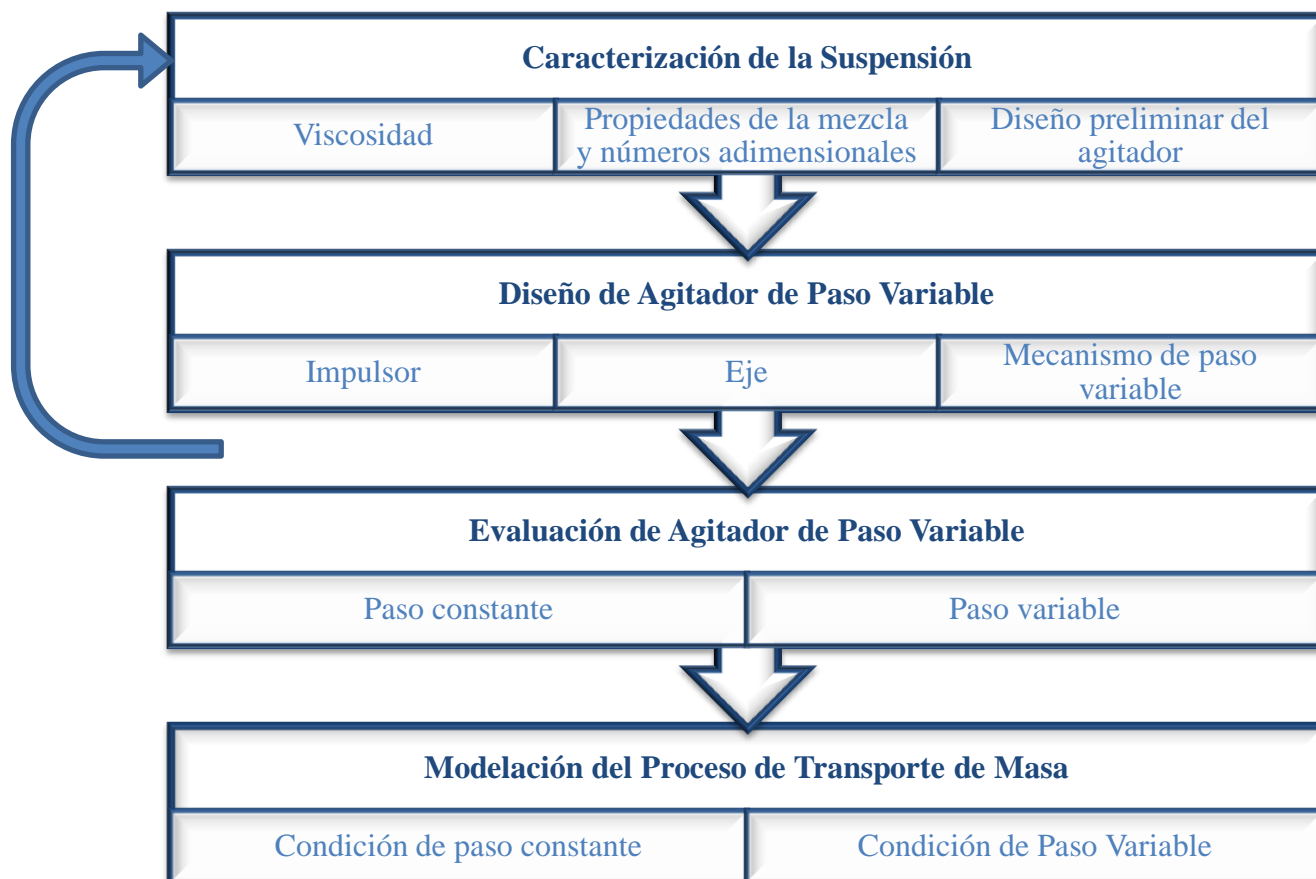


Figura 4.1 Secuencia de resultados obtenidos

#### 4.1 CARACTERIZACIÓN DE LA SUSPENSIÓN.

##### 4.1.1 Determinación de Viscosidad.

Con el fin de determinar la viscosidad de la suspensión a lo largo del experimento se analizaron tres modelos de viscosidad conocidos, cuya aplicación se enfoca a soluciones de azúcar en las que se conoce la temperatura y la concentración de azúcar [Mechetti, *et al.*, 2011; Martínez, *et al.*, 2011; Green y Perry, 2008; Quintas, *et al.*, 2005; Barra, 2004; Rojas *et al.*, 2000 y Mathlouthi y Génotelle, 1995], a partir de la base de datos de la

bibliografía y los modelos publicados se comparó la viscosidad reportada para soluciones con los datos experimentales obtenidos en este trabajo.

#### 4.1.1.1 Datos experimentales de viscosidad.

A partir de las lecturas obtenidas con el viscosímetro de *Brookfield RV*, se determinó la viscosidad de la suspensión como función de la temperatura y concentración de sólidos; en las Figuras 4.2 y 4.3 se muestra el comportamiento de los datos experimentales, dado que la concentración de sólidos y la viscosidad son función de la temperatura, los datos de viscosidad fueron ajustados a un modelo característico de una función sigmoide con respecto a la temperatura, la cual se describe en la Ec.4.1, cuya curva característica se observa en la Figura 4.2.

$$\eta = A_{2,2} + \frac{A_{1,2} - A_{2,2}}{1 + e^{\left(\frac{T - A_{3,2}}{A_{4,2}}\right)}} \quad \text{Ec. 4.1}$$

En donde;  $\eta$  es viscosidad aparente (*Pas*),  $T$  es temperatura de la mezcla ( $^{\circ}\text{C}$ ), y  $A_{1,2}$ ,  $A_{2,2}$ ,  $A_{3,2}$  y  $A_{4,2}$  son parámetros determinados a partir de la regresión no lineal (1.7353,-0.7279, 67.3223 y 31.9139 respectivamente); dicha correlación presenta un ajustes con respecto a los datos experimentales de 0.9236

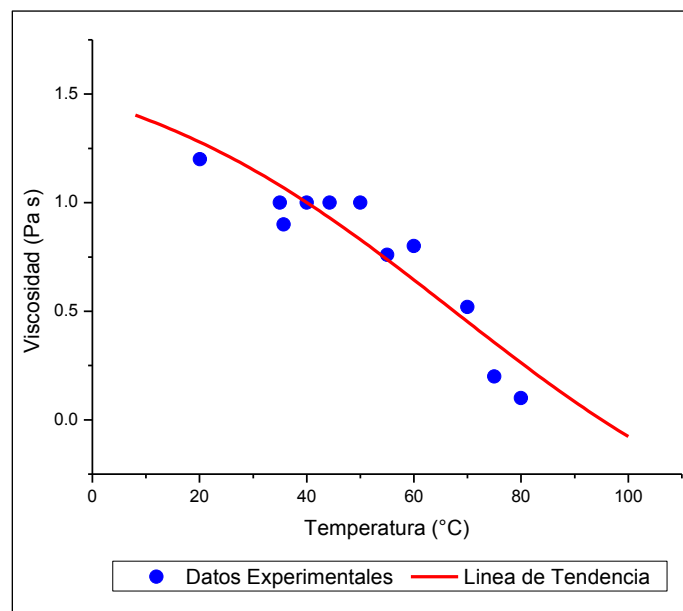


Figura 4.2. Ajuste de datos experimentales de viscosidad en función de la temperatura.

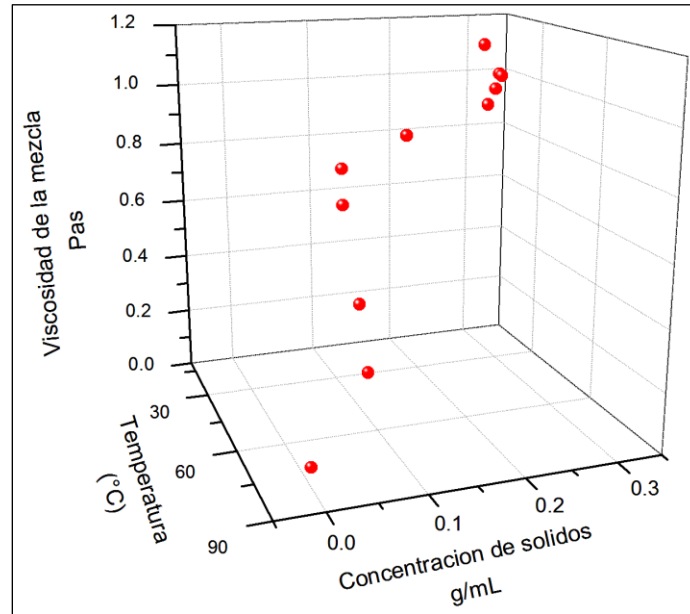


Figura 4.3. Viscosidad de la mezcla en función de la temperatura y concentración de sólidos presentes.

#### 4.1.1.2 Comparación de datos empíricos y reportados.

Se compararon los datos experimentales con tres modelos reportados, el primero corresponde a la determinación de la viscosidad con la ecuación de Arrhenius según Rojas *et al.*, 2000 con la Ec. 2.1; el segundo corresponde a una modificación de dicha ecuación, según Quintas, *et al.*, 2005 con la Ec. 2.2; y el tercer modelo reportado es el de Williams, Landel Ferry en 1995 (WLF) el cual presume de determinar la viscosidad de soluciones concentradas de azúcar según Barra, 2004, sin embargo Quintas, *et al.*, 2005 reporta una modificación para tal ecuación que supone ser más acertada con la Ec.2.5.

En la Tabla 4.1 se observan los valores de viscosidad determinados a partir de las ecuaciones mencionadas con anterioridad y los datos experimentalmente obtenidos; a las condiciones de temperatura y concentración de sólidos presentes en el experimento, ver

$$\mu = \mu_0 \exp\left(\frac{Ea}{RT}\right) \quad \text{Ec. 2.1}$$

$$\mu = \frac{1}{a_{Arrh} + \frac{b_{Arrh}}{C}} \exp \left[ c_{Arrh} \exp(d_{Arrh} C) \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_s} \right) \right] \quad \text{Ec.2.2}$$

$$\log \mu = a_{WLF} \exp^{b_{WLF} C} + \frac{c_{WLF} \exp^{d_{WLF} C} (T - T_s)}{c_2 + (T - T_s)} \quad \text{Ec. 2.5}$$

Tabla 4.1 Viscosidad calculada a las condiciones del experimento por diferentes ecuaciones

| Temperatura<br>°C | Concentración<br>°Bx | Viscosidad<br>Pa.s       | Viscosidad<br>Pa.s                       | Viscosidad<br>Pa.s                          | Viscosidad<br>Pa.s                          |
|-------------------|----------------------|--------------------------|--|---|---|
| Experimental      | Experimental         | Experimental<br>(Ec.4.1) | [Rojas <i>et al.</i> ,<br>2000] (Ec.2.1) | [Quintas, <i>et al.</i> ,<br>2005] (Ec.2.2) | [Quintas, <i>et al.</i> ,<br>2005] (Ec.2.5) |
| 80                | 77.552               | 0.1                      | 0.02                                     | N/A   | 0.1554                                      |
| 75                | 76.7745              | 0.2                      | 0.02                                     | N/A   | 0.165                                       |
| 70                | 75.962               | 0.52                     | 0.03                                     | N/A   | 0.1778                                      |
| 60                | 74.232               | 0.8                      | 0.05                                     | N/A   | 0.2161                                      |
| 55                | 73.3145              | 0.76                     | 0.05                                     | N/A   | 0.2438                                      |
| 50                | 72.362               | 1                        | 0.1                                      | N/A   | 0.279                                       |
| 44.3              | 71.233457            | 1                        | 0.11                                     | 0.1   | 0.29  |
| 40                | 70.352               | 1                        | N/A                                      | 0.15  | 0.37  |
| 35.7              | 69.444657            | 0.9                      | 0.2                                      | 0.2   | 0.48  |
| 35                | 69.2945              | 1                        | 0.2                                      | 0.2   | 0.49  |
| 20.1              | 65.935593            | 1.2                      | 0.21                                     | 0.14  | 0.79  |

En la Figura 4.4 se observa la comparación gráfica de las viscosidades obtenidas experimentalmente con respecto a las calculadas por las ecuaciones reportadas en la bibliografía a las condiciones experimentales; para la cual se observa que a pesar que la Ec.2.5 permite calcular la viscosidad de soluciones concentradas de azúcar no representa el comportamiento experimental, por lo tanto se concluye al respecto que la concentración de sólidos suspendidos en la mezcla tiene un efecto importante en la determinación de la viscosidad de la suspensión, misma que es función de la temperatura y así también de la distribución de los sólidos suspendidos en el tanque. En tales casos el modelo de ley de potencias de Ostwald de Waele [Martinez, *et al.*, 2011; Mechetti, *et al.*, 2011; Barra, 2004]

describe el comportamiento de la viscosidad de las soluciones sobresaturadas de azúcar como un fluido pseudoplástico, sin embargo en la aplicación de dicho modelo existen datos empíricos tales como el índice de flujo ( $n$ ) y el coeficiente de consistencia ( $k$ ), mismos que son característicos de las condiciones experimentales de velocidad de deformación y temperatura; y dado que no es un objetivo del presente trabajo determinar las constantes empíricas se recomienda se estudie en el futuro el comportamiento reológico de las suspensiones que aplican a este trabajo.

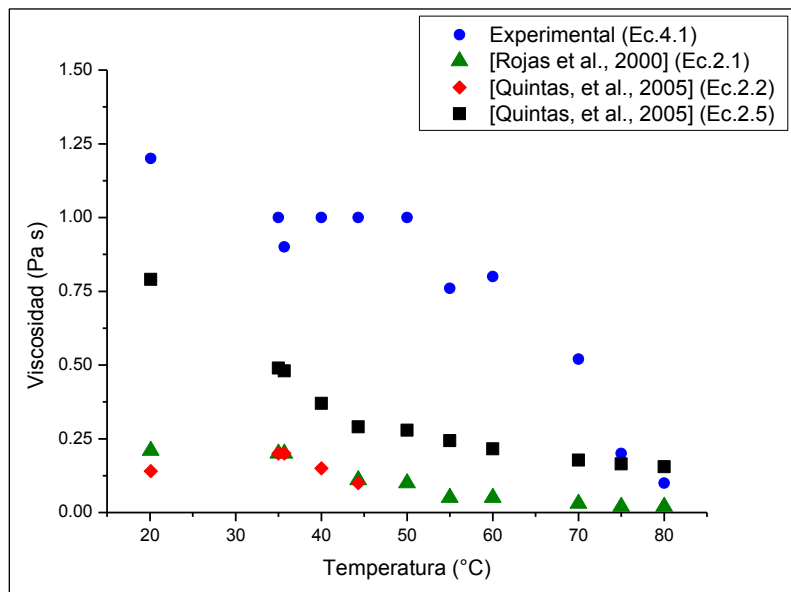


Figura 4.4 Comparación gráfica de viscosidades obtenidas experimentalmente con respecto a las calculadas con ecuaciones reportadas en la bibliografía.

#### 4.1.2 Propiedades de la Mezcla y Números Adimensionales.

Las propiedades de la suspensión calculadas se presentan en la Tabla 4.2, y a partir de las dimensiones del tanque agitado se calcularon los número adimensionales que caracterizan al proceso, sin embargo al presentarse un cambio en las propiedades del sistema en el transcurso del experimento, así mismo se generaron valores diferentes para los grupos adimensionales de  $N_{Re}$ , y  $N_p$ , en el desarrollo experimental, así como para la  $P$  requerida en el desplazamiento de la suspensión; y dadas las diferentes condiciones de temperatura, el

valor de los grupos adimensionales que se consideran constantes en el sistema agitado son:  
 $N_{Fr} = 0.0245$ ,  $N_Q = 0.325$ , y  $Q = 140.75 \text{ cm}^3 \text{ s}^{-1}$ .

Tabla 4.2. Propiedades de la mezcla determinadas experimentalmente.

| T<br>°C | °Bx    | CS<br>$\text{gm}^{-3}$ | $\rho_{teo}$<br>$\text{gm}^{-3}$ | $\eta$<br>Pa s | $N_{Re}$ | $N_p$   | $P$<br>Watt |
|---------|--------|------------------------|----------------------------------|----------------|----------|---------|-------------|
| Exp.    | Ec.3.8 | Ec.3.4                 | Ec.3.2                           | Exp.           | Ec.3.12  | Ec.3.13 | Ec.3.14     |
| 80      | 78.4   | 0                      | 1.4110                           | 0.1            | 101.5934 | 2.0325  | 0.0178      |
| 75      | 77.6   | 0.0653                 | 1.4114                           | 0.2            | 50.8119  | 3.7708  | 0.0331      |
| 70      | 76.5   | 0.0646                 | 1.4154                           | 0.52           | 19.5987  | 8.8205  | 0.0777      |
| 60      | 74.3   | 0.0642                 | 1.4236                           | 0.8            | 12.8126  | 12.8868 | 0.1141      |
| 55      | 73.2   | 0.0712                 | 1.4276                           | 0.76           | 13.5244  | 12.2801 | 0.1091      |
| 50      | 72.2   | 0.1490                 | 1.4313                           | 1              | 10.3056  | 15.6494 | 0.1393      |
| 44.3    | 71.0   | 0.2524                 | 1.4353                           | 1              | 10.3343  | 15.6106 | 0.1394      |
| 40      | 70.2   | 0.2705                 | 1.4381                           | 1              | 10.3542  | 15.5838 | 0.1394      |
| 35.7    | 69.4   | 0.2874                 | 1.4406                           | 0.9            | 11.5249  | 14.1637 | 0.1269      |
| 35      | 69.3   | 0.2860                 | 1.4410                           | 1              | 10.3752  | 15.5557 | 0.1394      |
| 20.1    | 67.0   | 0.3000                 | 1.4476                           | 1.2            | 8.6854   | 18.2288 | 0.1642      |

En la Figura 4.5 se muestra el comportamiento del  $N_{Re}$  a diferentes temperaturas y concentración de sólidos suspendidos durante la cristalización de azúcar con enfriamiento natural (agua de enfriamiento a 295.15K).

En el análisis de la Tabla 4.2 y la Figura 4.5 se observa que el comportamiento del  $N_{Re}$ , no es lineal con respecto a la temperatura, por lo tanto es importante calcularlo para cada condición de temperatura ya que no tiene un comportamiento característico, lo que se logra concluir al respecto es que el régimen de flujo del sistema pasa de ser transitorio a laminar a medida que aumenta la concentración de sólidos en el sistema por consiguiente las fuerzas viscosas tienden a predominar sobre las fuerzas inerciales en la cristalización de

azúcar por enfriamiento, y por consecuencia la viscosidad se define como una propiedad fundamental en el desarrollo experimental.

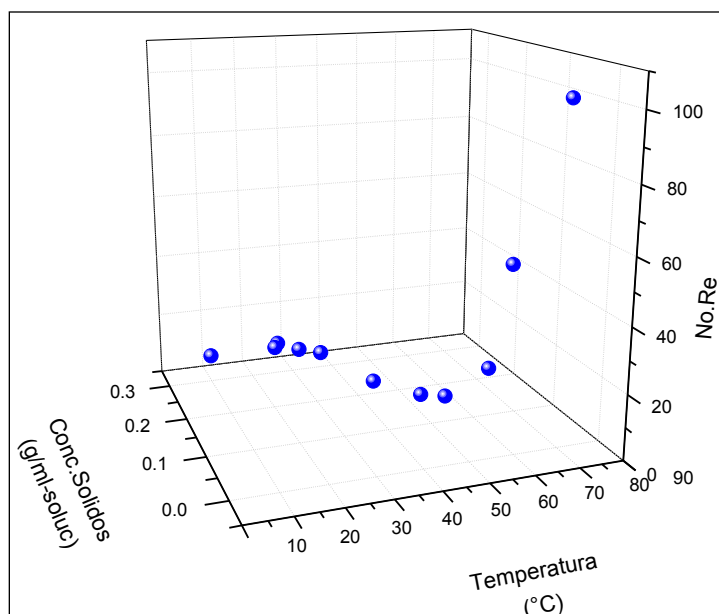


Figura 4.5.  $N_{Re}$  como función de temperatura y concentración de sólidos formados.

#### 4.1.3 Diseño Preliminar del Agitador.

En la sección del material se consideraron los esfuerzos máximo permisibles de los materiales seleccionados con el fin de comparar su resistencia en la aplicación de la cristalización de azúcar; de los datos disponibles en la Tabla 4.2 se obtuvieron los resultados correspondientes al análisis de esfuerzos necesarios y posteriormente se compararon con los esfuerzos máximos permisibles de los materiales, a partir del factor de seguridad ( $FS$ ) que debe ser mayor a la unidad para aprobar el material previamente seleccionado en la construcción del agitador, los respectivos resultados se presentan en la Tabla 4.3.

Tabla 4.3 Resultados obtenidos en el análisis de esfuerzos en el agitador.

| $N_{Re}$ | P<br>Watt | $M_t$<br>Nm | $\tau_{paleta}$<br>Nm | $\sigma_{paleta}$<br>Pa | $\sigma_{eje}$<br>Pa | $FS_{paleta}$ | $FS_{eje}$ |
|----------|-----------|-------------|-----------------------|-------------------------|----------------------|---------------|------------|
| Ec.3.12  | Ec.3.14   | Ec.3.17     | Ec.3.18               | Ec.3.19                 | Ec.3.20              |               |            |
| 101.5934 | 0.0178    | 1.42E-03    | 7.10E-04              | 2.8395                  | 903.83               | 2.29E+04      | 125.87     |
| 50.8119  | 0.0331    | 2.63E-03    | 1.32E-03              | 5.2695                  | 1677.33              | 1.23E+04      | 67.82      |
| 19.5987  | 0.0777    | 6.18E-03    | 3.09E-03              | 12.361                  | 3934.66              | 5.26E+03      | 28.91      |
| 12.8126  | 0.1141    | 9.08E-03    | 4.54E-03              | 18.163                  | 5781.73              | 3.58E+03      | 19.68      |
| 13.5244  | 0.1091    | 8.68E-03    | 4.34E-03              | 17.356                  | 5524.81              | 3.74E+03      | 20.59      |
| 10.3056  | 0.1393    | 1.11E-02    | 5.54E-03              | 22.177                  | 7059.19              | 2.93E+03      | 16.12      |
| 10.3343  | 0.1394    | 1.11E-02    | 5.55E-03              | 22.183                  | 7061.31              | 2.93E+03      | 16.11      |
| 10.3542  | 0.1394    | 1.11E-02    | 5.55E-03              | 22.188                  | 7062.78              | 2.93E+03      | 16.11      |
| 11.5249  | 0.1269    | 1.01E-02    | 5.05E-03              | 20.201                  | 6430.47              | 3.22E+03      | 17.69      |
| 10.3752  | 0.1394    | 1.11E-02    | 5.55E-03              | 22.193                  | 7064.33              | 2.93E+03      | 16.10      |
| 8.6854   | 0.1642    | 1.31E-02    | 6.53E-03              | 26.125                  | 8315.98              | 2.49E+03      | 13.68      |

En la Tabla 4.3 se observa que para cada condición de  $N_{Re}$ , mismo que es dependiente de las propiedades de la mezcla a lo largo del experimento, el factor de seguridad tanto para el análisis en la paleta como para en el eje del agitador está por arriba de la unidad, lo que ratifica la selección de materiales y el valor obtenido para el momento polar de inercia  $J$  es  $1.57E-12 \text{ m}^4$  (Ec.3.21), el cual es constante.

#### 4.2 DISEÑO DE AGITADOR DE PASO VARIABLE.

Para el diseño del agitado de paso variable se establece la ingeniería básica del proyecto, en ésta sección se presentan tanto el diagrama de flujo como la filosofía del proceso, sin embargo para el diseño de los equipos (tanque y agitador) se formularon las bases de diseño y memorias de cálculo correspondientes.

#### 4.2.1 Filosofía y Diagrama de Flujo del Proceso

Como primer paso para conseguir un diseño adecuado de los equipos se plantea el escenario que describe de manera general como se llevó a cabo el proceso de cristalización de azúcar.

Inicialmente se alimentó a través de los límites de batería en la corriente 1 cristales de sacarosa con una temperatura de 25°C regulada por la V-101; y paralelamente por la corriente 2 se alimentó agua desmineralizada a 25°C regulado por la V-102; ambas corrientes alimentaron al tanque de mezclado TM-101, en donde se llevó cabo el proceso de disolución y se mantuvo mezclada la solución por agitación del AG-101, al mismo tiempo la solución se calentó hasta 80°C con la resistencia RE-101, con el fin de obtener la saturación de la solución a los 80°C. Una vez que la solución es homogénea a los 80°C se bombea el contenido por la corriente 4 a partir de la P-301 regulado por la V-301 hasta el cristizador enchaquetado R-301, el cual está equipado con el agitador AG-301; por otro lado se alimentó en límites de batería por la corriente 3 al enchaquetado del R-301 agua de servicio a 8°C y es recirculada en límites de batería por la corriente 6 aproximadamente a 30°C.

Por otro lado en R-301 se llevó a cabo la cristalización de sacarosa a partir del enfriamiento suministrado por el enchaquetado y agitando continuamente. Durante el proceso se formaron los cristales a diferentes tamaños de partícula, al final del proceso se obtuvieron dos fases en el cristizador, la primera es líquida misma que corresponde a la solución saturada, y la segunda fase formada en el tanque cristizador R-301 refiere al estado sólido de la sacarosa cristalizada, en conjunto las dos fases conforman una mezcla que se alimentó por la corriente 5 a 30°C regulado por la V-401 al separador centrífugo SC-401, en el que se realizó la separación de las partículas sólidas que a su vez son alimentadas por las corrientes 7, 8, 9 y 10 a 30°C, al secador SE-401 en el cual se eliminaron los residuos de agua que pudieran tener los sólidos; al finalizar el secado los de cristales se alimentaron al tanque de almacenamiento TA-502 por las corrientes 12, 13, 14 y 15 a la temperatura de 30°.

Finalmente la solución obtenida en el separador centrífugo SC-401 se alimentó por la corriente 11 a 30°C al tanque de almacenamiento TA-501, el cual cuenta con el agitador AG-501; para el tratamiento final de la solución, se alimenta el contenido del tanque de almacenamiento TA-501 en límites de batería por la corriente 16 a la temperatura de 25°C

Una vez establecida la filosofía del proceso se identifica que el cristalizador R-301 es el recipiente que corresponde al objetivo del presente proyecto, del cual se observa en la Figura 4.6 que requiere un agitador y un enchaquetado por el cual se suministra agua de enfriamiento.

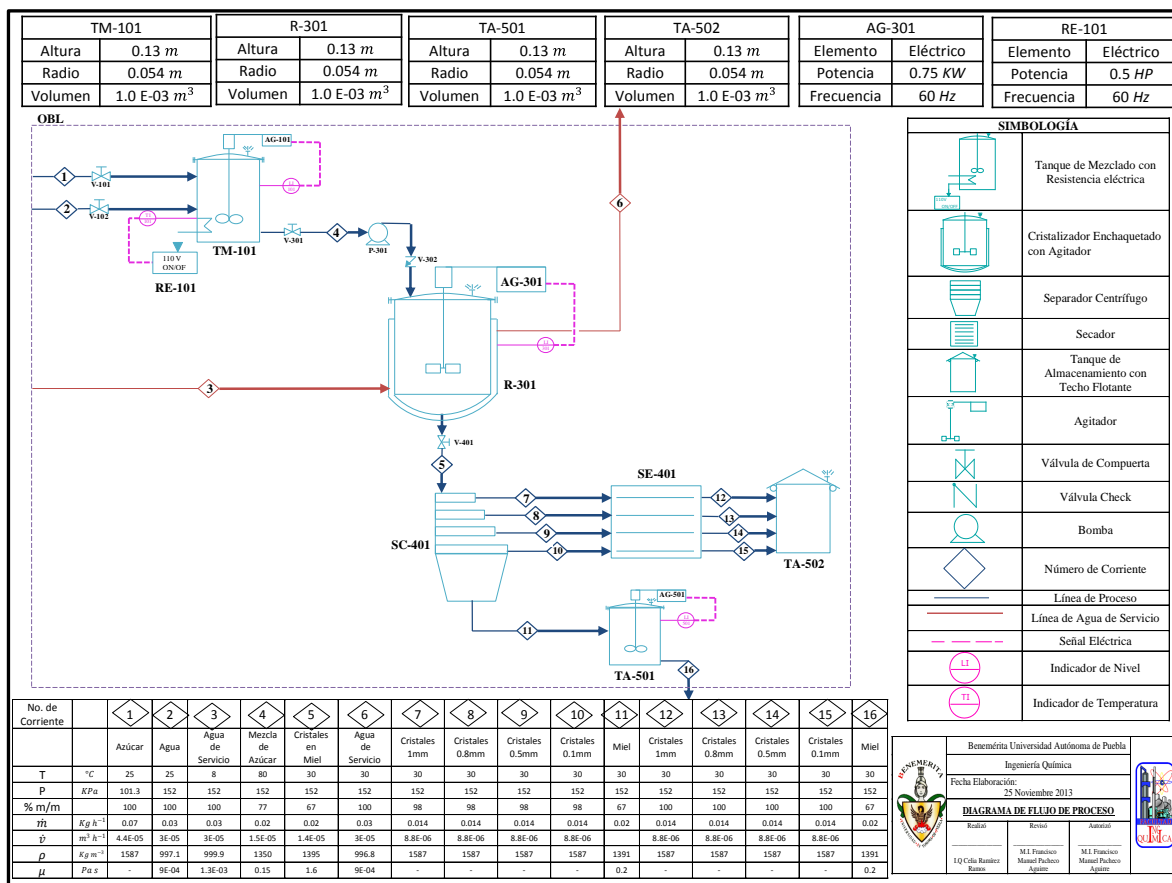


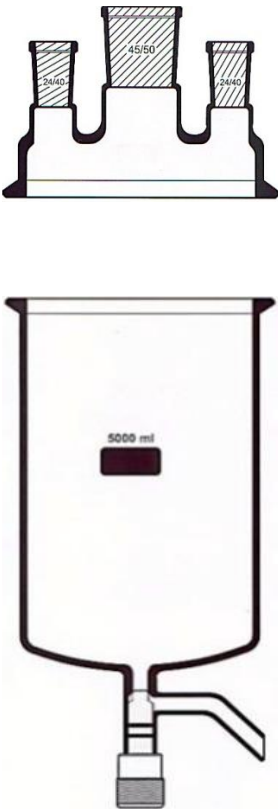
Figura 4.6. Diagrama de flujo del proceso de la cristalización de azúcar.

Posteriormente se plantearon las bases de diseño que requerían el recipiente y el agitador para realizar el diseño de los mismos.

#### 4.2.2 Diseño de la Propela del Agitador.

A partir del dimensionamiento definido en la sección 3.1.4.3 y el diseño del tanque agitado en el Anexo B, se obtienen las especificaciones del recipiente mostrados en la Tabla 4.4. el cual es un tanque cilíndrico de vidrio de borosilicato cuya tapa inferior es de forma hemisférica y tapa superior tipo plana.

Tabla 4.4. Especificaciones del tanque agitado.

| Especificación                        | Nomenclatura | Dimensión                                | Representación   |
|---------------------------------------|--------------|--|--|
| Volumen de diseño del recipiente      | $V$          | $1000\text{cm}^3$                        |  |
| Diámetro interior del cilindro        | $T$          | $0.108\text{ m}$<br>$\cong 0.11\text{m}$ |  |
| Altura de operación                   | $H_i$        | $0.108\text{ m}$<br>$\cong 0.11\text{m}$ |  |
| Altura de diseño                      | $H$          | $0.14\text{ m}$                          |  |
| Altura de techo y fondo               | $R_s$        | $0.021\text{m}$                          |  |
| Presión interna                       | $P_i$        | $1.013E + 05\text{Pa}$                   |  |
| Eficiencia de la junta                | $E_f$        | 1  |  |
| Esfuerzo permisible máximo en tensión | $E$          | $7\text{ MPa}$                           |  |
| Presión permisible máxima de trabajo  | $St$         | $3.76 \times 10^5\text{Pa}$              |  |
| Espesor nominal comercial             | $t_i$        | $3\text{ mm}$                            |  |

En la sección 3.1.4.4 se delimitaron las dimensiones de las paletas constituyentes del impulsor, el cual permite que el líquido fluya en el tanque en forma radial y tangencial, con poco movimiento vertical al agitador; las corrientes que genera se desplazan hacia fuera hasta la pared del tanque y posteriormente fluyen hacia arriba o hacia abajo. Las especificaciones de las paletas del agitador se muestran en la Tabla 4.5.

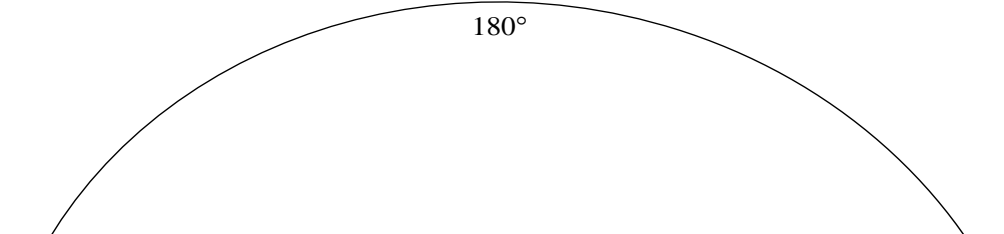
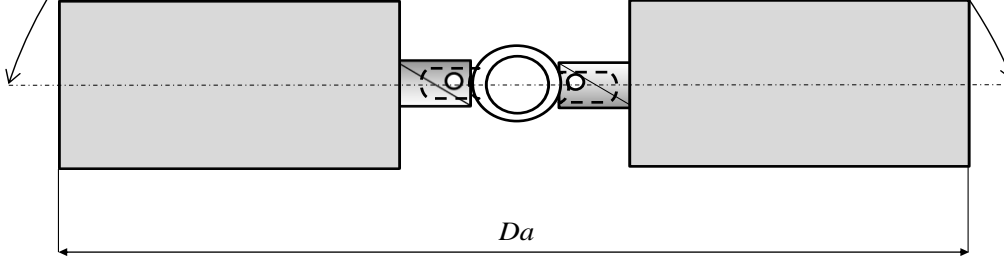
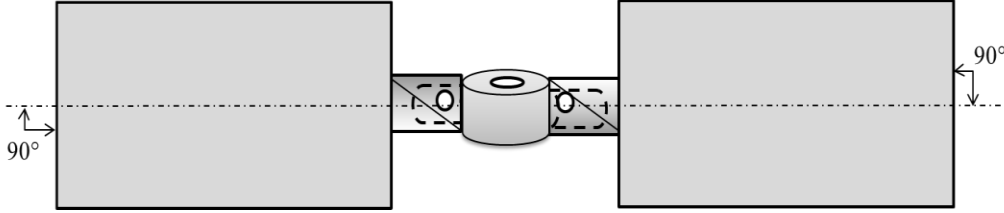
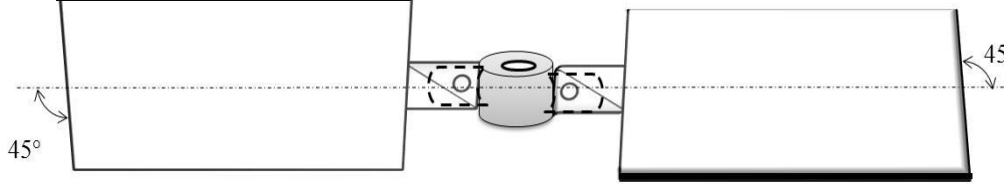
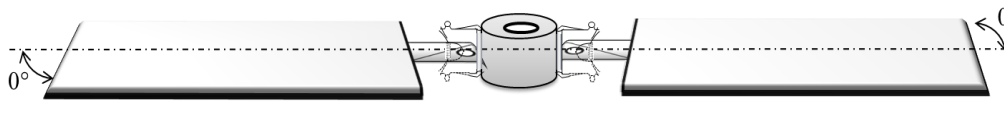
Tabla 4.5. Especificaciones las paletas del agitado.

| Especificación                        | Nomenclatura          | Dimensión         | Representación |
|---------------------------------------|-----------------------|-------------------|----------------|
| Altura de la paleta                   | $W$                   | $0.018m$          |                |
| Longitud de la paleta                 | $L_p$                 | $0.023m$          |                |
| Altura parte angosta de la paleta     | $h_{p'}$              | $0.005m$          |                |
| Longitud parte angosta de la paleta   | $l_p$                 | $0.013$           |                |
| Material de la paleta                 | $N/A$                 | <i>Aluminio</i>   |                |
| Densidad del material                 | $\rho_P$              | $2700Kg\ cm^{-3}$ |                |
| Esfuerzo permisible máximo en tensión | $\sigma_{max-paleta}$ | $65MPa$           |                |
| Espesor nominal comercial             | $e_p$                 | $0.002m$          |                |

En el diseño del impulsor de dos paletas con inclinación variable se generaron imágenes preliminares para la instalación de las paletas las cuales se muestran en la Tabla 4.6.

A partir de los resultados de la Tabla 4.6 se rectificó el diámetro del impulsor ( $Da$ ) ya que inicialmente en el dimensionamiento se había establecido de  $0.06m$  sin embargo se tomó en cuenta las partes del agitador que corresponden al mecanismo de cambio de inclinación en las paletas, por lo tanto  $Da$  se diseñó a  $0.09m$

Tabla 4.6 Colocación de paletas en el impulsor.

| Posición de las Paletas | Representación   |
|-------------------------|--|
| <i>Da</i>               |    |
| 0.09m                   |    |
| 90°                     |   |
| 45°                     |  |
| 0°                      |  |
|                         |  |

### 4.2.3 Diseño del Eje del Agitador

A partir de las dimensiones rectificadas para el diámetro del impulsor se realizaron los cálculos correspondientes de la sección 3.1.4.1 y 3.1.4.2, los cuales se muestran en la

Tabla 4.7. Para éstas nuevas dimensiones se consideran los valores constantes de  $N_{Fr} = 0.0367$ ,  $N_Q = 0.22$ , y  $Q = 97.72 \text{ cm}^3\text{s}^{-1}$ .

Tabla 4.7. Propiedades de la mezcla y análisis de esfuerzos calculados en el agitador de diámetro modificado

| $N_{Re}$ | P<br>Watt | $M_t$<br>Nm | $\tau_{paleta}$<br>Nm | $\sigma_{paleta}$<br>KPa | $\sigma_{eje}$<br>KPa | $FS_{paleta}$ | $FS_{eje}$ |
|----------|-----------|-------------|-----------------------|--------------------------|-----------------------|---------------|------------|
| Ec.3.12  | Ec.3.14   | Ec.3.17     | Ec.3.18               | Ec.3.19                  | Ec.3.20               |               |            |
| 228.5852 | 0.1355    | 1.08E-02    | 5.39E-03              | 598.95                   | 6863.42               | 108.524       | 16.575     |
| 114.3267 | 0.2514    | 2.00E-02    | 1.00E-02              | 1111.53                  | 12737.19              | 58.478        | 8.932      |
| 44.0971  | 0.5898    | 4.69E-02    | 2.35E-02              | 2607.42                  | 29878.81              | 24.929        | 3.807      |
| 28.8283  | 0.8667    | 6.90E-02    | 3.45E-02              | 3831.44                  | 43905.02              | 16.965        | 2.591      |
| 30.4298  | 0.8281    | 6.59E-02    | 3.30E-02              | 3661.18                  | 41954.02              | 17.754        | 2.712      |
| 23.1876  | 1.0581    | 8.42E-02    | 4.21E-02              | 4677.98                  | 53605.73              | 13.895        | 2.122      |
| 23.2522  | 1.0585    | 8.42E-02    | 4.21E-02              | 4679.39                  | 53621.85              | 13.891        | 2.122      |
| 23.2970  | 1.0587    | 8.42E-02    | 4.21E-02              | 4680.36                  | 53632.99              | 13.888        | 2.121      |
| 25.9310  | 0.9639    | 7.67E-02    | 3.84E-02              | 4261.34                  | 48831.35              | 15.253        | 2.330      |
| 23.3442  | 1.0589    | 8.43E-02    | 4.21E-02              | 4681.39                  | 53644.72              | 13.885        | 2.121      |
| 19.5421  | 1.2465    | 9.92E-02    | 4.96E-02              | 5510.83                  | 63149.48              | 11.795        | 1.801      |

Para el diseño del eje del agitador se consideró información inicial característica para corroborar que el diámetro del eje seleccionado previamente, es factible para el diseño del agitador y su aplicación. La información necesaria se resume en la Tabla 4.8.

Tabla 4.8 Información inicial en el diseño del eje del agitador.

| Datos Iniciales                         | Nomenclatura                | Dimensión   |
|---|-----------------------------|---|
| Producto                                | <i>Suspensión de azúcar</i> | 960 cm <sup>3</sup>   |
| Temperatura                             | $T$                         | 85 a 8°C  |
| Densidad                                | $\rho_{teo}$                | 1411 a 1450 Kg m <sup>3</sup>                                   |
| Viscosidad dinámica                     | $\eta$                      | 0.1 a 1.2 Pa s  |
| Torque del agitador                     | $M_t$                       | 108 a 992 Nm  |
| Torque nominal del agitador             | $\tilde{M}_t$               | 0.25 Nm   |
| Factor Mpt                              | $F_{pt}$                    | 1.5   |
| Potencia mínima requerida               | $P$                         | 1.2465 Watt   |
| Potencia nominal del motor              | $\check{P}$                 | 3.15 Watt   |
| Número de propelas                      |                             | 1   |
| Diámetro de propela                     | $Da$                        | 0.09 m  |
| Tipo de propela                         |                             | Paletas (paso variable)   |
| Número de paletas                       |                             | 2   |
| Ángulo de inclinación de paletas        | $\alpha$                    | Inclinación variable de 0° a 90° con respecto el eje horizontal |
| Velocidad de rotación                   | $N$                         | 2rps = 120 rpm  |
| Velocidad angular                       | $\omega$                    | 12.566 rad s <sup>-1</sup>                                      |
| Longitud del eje                        | $Le$                        | 0.5 m   |
| Diámetro del eje                        | $de$                        | 0.002 m   |
| Masa de la propela                      | $m_{ex}$                    | 0.0042 Kg   |
| Masa del eje                            | $m_l$                       | 0.007 Kg  |
| Material                                | <i>Grado 55</i>             | Acero al carbón   |
| Densidad del material                   | $\rho_{eje}$                | 7850 Kg m <sup>3</sup>  |
| Esfuerzo máximo permisible del material | $\sigma_{max-eje}$          | 113.763 MPa   |
| Límite de fluencia                      | $S_y$                       | 345MPa = 3.45E+08 Nm <sup>-2</sup>                              |
| Módulo de elasticidad                   | $E$                         | 2.0 E+11 Nm <sup>-2</sup>                                       |

A partir de la información de la Tabla 4.8 se llevó a cabo el diseño del eje del agitador tal como se describe en la sección 3.1.4.3, encontrando los valores reportados en la Tabla 4.9.

Tabla 4.9 Diseño del eje del agitador.

| Especificación  | Nomenclatura               | Dimensión                 | Representación  |
|---|----------------------------|---------------------------|---|
| Torque del agitador modificado                          | $M_{pt}$                   | 0.376 Nm                  | <p>El diagrama ilustra un eje vertical de un agitador. Se muestra la deflexión máxima <math>y_{max}</math> en la parte superior del eje. Se indican los momentos de torsión <math>M_t</math> y <math>M_f</math> en diferentes puntos del eje. Se muestran también las fuerzas laterales <math>F</math> que actúan sobre el eje. Una línea vertical etiquetada como <math>e</math> indica la longitud del eje.</p> |
| Carga lateral al eje                                    | $F$                        | 11.1408 N                 |   |
| Momento de deflexión                                    | $M_f$                      | 5.5704 Nm                 |   |
| deflexión máxima  | $y_{max}$                  | 1.4775 m                  |   |
| Diámetro teórico del eje con factor de seguridad de 1   | $d_{et \text{ al } 100\%}$ | 0.0054 m                  |   |
| Masa equivalente  | $m_{eq}$                   | 0.00084 Kg                |   |
| Velocidad crítica                                       | $\omega_c$                 | 38.678 rps                |   |
| Esfuerzo de deflexión máximo calculado                  | $\sigma_{max}$             | 7090 MPa                  |   |
| Tensión de corte máximo calculado                       | $\tau_{max}$               | 1.6E+08 Nm <sup>-2</sup>  |   |
| Tensión de corte máximo para material                   | $\tau_{max-eje}$           | 4.09E+09 Nm <sup>-2</sup> |   |
| Factor de seguridad de esfuerzo                         | $FS_\sigma$                | -6.98E+09 Pa              |   |
| Factor de seguridad de tensor                           | $FS_\tau$                  | 3.93E+09 Nm <sup>-2</sup> |   |
| Diámetro teórico del eje con factor de seguridad de 0.1 | $d_{et \text{ al } 10\%}$  | 0.0025 m                  |   |

El tamaño adecuado del eje es importante para evitar el efecto de latigazo o cabeceo y vibraciones y a su vez dañar engranajes y cojinetes; ante este problema es importante realizar el análisis de esfuerzos y torque al que se somete el eje, además que el eje deber girar en un intervalo del 40 al 80% de la velocidad crítica ( $\omega_c$ ) para evitar los efecto antes mencionados [Ludwing, 1999]. En base a los resultados de la Tabla 4.9 se calculó que la velocidad de giró de operación representa el 5% de  $\omega_c$ , (posición en voladizo y en el aire), por lo tanto es adecuada su aplicación. Sin embargo se observa que el diámetro teórico del eje es de aproximadamente 0.05cm, por arriba del diámetro seleccionado preliminarmente, por esa razón el  $FS_\sigma$  calculado es negativo, puesto que al eje se aplica una fuerza mayor a la que puede soportar dadas las dimensiones y características del material. Por lo tanto se presenta el efecto de cabeceo como se muestra en la Figura 4.7, el cual se describe cuando la propela está colocada en el extremo libre del eje y no gira en su propio plano, y la masa de la propela es factor importante en la deflexión del eje; por lo tanto es importante calcular la fracción de masa del eje que se añade a la masa de la propela para determinar la frecuencia natural, está fracción se llama masa equivalente del eje en voladizo ( $m_{eq}$ )

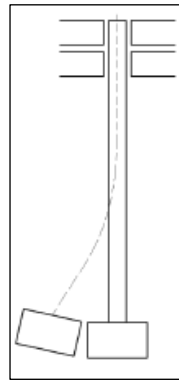


Figura 4.7 Efecto de cabeceo en el eje del agitador

Debido a lo largo del eje seleccionado se desarrolló el efecto de cabeceo, para reducir dicho efecto la bibliografía sugiere utilizar un soporte de cojinete en la parte inferior del tanque para mantener el eje estacionario [Ludwing, 1999], tal como se observa en la Figura 4.8; su aplicación presenta limitaciones para sustancias abrasivas o con partículas presentes, puesto que genera desgaste, estancamiento y hasta reduce la velocidad del agitador, entre otras consecuencias; por lo tanto normalmente los diseñadores evitan el uso de dicho cojinete

adicional. En ocasiones se instala un cojinete de guía a la mitad del largo del eje además del inferior, mismo que en el diseño de agitadores es preferible evitar puesto que requiere de recomendaciones para su instalación.

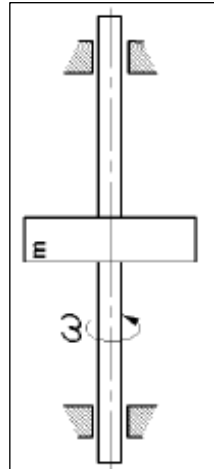


Figura 4.8. Soporte de cojinete que permite un eje estacionario

Finalmente con la medida tomada en el diseño del agitador, es posible trabajar con las dimensiones del agitador seleccionado preliminarmente, sin embargo es importante analizar el factor de seguridad con el que se trabaja en el diámetro del eje con respecto al diámetro teórico calculado ( $d_{et}$ ), el cual corresponde aproximadamente al  $0.1d_{et}$ , como se encuentra en la Tabla 4.9, lo que permite observar la inestabilidad del eje en la aplicación para el presente proyecto.

Con respecto a la necesidad del sistema de mantener los sólidos cristalinos formados en suspensión se calculó la velocidad mínima necesaria para la suspensión de sólidos a partir de la literatura [Mullin, 2001], y tomando como referencia los diámetros de partículas obtenidos para un sistema de paso constante de  $90^\circ$  de inclinación de paletas y las dimensiones del agitador calculadas [López, 2014] se obtuvo una velocidad mínima de suspensión ( $N_{js}$ ) de 1.06 rps para las partículas más grandes obtenidas, por lo tanto se ratifica la velocidad de operación en el sistema de 2 rps con respecto a las dimensiones del tanque y agitador.

#### 4.2.4 Diseño del Mecanismo de Paso Variable.

Con el fin de obtener el mecanismo descrito en la sección 3.1.4.4 se a partir del diseño preliminar propuesto de la Figura 3.9 se detallan las especificaciones obtenidas para cada una de las piezas útiles en el mecanismo de paso variable, su función y representación.

Inicialmente se explica en un diagrama de flujo la síntesis que explica el mecanismo de paso variable adjunto al agitador, el cual se presenta en la Figura 4.9, y a su vez se observan las piezas que conforman al mecanismo en la Figura 4.10.

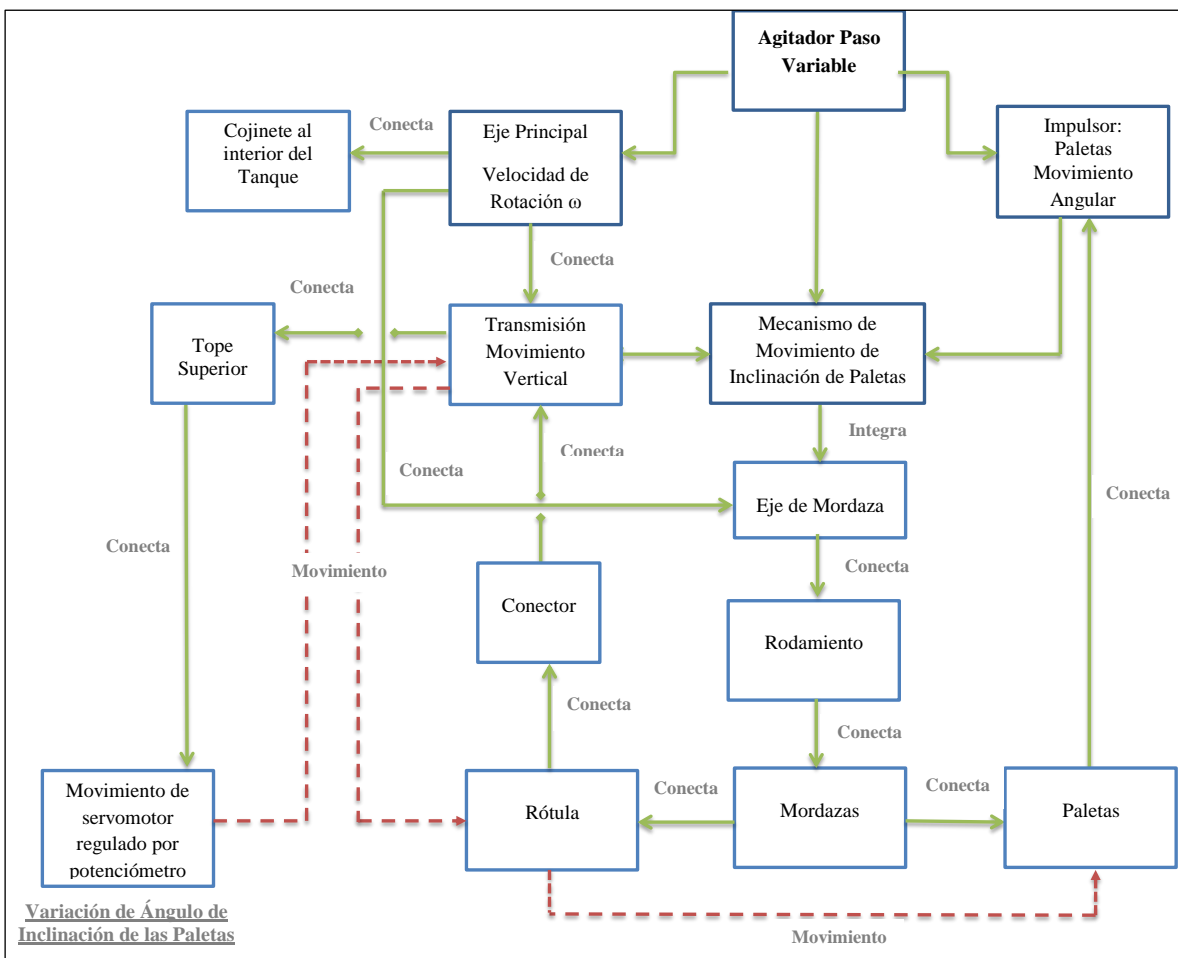


Figura 4.9. Síntesis del mecanismo de paso variable en el agitador

En la Tabla 4.10 se describen las partes que conforman el mecanismo de paso variable y su función.

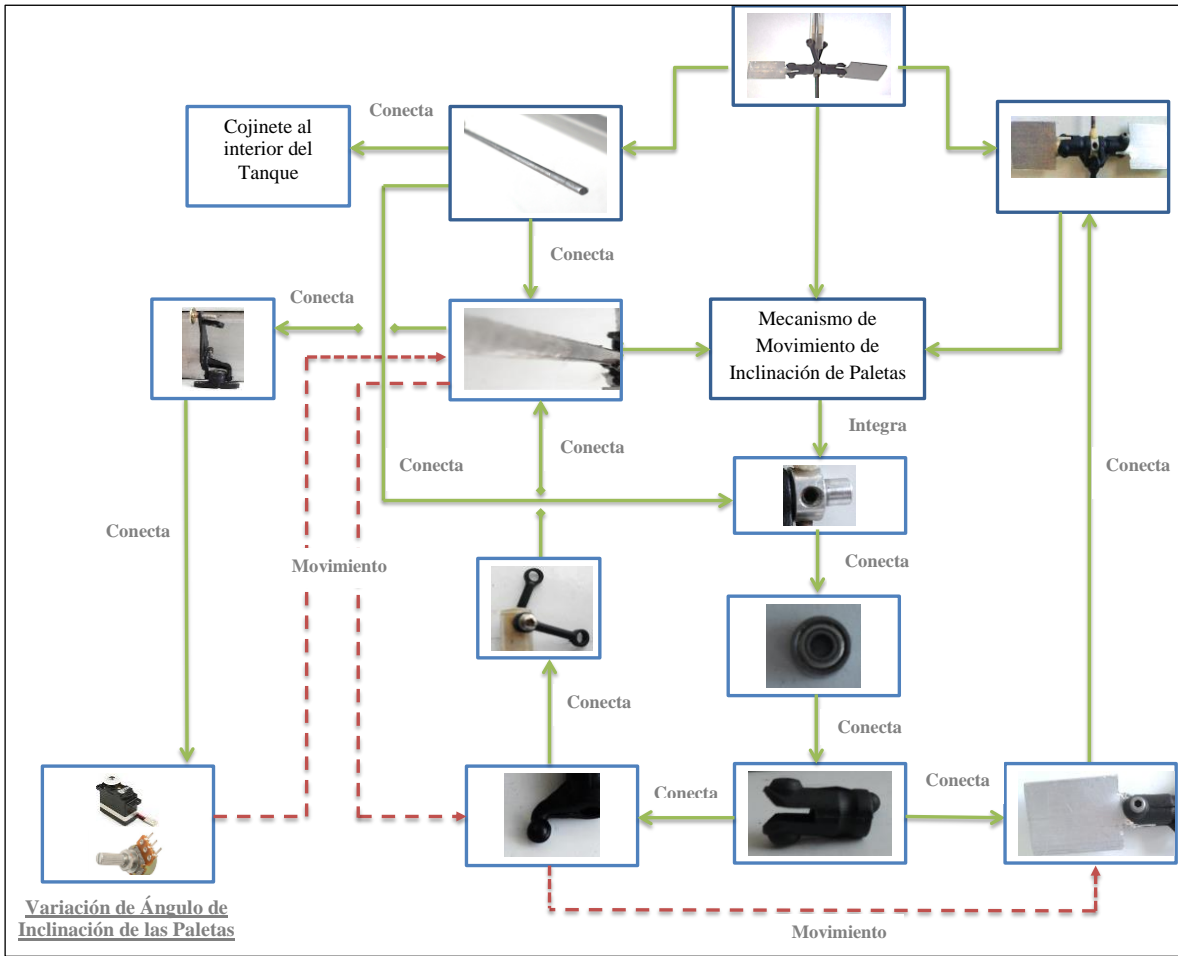


Figura 4.10. Piezas que conforma el mecanismo de paso variable.

Tabla 4.10. Descripción de las partes del mecanismo de paso variable.


| Componente           | Descripción  | Representación   |
|----------------------|--|--|
| Eje<br>(Parte móvil) | Cilindro recto rígido, que gira en movimiento rotatorio impulsado por un motor. Representa el cuerpo del agitador, ya que este soporta al impulsor y su posición determina la altura y posición del impulsor |  |

Tabla 4.10. Descripción de las partes del mecanismo de paso variable (continuación).

| Componente   | Descripción  | Representación  |
|--|--|---|
| <p>Impulsor<br/>(Parte móvil)</p>                            | <p>Parte del agitador que desplaza al fluido en dirección tangencial, a una determinada velocidad angular. Compone la parte de acción del agitador, su forma y dimensiones determinan el régimen de flujo del sistema.</p>   |     |
| <p>Rodamiento o Cojinete de esferas<br/>(Parte estática)</p> | <p>Elemento mecánico que reduce la fricción entre el eje y las piezas conectadas a él, permite que el movimiento de las piezas sea independiente entre ellas. Se encuentra fijado entre la mordaza y su el eje de la mordaza y por un tornillo. Es la conexión que permite que la mordaza se mueva libremente del eje del agitador</p> |   |
| <p>Eje de mordaza<br/>(Parte estática)</p>                   | <p>Es el elemento que permite la conexión entre el eje del agitador y la mordaza que sujeta a las paletas del impulsor, se encuentra fijo a ambos y al rodamiento por un arreglo de tornillo</p>   |  |

Tabla 4.10. Descripción de las partes del mecanismo de paso variable (continuación).

| Componente                               | Descripción  | Representación  |
|--|--|---|
| <p>Mordaza<br/>(Parte móvil)</p>         | <p>Este elemento mantiene las paletas sujetas de forma segura, por un arreglo de tuerca-tornillo la longitud de la mordaza es importante ya que influye en el diámetro del impulsor</p>  |     |
| <p>Transmisión<br/>(Parte móvil)</p>     | <p>Cilindro hueco por el que se hace pasar el eje del agitador, es el elemento cuyo movimiento vertical da lugar a la inclinación de las paletas, se considera como parte del eje del agitador y se conecta a la rótula y a al tope superior por dos pares de conectores cuyo arreglo de conexión es de tornillo</p>   |   |
| <p>Rótula mecánica<br/>(Parte móvil)</p> | <p>Elemento que forma parte de la misma pieza que la mordaza, es el responsable que el movimiento de la mordaza y a su vez la inclinación de las paletas sea consecuencia del movimiento vertical de la transmisión, la inclinación de cada paleta es hacia el lado contrario una con respecto a la otra, quedando las rotulas de manera equidistante entre ellas.</p> |  |

Tabla 4.10. Descripción de las partes del mecanismo de paso variable (continuación).

| Componente                             | Descripción  | Representación |
|--|--|----------------|
| <p>Tope superior<br/>(Parte móvil)</p> | <p>Es el elemento que se conforma por varias piezas, entre ellas un rodamiento que permite el movimiento rotatorio del eje y a su vez le sirve de soporte, cuenta con otra conexión en la parte superior que de igual manera soporta y dirige al eje de agitación, a la misma altura se encuentra un tornillo por el cual se conecta el elemento con el servomotor, el encargado de desplazar verticalmente al tope superior y así mismo a la transmisión.</p> |                |

Una vez definidas las partes que conforman el mecanismo de paso variable se presentan en la Tabla 4.11 las dimensiones de las piezas principales antes descritas.

Tabla 4.11 Dimensiones de las partes que conforman el mecanismo de paso variable

| Componente                 | Dimensiones |          | Representación |
|----------------------------|-------------|----------|----------------|
| <p>Paleta del impulsor</p> | $W$         | $0.018m$ |                |
|                            | $Lp$        | $0.023m$ |                |
|                            | $hp'$       | $0.005m$ |                |
|                            | $lp$        | $0.013$  |                |
|                            | $W$         | $0.018m$ |                |
|                            | $Lp$        | $0.023m$ |                |

Tabla 4.11 Dimensiones de las partes que conforman el mecanismo de paso variable (continuación)

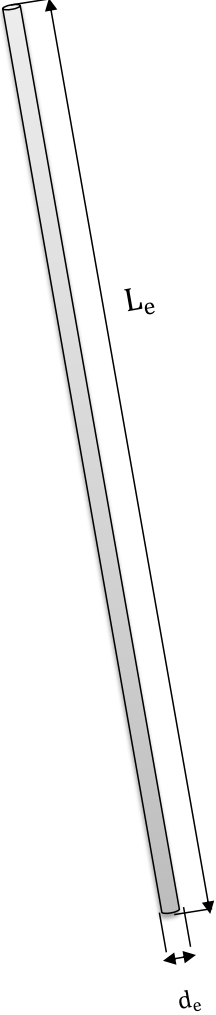
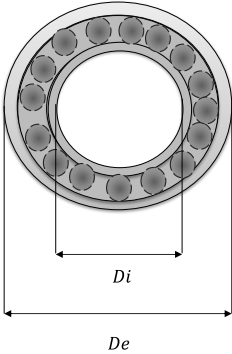
| Componente | Dimensiones     |                        | Representación   |
|------------|-----------------|------------------------|--|
| Eje        | $L_e$           | 0.5 m                  |  <p>The diagram shows a 3D perspective view of a shaft. A double-headed arrow along the length of the shaft is labeled <math>L_e</math>. At the bottom end, a double-headed arrow across the diameter is labeled <math>d_e</math>.</p> |
|            | $d_e$           | 0.002 m                |  |
|            | $m_{ex}$        | 0.0042 Kg              |  |
|            | $m_l$           | 0.007 Kg               |  |
|            | <i>Grado 55</i> | Acero al carbón        |  |
|            | $\rho_{eje}$    | 7850 Kg m <sup>3</sup> |  |
| Rodamiento | $D_i$           | 0.002m                 |  <p>The diagram shows a cross-section of a ball bearing. The inner diameter is labeled <math>D_i</math> and the outer diameter is labeled <math>D_e</math>.</p>   |
|            | $D_e$           | 0.0055m                |  |

Tabla 4.11 Dimensiones de las partes que conforman el mecanismo de paso variable (continuación)

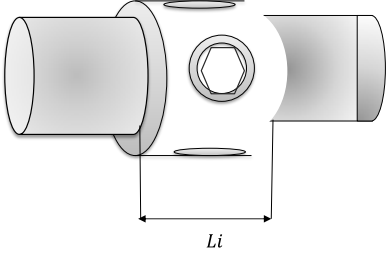
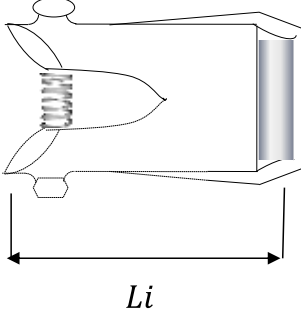
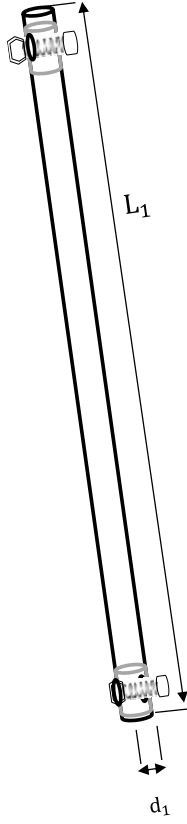
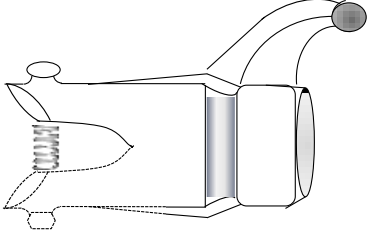
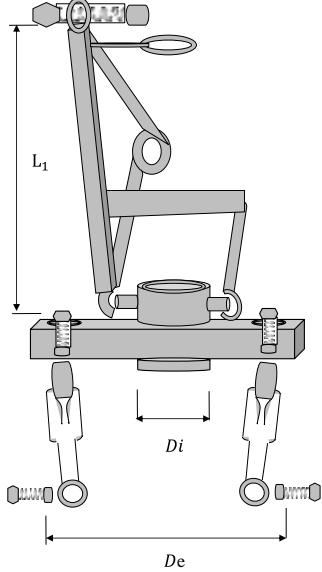
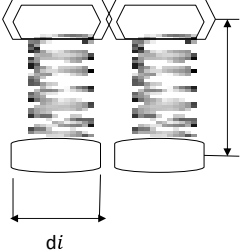
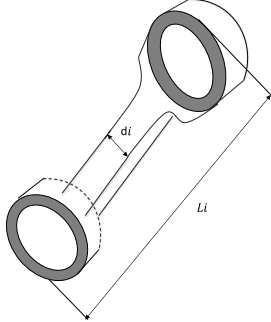
| Componente     | Dimensiones |         | Representación  |
|----------------|-------------|---------|---|
| Eje de mordaza | $Li$        | 0.007m  |     |
|                | $Di$        | 0.004m  |   |
| Mordaza        | $Li$        | 0.012m  |    |
|                | $Di$        | 0.008m  |   |
| Transmisión    | $Li$        | 0.0395m |  |
|                | $Di$        | 0.004m  |   |
|                | $De$        | 0.009m  |   |

Tabla 4.11 Dimensiones de las partes que conforman el mecanismo de paso variable (continuación)

| Componente      | Dimensiones               |        | Representación  |
|-----------------|---------------------------|--------|---|
| Rótula mecánica | <i>Diámetro de rótula</i> | 0.003  |     |
| Tope superior   | <i>Li</i>                 | 0.025m |   |
|                 | <i>Di</i>                 | 0.003m |   |
|                 | <i>De</i>                 | 0.022m |   |
| Tornillería     | <i>li</i>                 | 0.009m |  |
|                 | <i>di</i>                 | 0.003m |   |
| Conexiones      | <i>Li</i>                 | 0.025m |  |
|                 | <i>Di</i>                 | 0.004m |   |
|                 | <i>De</i>                 | 0.006m |   |
|                 | <i>di</i>                 | 0.003m |   |

### 4.3 EVALUACIÓN DE AGITADOR DE PASO VARIABLE

Los resultados obtenidos de las pruebas experimentales para la evaluación del agitador de paso variable se graficaron y se compararon con respecto a las pruebas realizadas a paso constantes. En la Figuras 4.11 se muestra las tendencias de las cinéticas de cristalización para cada experimento correspondiente a paso constante de  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  y  $90^\circ$  de inclinación en las paletas junto con las cinéticas de paso variable de  $0^\circ$  a  $45^\circ$  y de  $0^\circ$  a  $90^\circ$ ; en la Figura 4.12 se muestran los perfiles de temperatura registrado durante el proceso de cristalización para cada condición de la Figura 4.11.

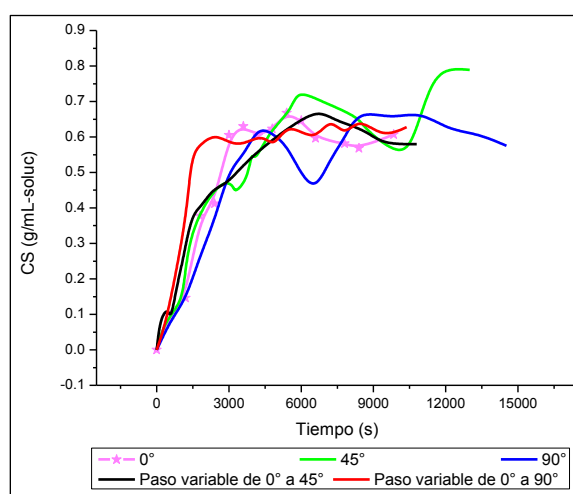


Figura 4.11. Cinéticas de cristalización experimentales

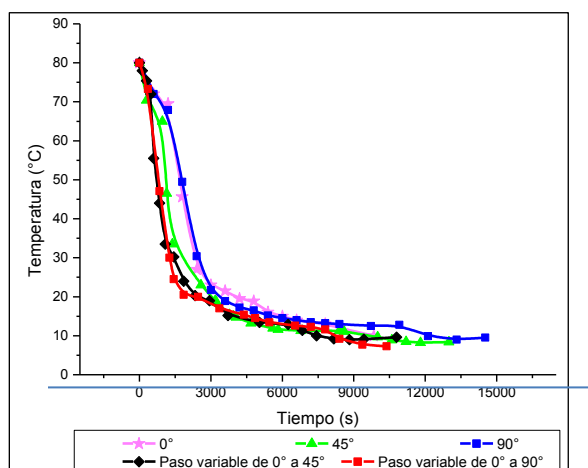


Figura 4.12. Perfiles de temperatura para cada experimento de cristalización

De forma individual y para su análisis se muestran en las Figuras 4.13, 4.14 y 4.15 los resultados correspondientes a las pruebas de paso constante con 0°, 45° y 90° de inclinación de las paletas respectivamente

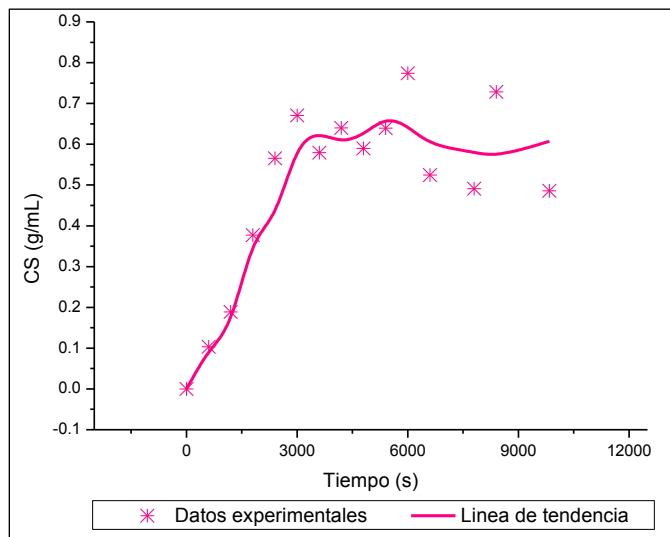


Figura 4.13. Cinéticas de cristalización de paso constante con 0° de inclinación en las paletas.

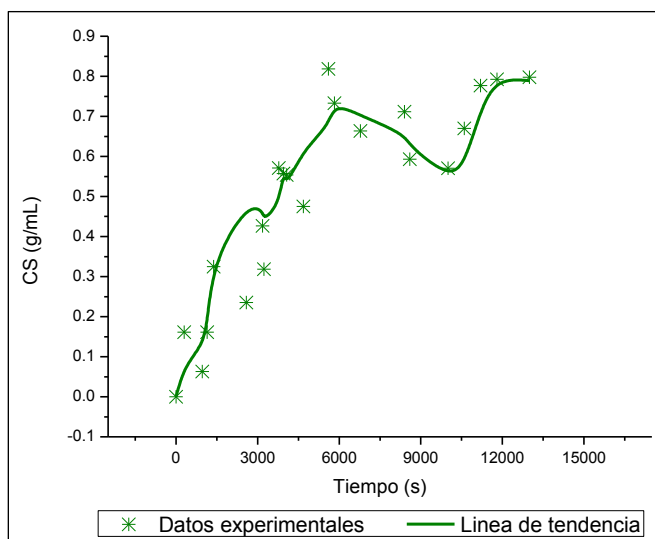


Figura 4.14. Cinéticas de cristalización de paso constante con 45° de inclinación en las paletas.

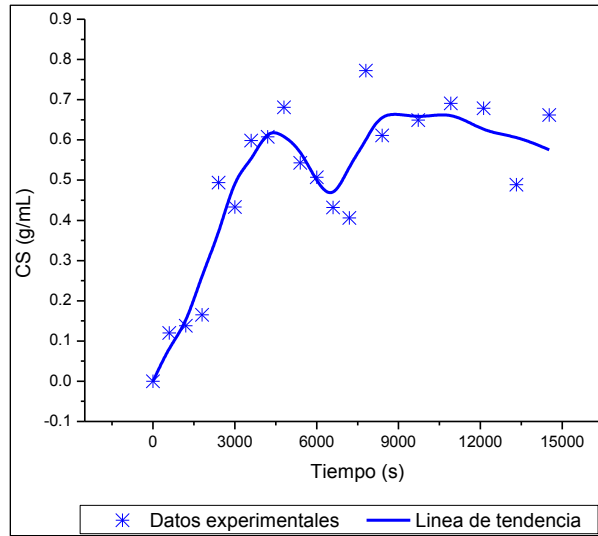


Figura 4.15. Cinéticas de cristalización de paso constante con 90° de inclinación en las paletas.

En las Figuras 4.16 y 4.17 se observan las cinéticas de cristalización correspondientes a las condiciones de paso variable en el agitador, cuya inclinación de las paletas va de 0° a 45° y de 0° a 90° respectivamente

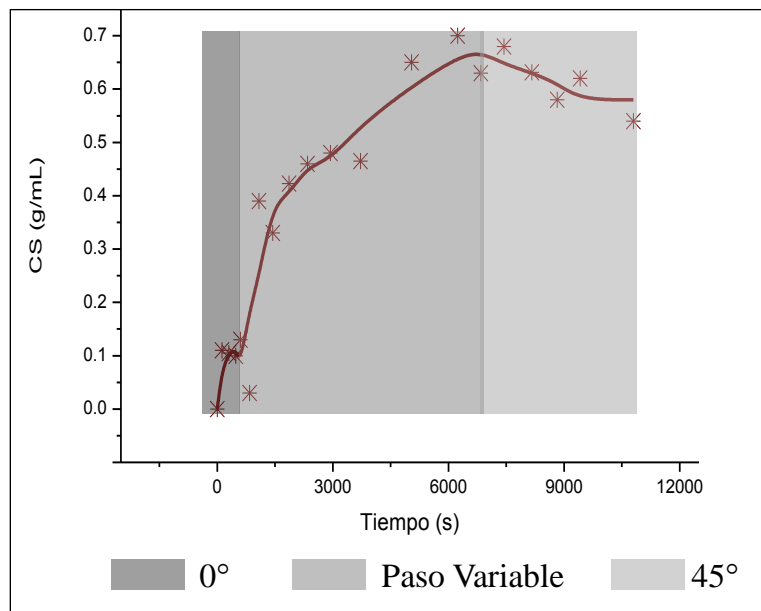


Figura 4.16. Cinética de cristalización de paso variable de 0° a 45° de inclinación en las paletas.

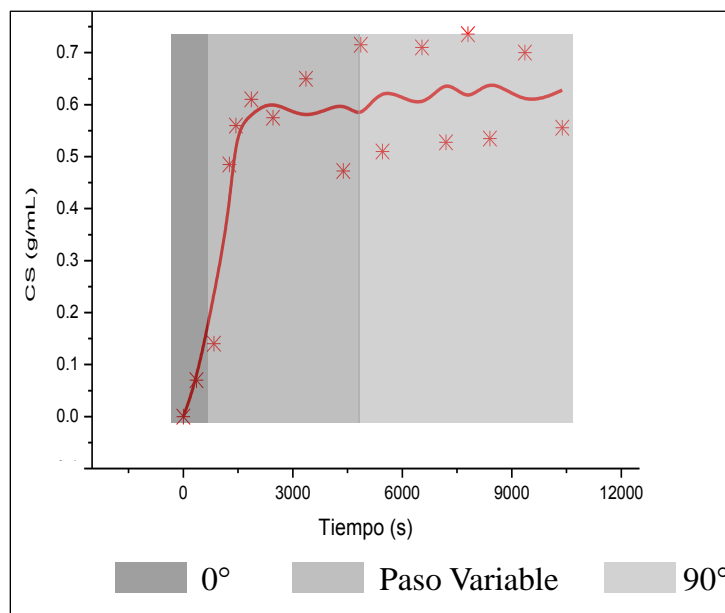


Figura 4.16. Cinética de cristalización de paso variable de 0° a 90° de inclinación en las paletas

En el análisis realizado en cada una de las cinéticas de cristalización se obtuvieron las velocidades máximas de cristalización para cada condición experimental, las cuales corresponden a  $1.883 \times 10^{-02} \text{ g cm}^{-3} \text{ min}^{-1}$  para el ángulo de inclinación de las paletas de 0°, de  $8.0471 \times 10^{-03} \text{ g cm}^{-3} \text{ min}^{-1}$  para el ángulo de inclinación de las paletas de 45°, de  $1.1512 \times 10^{-02} \text{ g cm}^{-3} \text{ min}^{-1}$  para el ángulo de inclinación en las paletas de 90°; y para los experimentos de paso variable las velocidades máximas de cristalización fueron de  $1.9769 \times 10^{-02} \text{ g cm}^{-3} \text{ min}^{-1}$  para el cambio de paso de las paletas del agitador de 0° a 45° y de  $2.3333 \times 10^{-02} \text{ g cm}^{-3} \text{ min}^{-1}$  para el cambio de paso de las paletas de 0° a 90°.

Con el fin de comparar los resultados experimentales de paso constante y paso variable, en las Tablas 4.12 a la 4.19 se presentan los datos de concentración de sólidos y densidad tanto teórica como experimental para las condiciones de paso constante de 45° y 90°, y para los de paso variable de 0° a 45° y de 0° a 90°; además se realizó un análisis estadístico del porcentaje de error presente entre los datos calculados teóricamente y los obtenidos experimentalmente a las diferentes condiciones de temperatura y agitación.

Tabla 4.12. Propiedades de la suspensión teórica y experimental a condición de paso constante de 45°

| T    | CS                 | CS                 | $\rho$             | $\rho$             | % Error | % Error |
|------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|---------|---------|
| °C   | Teórica            | Experimental       | Teórica            | Experimental       | CS      | $\rho$  |
|      | g mL <sup>-1</sup> | g mL <sup>-1</sup> | Kg m <sup>-3</sup> | Kg m <sup>-3</sup> |         |         |
| 80   | 0                  | 0                  | 1.4576             | 1.46               | 0       | 0.1651  |
| 70.4 | 0.1318             | 0.1611             | 1.4583             | 1.47               | 22.1888 | 0.8048  |
| 65   | 0.1948             | 0.0629             | 1.4586             | 1.415              | 67.7079 | 2.9900  |
| 46.5 | 0.3622             | 0.161              | 1.4596             | 1.355              | 55.5492 | 7.1689  |
| 33.5 | 0.4456             | 0.3246             | 1.4602             | 1.358              | 27.1472 | 6.9989  |
| 25   | 0.4887             | 0.536              | 1.4605             | 1.36               | 9.6832  | 6.8801  |
| 20.5 | 0.5085             | 0.6601             | 1.4606             | 1.33               | 29.8122 | 8.9420  |
| 19   | 0.5147             | 0.4265             | 1.4606             | 1.335              | 17.1356 | 8.6020  |
| 15.4 | 0.5288             | 0.571              | 1.4607             | 1.255              | 7.9870  | 14.0838 |
| 11.6 | 0.5425             | 0.66               | 1.4608             | 1.345              | 21.6624 | 7.9272  |
| 11.3 | 0.5435             | 0.6634             | 1.4608             | 1.375              | 22.0561 | 5.8738  |
| 9.5  | 0.5496             | 0.4833             | 1.4608             | 1.44               | 12.0631 | 1.4263  |

Tabla 4.13. Análisis estadístico del experimento a paso constante de 45°

|                     |          |         |
|---------------------|----------|---------|
| Media               | 24.4161  | 5.9886  |
| Varianza            | 348.9048 | 14.8880 |
| Desviación estándar | 18.6790  | 3.8585  |

Tabla 4.14. Propiedades de la suspensión teórica y experimental a condición de paso constante de 90°.

| T    | CS                 | CS                 | $\rho$             | $\rho$             | % Error | % Error |
|------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|---------|---------|
| °C   | Teórica            | Experimental       | Teórica            | Experimental       | CS      | $\rho$  |
|      | g mL <sup>-1</sup> | g mL <sup>-1</sup> | Kg m <sup>-3</sup> | Kg m <sup>-3</sup> |         |         |
| 80   | 0                  | 0                  | 1.4576             | 1.46               | 0.0     | 0.2     |
| 72   | 0.1117             | 0.1203             | 1.4582             | 1.285              | 7.7     | 11.9    |
| 68   | 0.1619             | 0.1382             | 1.4584             | 1.37               | 14.6    | 6.1     |
| 49.5 | 0.3394             | 0.165              | 1.4595             | 1.455              | 51.4    | 0.3     |
| 30.4 | 0.4622             | 0.4938             | 1.4603             | 1.265              | 6.8     | 13.4    |
| 21.7 | 0.5034             | 0.4333             | 1.4606             | 1.375              | 13.9    | 5.9     |
| 19   | 0.5151             | 0.5987             | 1.4606             | 1.361              | 16.2    | 6.8     |
| 17.2 | 0.5219             | 0.6075             | 1.4607             | 1.346              | 16.4    | 7.9     |
| 15.2 | 0.5295             | 0.5428             | 1.4607             | 1.318              | 2.5     | 9.8     |
| 14.5 | 0.5321             | 0.5069             | 1.4607             | 1.304              | 4.7     | 10.7    |
| 13.2 | 0.5368             | 0.4062             | 1.4608             | 1.27               | 24.3    | 13.1    |
| 13   | 0.5376             | 0.611              | 1.4608             | 1.29               | 13.7    | 11.7    |
| 12.5 | 0.5393             | 0.6492             | 1.4608             | 1.155              | 20.4    | 20.9    |
| 10   | 0.5483             | 0.6786             | 1.4608             | 1.225              | 23.8    | 16.1    |
| 9    | 0.5512             | 0.4888             | 1.4608             | 1.355              | 11.3    | 7.2     |
| 9.5  | 0.5496             | 0.662              | 1.4608             | 1.36               | 20.5    | 6.9     |

Tabla 4.15. Análisis estadístico del experimento a paso constante de 90°

|                     |          |         |
|---------------------|----------|---------|
| Media               | 15.5159  | 9.2997  |
| Varianza            | 135.5653 | 27.0210 |
| Desviación estándar | 11.6433  | 5.1982  |

Tabla 4.16. Propiedades de la suspensión teórica y experimental a condición de paso variable de 0° a 45°.

| T<br>°C | CS<br>Teórica<br>g mL <sup>-1</sup> | CS<br>Experimental<br>g mL <sup>-1</sup> | ρ<br>Teórica<br>Kg m <sup>-3</sup> | ρ<br>Experimental<br>Kg m <sup>-3</sup> | % Error<br>CS | % Error<br>ρ |
|---------|-------------------------------------|--|------------------------------------|---|---------------|--------------|
| 80      | 0                                   | 0  | 1.45759286                         | 1.460                                   | 0.0           | 0.2          |
| 75.4    | 0.06660822                          | 0.105                                    | 1.45792196                         | 1.465                                   | 57.6          | 0.5          |
| 72      | 0.11173483                          | 0.1                                      | 1.45815606                         | 1.510                                   | 10.5          | 3.6          |
| 70      | 0.13676455                          | 0.12                                     | 1.45829004                         | 1.450                                   | 12.3          | 0.6          |
| 55.4    | 0.28999016                          | 0.13                                     | 1.45917955                         | 1.390                                   | 55.2          | 4.7          |
| 44      | 0.38009971                          | 0.26                                     | 1.45975892                         | 1.405                                   | 31.6          | 3.8          |
| 40      | 0.40680222                          | 0.14                                     | 1.4599369                          | 1.510                                   | 65.6          | 3.4          |
| 33.5    | 0.44555623                          | 0.39                                     | 1.46019715                         | 1.425                                   | 12.5          | 2.4          |
| 30.2    | 0.46324382                          | 0.33                                     | 1.46031531                         | 1.290                                   | 28.8          | 11.7         |
| 25      | 0.48868009                          | 0.245                                    | 1.46048209                         | 1.385                                   | 49.9          | 5.2          |
| 24      | 0.493253                            | 0.42                                     | 1.46051141                         | 1.323                                   | 14.9          | 9.4          |
| 20.3    | 0.50934122                          | 0.46                                     | 1.46061213                         | 1.425                                   | 9.7           | 2.4          |
| 19      | 0.51469628                          | 0.48                                     | 1.4606446                          | 1.435                                   | 6.7           | 1.8          |
| 15.2    | 0.52951746                          | 0.465                                    | 1.46073073                         | 1.425                                   | 12.2          | 2.4          |
| 13.2    | 0.53684508                          | 0.57                                     | 1.46077079                         | 1.450                                   | 6.2           | 0.7          |
| 12.7    | 0.53862831                          | 0.525                                    | 1.46078024                         | 1.420                                   | 2.5           | 2.8          |
| 11.5    | 0.54283076                          | 0.595                                    | 1.46080197                         | 1.495                                   | 9.6           | 2.3          |
| 11      | 0.54455008                          | 0.635                                    | 1.46081064                         | 1.565                                   | 16.6          | 7.1          |
| 10.5    | 0.54625069                          | 0.52                                     | 1.46081908                         | 1.583                                   | 4.8           | 8.3          |
| 10      | 0.54793387                          | 0.6375                                   | 1.46082729                         | 1.600                                   | 16.3          | 9.5          |
| 9.4     | 0.54992957                          | 0.59                                     | 1.46083684                         | 1.560                                   | 7.3           | 6.8          |
| 9       | 0.55124583                          | 0.58                                     | 1.46084302                         | 1.465                                   | 5.2           | 0.3          |
| 9.1     | 0.55091783                          | 0.62                                     | 1.46084149                         | 1.425                                   | 12.5          | 2.5          |
| 9.6     | 0.54926718                          | 0.54                                     | 1.46083369                         | 1.480                                   | 1.7           | 1.3          |

Tabla 4.17. Análisis estadístico del experimento a paso variable de 0° a 45°

|                     |          |        |
|---------------------|----------|--------|
| Media               | 18.1971  | 3.7472 |
| Varianza            | 343.7461 | 9.2135 |
| Desviación estándar | 18.5404  | 3.0354 |

Para el análisis correspondiente a las propiedades obtenidas experimentales con respecto a las calculadas teóricamente se compararon las desviaciones estándar presentes en cada condición de agitación; para las cuales se observó que las condiciones de agitación que involucran la inclinación de 90° en las paletas del agitador presentan menor porcentaje de error en la concentración de sólidos suspendidos, que aquellas que sólo involucran la inclinación de 45°. Con respecto a la comparación de las condiciones de paso constante con respecto a las de paso variable se observó que la condición de paso variable de 0° a 45° presenta una ligera disminución en el porcentaje de error en comparación con la condición de paso constante a 45°; para el caso de paso variable de 0° a 90° el porcentaje de error en la concentración de sólidos se incrementa con respecto a la condición de paso constante de 90°; por lo tanto se demuestra que la distribución de sólidos se beneficia con un flujo predominantemente radial en el sistema agitado

Tabla 4.18. Propiedades de la suspensión teórica y experimental a condición de paso variable de 0° a 90°.

| T<br>°C | CS<br>Teórica<br>g mL <sup>-1</sup> | CS<br>Experimental<br>g mL <sup>-1</sup> | ρ<br>Teórica<br>Kg m <sup>-3</sup> | ρ<br>Experimental<br>Kg m <sup>-3</sup> | % Error<br>CS | % Error<br>ρ |
|---------|-------------------------------------|--|------------------------------------|---|---------------|--------------|
| 80      | 0                                   | 0  | 1.4576                             | 1.460                                   | 0.0           | 0.2          |
| 75      | 0.0721                              | 0.120                                    | 1.4579                             | 1.480                                   | 66.5          | 1.5          |
| 73      | 0.0988                              | 0.075                                    | 1.4581                             | 1.435                                   | 24.1          | 1.6          |
| 71      | 0.1244                              | 0.150                                    | 1.4582                             | 1.390                                   | 20.6          | 4.7          |
| 65      | 0.1948                              | 0.070                                    | 1.4586                             | 1.355                                   | 64.1          | 7.1          |
| 55.5    | 0.2891                              | 0.190                                    | 1.4592                             | 1.357                                   | 34.3          | 7.0          |
| 50      | 0.3355                              | 0.230                                    | 1.4595                             | 1.295                                   | 31.4          | 11.3         |
| 37      | 0.4254                              | 0.380                                    | 1.4601                             | 1.313                                   | 10.7          | 10.1         |
| 35      | 0.4371                              | 0.383                                    | 1.4601                             | 1.450                                   | 12.4          | 0.7          |
| 32      | 0.4538                              | 0.430                                    | 1.4603                             | 1.495                                   | 5.2           | 2.4          |
| 30      | 0.4643                              | 0.485                                    | 1.4603                             | 1.335                                   | 4.5           | 8.6          |
| 24.5    | 0.4910                              | 0.560                                    | 1.4605                             | 1.335                                   | 14.1          | 8.6          |
| 20      | 0.5106                              | 0.575                                    | 1.4606                             | 1.348                                   | 12.6          | 7.7          |
| 17      | 0.5226                              | 0.650                                    | 1.4607                             | 1.410                                   | 24.4          | 3.5          |
| 15.4    | 0.5288                              | 0.472                                    | 1.4607                             | 1.597                                   | 10.7          | 9.3          |
| 13.5    | 0.5358                              | 0.605                                    | 1.4608                             | 1.455                                   | 12.9          | 0.4          |
| 13.4    | 0.5361                              | 0.510                                    | 1.4608                             | 1.485                                   | 4.9           | 1.7          |
| 12.3    | 0.5400                              | 0.528                                    | 1.4608                             | 1.244                                   | 2.2           | 14.8         |
| 10.5    | 0.5463                              | 0.635                                    | 1.4608                             | 1.430                                   | 16.2          | 2.1          |
| 9.2     | 0.5506                              | 0.535                                    | 1.4608                             | 1.495                                   | 2.8           | 2.3          |
| 9.1     | 0.5509                              | 0.580                                    | 1.4608                             | 1.400                                   | 5.3           | 4.2          |
| 9       | 0.5512                              | 0.563                                    | 1.4608                             | 1.420                                   | 2.1           | 2.8          |
| 9.4     | 0.5499                              | 0.535                                    | 1.4608                             | 1.505                                   | 2.7           | 3.0          |
| 7.3     | 0.5567                              | 0.556                                    | 1.4609                             | 1.306                                   | 0.1           | 10.6         |

Tabla 4.19. Análisis estadístico del experimento a paso variable de 0° a 90°

|                     |          |         |
|---------------------|----------|---------|
| Media               | 16.0     | 5.2530  |
| Varianza            | 308.5900 | 16.0121 |
| Desviación estándar | 17.5667  | 4.0015  |

De los resultados obtenidos con respecto al análisis de las cinéticas de cristalización de paso constante y paso variable se concluye que las condiciones de paso variable favorecen las velocidades de cristalización y presentan una distribuida dispersión de datos en la fase estable del sistema. Para el experimento a la condición de paso variable de 0° a 90° se presentó la velocidad más alta de cristalización y así mismo alcanzó la estabilidad más rápidamente así como una mejor distribución de datos en la fase en equilibrio.

Se observó durante los experimentos y en el análisis de los datos la influencia de la temperatura en la cristalización de azúcar, ya que es la condición que establece el grado de sobresaturación en la suspensión, por lo tanto un enfriamiento acelerado favorece la formación de sólidos en el menor tiempo; a partir de ello se concluye que la temperatura de la suspensión es una importante variable a controlar en los sistemas de cristalización.

Por otro lado de los datos comparados teóricos y experimentales se observa que se presenta un error significativo en la concentración experimental de sólidos suspendidos con respecto a la calculada teóricamente, situación que demuestra que la agitación no completa la suspensión total de sólidos, por lo tanto se presenta una dispersión de los mismos a lo largo del tanque agitado, mismo es un factor a considerar en futuras investigaciones al respecto.

#### 4.4 MODELACIÓN DEL PROCESO DE TRANSPORTE DE MASA

El análisis de los resultados arrojados por el modelo se realizó para cada condición de agitación por separado y posteriormente se compararon entre los diferentes escenarios generados.

#### 4.4.1 Resultados Paso Constante de 45°

En la Tabla 4.20 se presentan los valores calculados por el programa para los números adimensionales y las variables involucradas en la transferencia de masa.

Tabla 4.20 Valores calculados en las propiedades de transferencia de masa para PC45°

| Temperatura<br>°C | $D_{if}$<br>cm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> | $N_{Rep}$   | $N_{Sc}$   | $N_{Sh}$   | $K_L$<br>cm s <sup>-1</sup> |
|-------------------|---|-------------|------------|------------|-----------------------------|
| 70.4              | 1.2869E-12                                  | 1.35628E-08 | 244894528  | 0.14258666 | 6.189E-09                   |
| 65                | 1.0262E-12                                  | 1.48363E-08 | 379686669  | 0.18954789 | 4.8511E-09                  |
| 46.5              | 5.966E-13                                   | 9.69912E-09 | 1064712905 | 0.20461322 | 2.8565E-09                  |
| 33.5              | 4.6342E-13                                  | 5.88142E-09 | 1691897280 | 0.15805593 | 2.2899E-09                  |
| 23                | 3.9636E-13                                  | 4.5883E-09  | 2229848096 | 0.14117559 | 1.9893E-09                  |
| 19                | 3.7663E-13                                  | 4.67131E-09 | 2434051840 | 0.14872426 | 1.8857E-09                  |
| 15.4              | 3.6092E-13                                  | 5.06296E-09 | 2615517582 | 0.16482765 | 1.7945E-09                  |
| 15                | 3.5928E-13                                  | 5.12623E-09 | 2635504192 | 0.16722477 | 1.7845E-09                  |
| 14.7              | 3.5807E-13                                  | 5.17636E-09 | 2650468479 | 0.16910659 | 1.777E-09                   |
| 13.2              | 3.5215E-13                                  | 5.46206E-09 | 2724944719 | 0.17962192 | 1.7399E-09                  |
| 11.9              | 3.4722E-13                                  | 5.75804E-09 | 2788998362 | 0.19027548 | 1.7082E-09                  |
| 11.6              | 3.4611E-13                                  | 5.83287E-09 | 2803711688 | 0.1929434  | 1.7009E-09                  |
| 11.3              | 3.4501E-13                                  | 5.91019E-09 | 2818398688 | 0.19569125 | 1.6937E-09                  |
| 11.1              | 3.4428E-13                                  | 5.96312E-09 | 2828175235 | 0.19756789 | 1.6889E-09                  |
| 9.7               | 3.393E-13                                   | 6.36519E-09 | 2896271665 | 0.21172353 | 1.6557E-09                  |
| 8.9               | 3.3654E-13                                  | 6.62017E-09 | 2934909601 | 0.22062991 | 1.6371E-09                  |
| 8.5               | 3.3519E-13                                  | 6.75467E-09 | 2954151644 | 0.22531088 | 1.6279E-09                  |
| 8.2               | 3.3418E-13                                  | 6.85865E-09 | 2968549024 | 0.22892247 | 1.621E-09                   |
| 8.4               | 3.3485E-13                                  | 6.78903E-09 | 2958954038 | 0.2265051  | 1.6256E-09                  |

En la Figura 4.17 se observa el comportamiento de los valores de en la Tabla 4.20 como función de cada condición de temperatura.

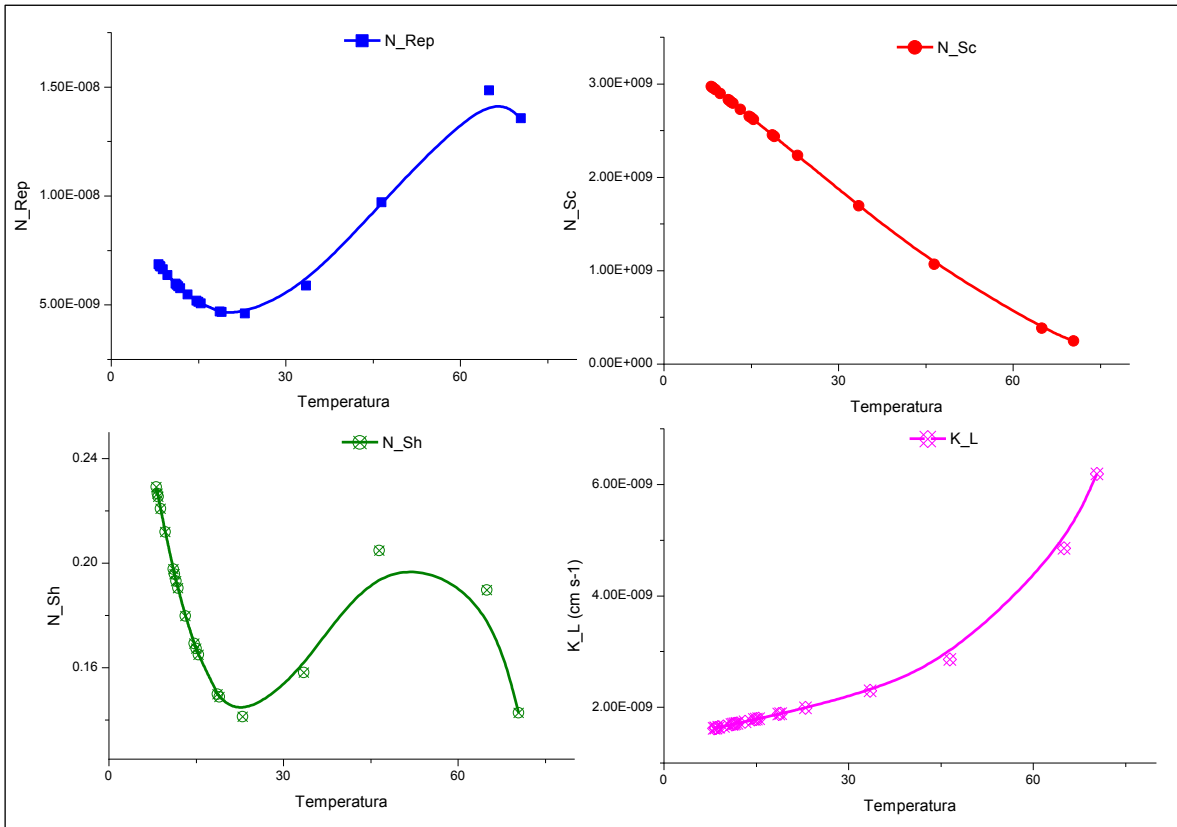
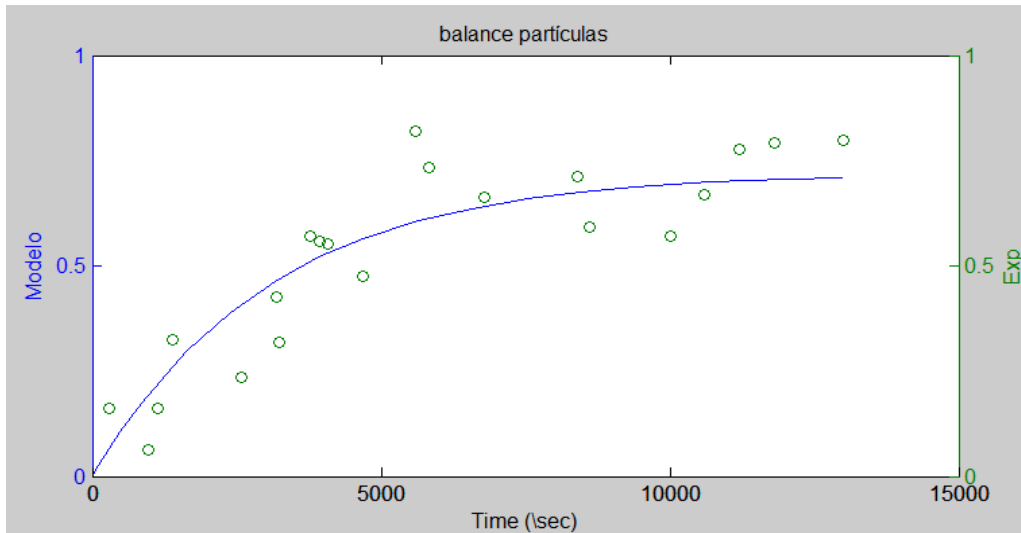


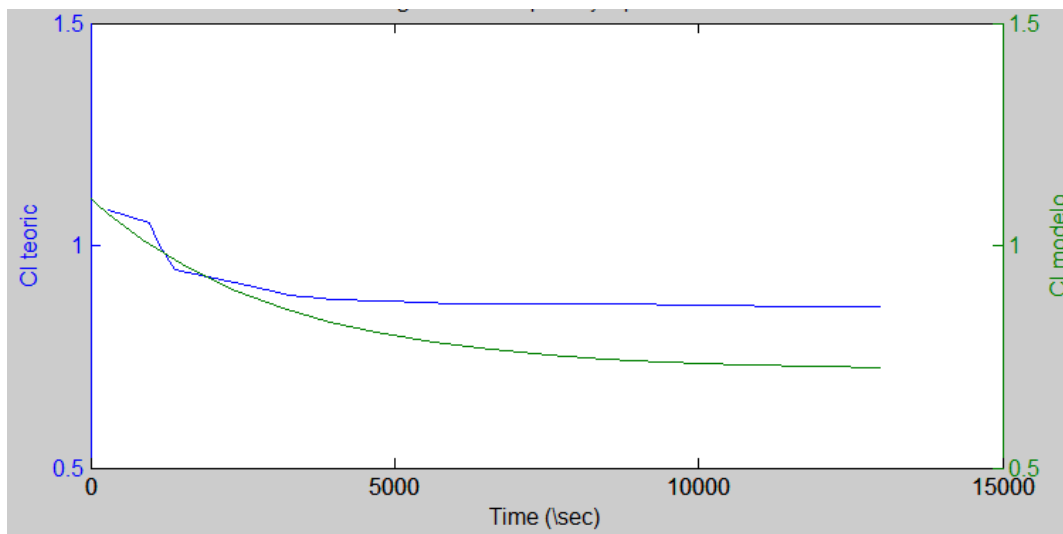
Figura 4.17 .Propiedades de transporte en función de la temperatura para PC45°

A continuación se muestran los gráficos generados por el programa en la que se observa el comportamiento experimental o teórico con respecto al obtenido con el modelo.

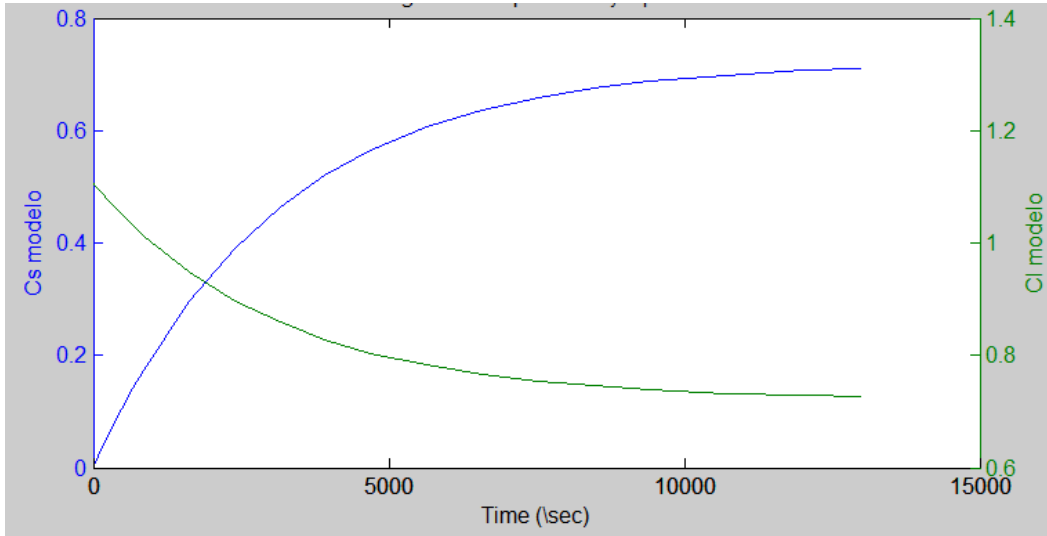
En las Figura 4.18, 4.19 se observan los resultados del modelo con respecto a los datos experimentales en el caso de la concentración de sólidos y con respecto a los datos teóricos en la fase líquida. En la Figura 4.20 se observa el gráfico generado por el modelo para el balance de masa del sistema; y finalmente en la Figura 4.21 se muestra el gráfico que representa la relación teórica de concentración en estado de saturación y sobresaturación para la fase continua, por lo tanto la separación entre ambas curvas representa la zona metaestable del sistema.



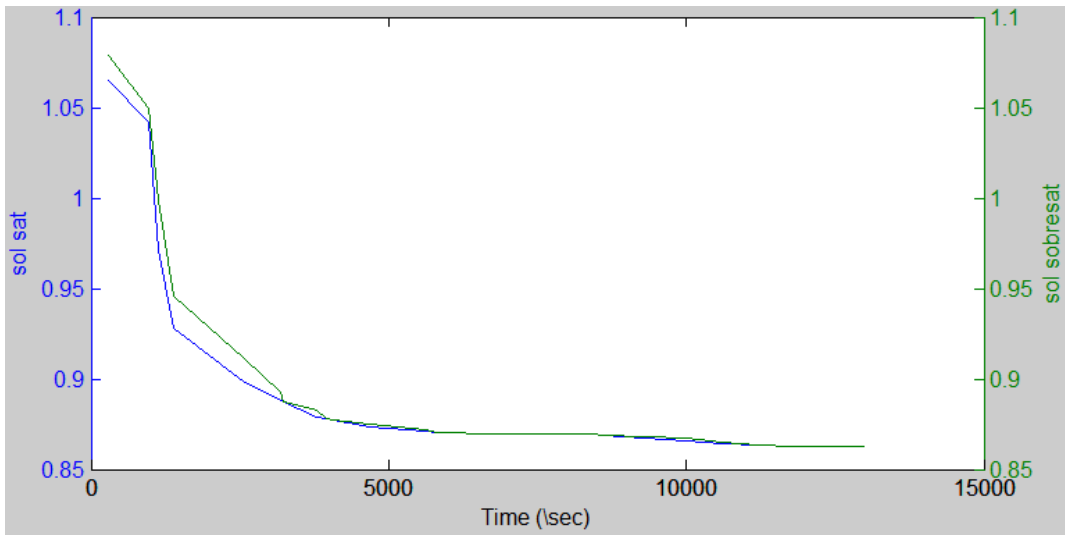
4.18. Gráfica generada para la concentración de sólidos suspendidos, en coloración verde se observan los datos experimentales y la línea verde representa el modelo de transferencia de masa calculado a partir de los datos obtenidos en la Tabla 4.20 para PC45°.



4.19. Gráfica generada para PC45° que representa la concentración de azúcar en la fase continu, en coloración azul se observa la concentración teóricamente calculada y en coloración verde se representa el modelo



4.20. Gráfica generada para PC45° por el modelo en el balance de materia para la fase continua en color verde y para la fase discreta en azul.



4.21. Gráfico generado para PC45° por el cálculo teórico que representa en azul la concentración de azúcar en estado de saturación, y en color verde se representa el estado sobresaturado del sistema cristalizado.

#### 4.4.2 Resultados Paso Constante de 90°

En la Tabla 4.21 se presentan los valores calculados por el programa para los números adimensionales y las variables involucradas en la transferencia de masa, cuya inclinación de las paletas fue de 90° con respecto al eje horizontal.

Tabla 4.21 Valores calculados en las propiedades de transferencia de masa en PC90°

| Temperatura<br>°C | $D_{if}$<br>cm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> | $N_{Rep}$  | $N_{Sc}$   | $N_{Sh}$   | $K_L$<br>cm s <sup>-1</sup> |
|-------------------|---|------------|------------|------------|-----------------------------|
| 72                | 1.389E-12                                   | 2.1485E-08 | 211066567  | 0.42543416 | 1.872E-08                   |
| 67.9              | 1.1525E-12                                  | 2.3697E-08 | 303340648  | 0.5504378  | 1.5279E-08                  |
| 49.5              | 6.4016E-13                                  | 1.9269E-08 | 933287036  | 0.7596011  | 8.428E-09                   |
| 30.4              | 4.4087E-13                                  | 1.7543E-08 | 1849806609 | 0.94096699 | 5.7858E-09                  |
| 21.7              | 3.8966E-13                                  | 2.1088E-08 | 2296434673 | 1.22034452 | 5.0282E-09                  |
| 18.9              | 3.7617E-13                                  | 2.2979E-08 | 2439127019 | 1.35356323 | 4.8188E-09                  |
| 17.2              | 3.6856E-13                                  | 2.4323E-08 | 2525120797 | 1.44630941 | 4.6988E-09                  |
| 16.5              | 3.6554E-13                                  | 2.4921E-08 | 2560360727 | 1.48723377 | 4.6509E-09                  |
| 15.2              | 3.601E-13                                   | 2.6103E-08 | 2625515724 | 1.56760789 | 4.5641E-09                  |
| 14.5              | 3.5726E-13                                  | 2.6778E-08 | 2660432212 | 1.61329425 | 4.5186E-09                  |
| 14                | 3.5527E-13                                  | 2.7277E-08 | 2685297048 | 1.64698056 | 4.4866E-09                  |
| 13.5              | 3.5331E-13                                  | 2.7791E-08 | 2710096830 | 1.68155644 | 4.4549E-09                  |
| 13                | 3.5138E-13                                  | 2.8319E-08 | 2734829752 | 1.71703231 | 4.4237E-09                  |
| 12.5              | 3.4947E-13                                  | 2.8862E-08 | 2759494076 | 1.75341856 | 4.3929E-09                  |
| 9.9               | 3.4E-13                                     | 3.1925E-08 | 2886580589 | 1.95769878 | 4.2388E-09                  |
| 9                 | 3.3689E-13                                  | 3.3083E-08 | 2930091021 | 2.03447159 | 4.1878E-09                  |
| 9.5               | 3.3861E-13                                  | 3.2433E-08 | 2905950185 | 1.99142721 | 4.216E-09                   |

En la Figura 4.22 se valora el comportamiento de los datos obtenidos en la Tabla 4.21 para cada condición de temperatura en el experimento para PC90°.

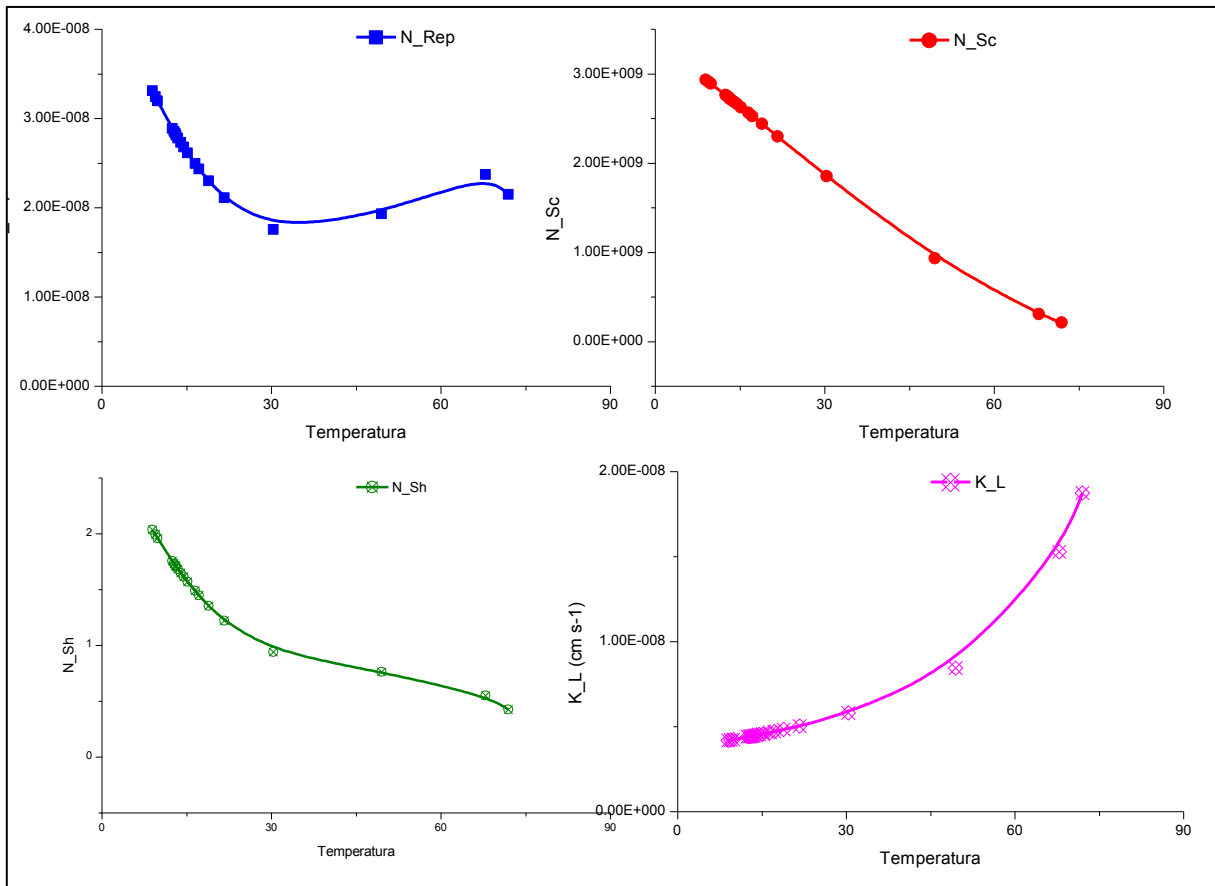
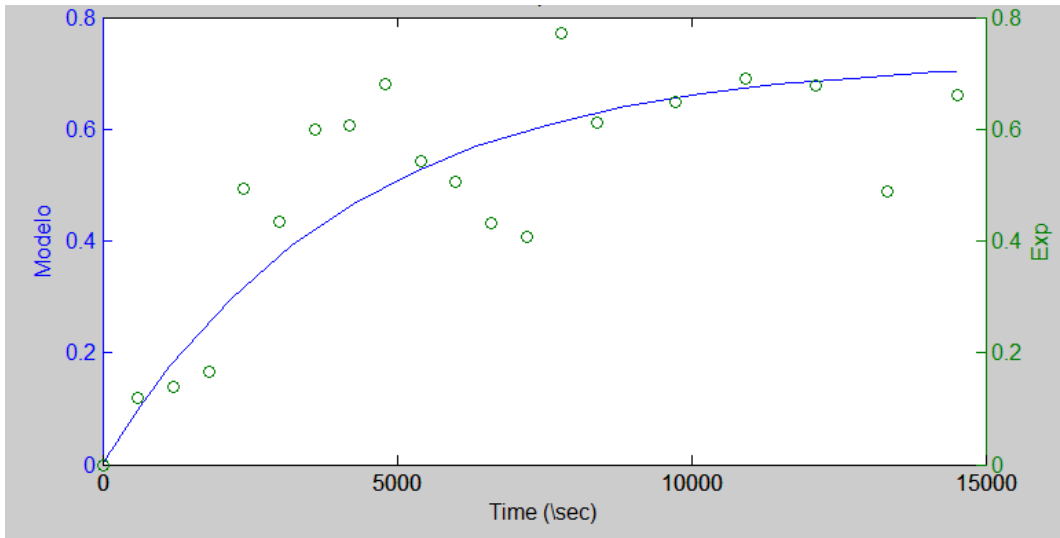


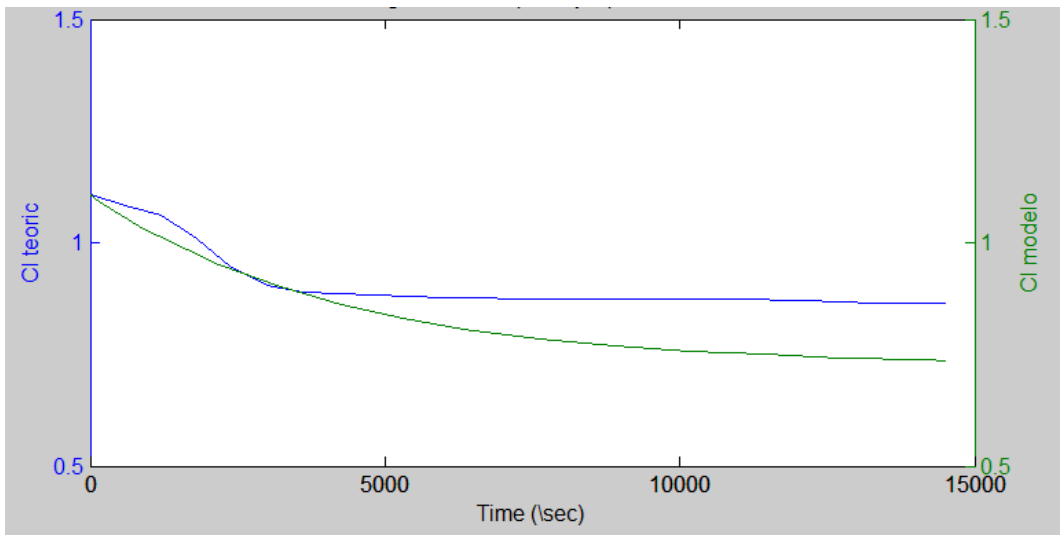
Figura 4.22 .Propiedades de transporte en función de la temperatura para PC90°

En seguida se muestran los gráficos generados por el programa en la que se observa el comportamiento experimental y teórico con respecto al obtenido con el modelo para los datos de paso constante de 90°

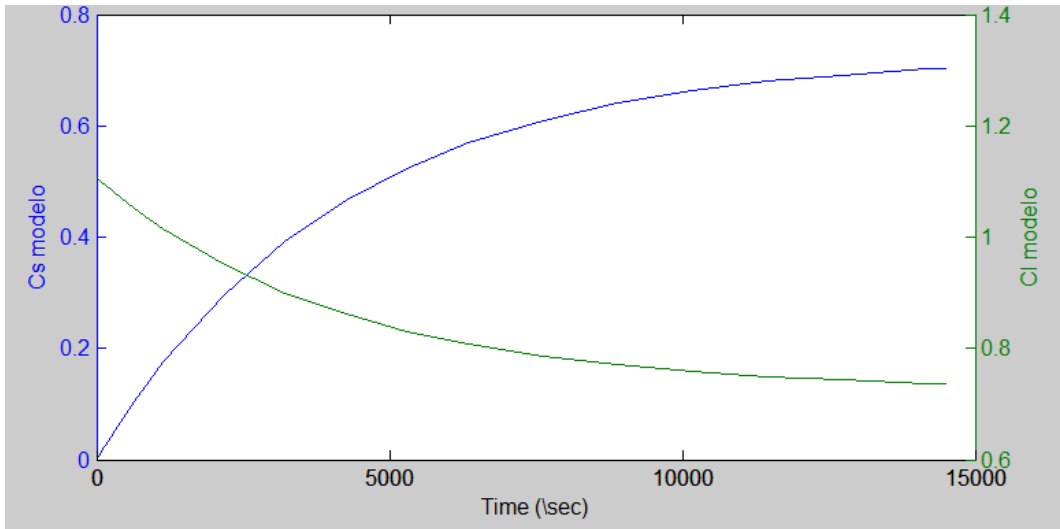
En las Figura 4.23, 4.24 y 4.25 se observan los resultados del modelo comparados con los datos experimentales de concentración de sólidos y por otra parte con los datos teóricos en la fase líquida. En la Figura 4.26 se muestra el gráfico que representa la relación teórica de concentración en estado de saturación y sobresaturación para la fase continua.



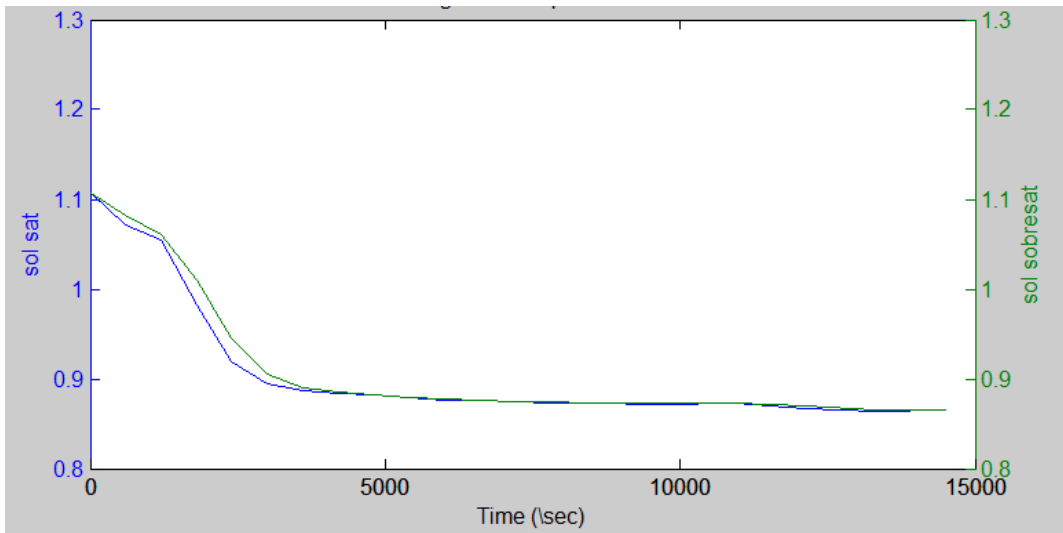
4.23. Gráfica generada para la concentración de sólidos suspendidos, en coloración verde se observan los datos experimentales y la línea verde representa el modelo de transferencia de masa calculado por el programa para PC 90°



4.24. Gráfica generada para PC90° que representa la concentración de azúcar en la fase continu, en coloración azul se observa la concentración teóricamente calculada y en coloración verde se representa el modelo



4.25. Gráfica generada para PC90° por el modelo en el balance de materia para la fase continua en color verde y para la fase discreta en azul.



4.26. Gráfico generado para PC90° por el cálculo teórico que representa en azul la concentración de azúcar en estado de saturación, y en color verde se representa el estado sobresaturado del sistema cristalizado.

#### 4.4.3 Resultados Paso Variable de 0° a 45°

Se presentan en la Tabla 4.22 los valores calculados por el programa para las propiedades de transferencia de masa para los datos de paso variable de 0 ° a 45 °

Tabla 4.22 Valores calculados en las propiedades de transferencia de masa para PV45°

| Temperatura<br>°C | $D_{if}$<br>$\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$ | $N_{Rep}$  | $N_{Sc}$   | $N_{Sh}$   | $K_L$<br>$\text{cm s}^{-1}$ |
|-------------------|---|------------|------------|------------|-----------------------------|
| 78                | 1.9511E-12                              | 6.915E-13  | 108578663  | 0.01920008 | 2.6855E-06                  |
| 75.4              | 1.664E-12                               | 3.3139E-10 | 148339229  | 6.60725056 | 1.4115E-06                  |
| 72                | 1.389E-12                               | 6.0424E-10 | 211066567  | 13.5362519 | 1.1146E-06                  |
| 70                | 1.2635E-12                              | 7.0931E-10 | 253787008  | 17.0874444 | 9.9686E-07                  |
| 55.4              | 7.48E-13                                | 4.0657E-09 | 695662814  | 35.6905595 | 5.8562E-07                  |
| 44                | 5.6477E-13                              | 5.8689E-09 | 1178873778 | 41.9272469 | 4.4603E-07                  |
| 40                | 5.2077E-13                              | 6.265E-09  | 1368904844 | 42.7691029 | 4.1313E-07                  |
| 33.5              | 4.6342E-13                              | 6.6676E-09 | 1691897280 | 42.928377  | 3.7073E-07                  |
| 30                | 4.3815E-13                              | 6.7729E-09 | 1870286908 | 42.4881137 | 3.5225E-07                  |
| 25                | 4.0727E-13                              | 6.8063E-09 | 2127147460 | 41.3447494 | 3.299E-07                   |
| 24                | 4.0172E-13                              | 6.7983E-09 | 2178527657 | 41.0547718 | 3.2591E-07                  |
| 20.3              | 3.8276E-13                              | 6.7319E-09 | 2367924160 | 39.8382238 | 3.1236E-07                  |
| 19                | 3.7663E-13                              | 6.6963E-09 | 2434051840 | 39.3650883 | 3.0801E-07                  |
| 15.5              | 3.6134E-13                              | 6.5738E-09 | 2610514924 | 38.0027677 | 2.972E-07                   |
| 13.4              | 3.5292E-13                              | 6.4849E-09 | 2715048820 | 37.1405112 | 2.9129E-07                  |
| 13                | 3.5099E-13                              | 6.4624E-09 | 2739768160 | 36.9319394 | 2.8994E-07                  |
| 12.7              | 3.5023E-13                              | 6.4533E-09 | 2749636687 | 36.8482423 | 2.894E-07                   |
| 11.5              | 3.4574E-13                              | 6.397E-09  | 2808610296 | 36.3435296 | 2.8627E-07                  |
| 11                | 3.4392E-13                              | 6.3729E-09 | 2833059036 | 36.132302  | 2.8499E-07                  |
| 10.4              | 3.4177E-13                              | 6.3436E-09 | 2862298518 | 35.8784364 | 2.8349E-07                  |
| 10                | 3.4035E-13                              | 6.3237E-09 | 2881730369 | 35.7090856 | 2.825E-07                   |
| 9.4               | 3.3826E-13                              | 6.2484E-09 | 2910784711 | 35.4492161 | 2.81E-07                    |
| 9.2               | 3.3757E-13                              | 6.2235E-09 | 2920444245 | 35.3626869 | 2.805E-07                   |
| 9                 | 3.3689E-13                              | 6.1988E-09 | 2930091021 | 35.2762221 | 2.8001E-07                  |
| 9.1               | 3.3723E-13                              | 6.2111E-09 | 2925269233 | 35.3194458 | 2.8025E-07                  |

En la Figura 4.27 se observa el comportamiento de los valores obtenidos en la Tabla 4.22 para cada condición de temperatura del experimento de PV45°

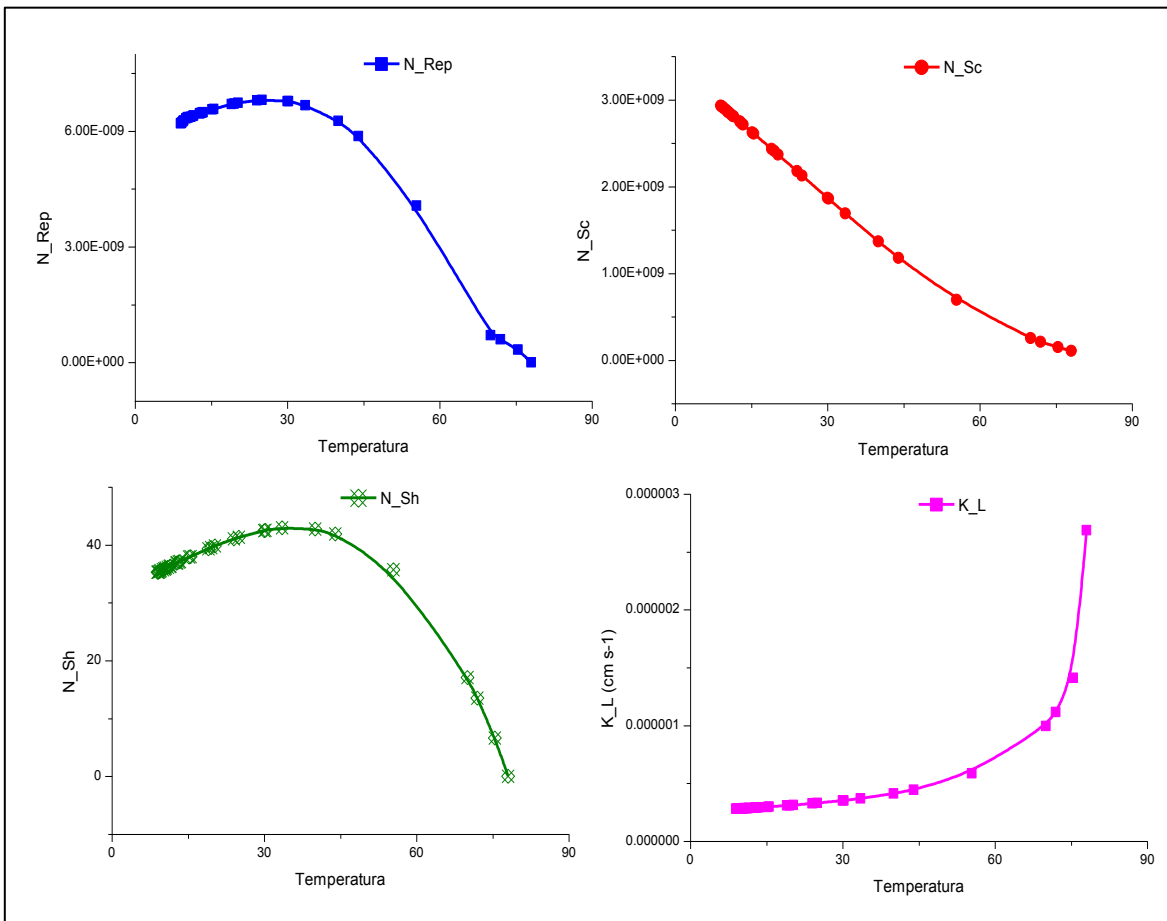
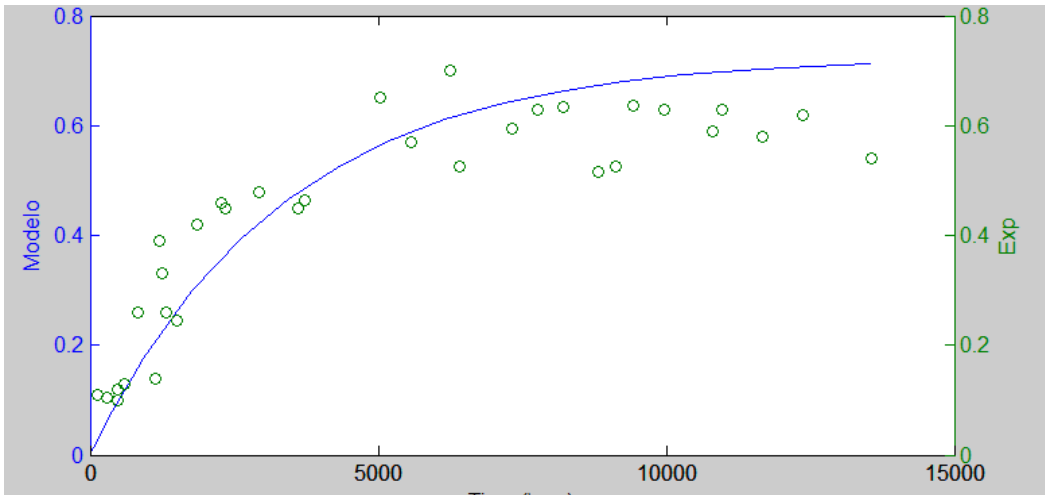
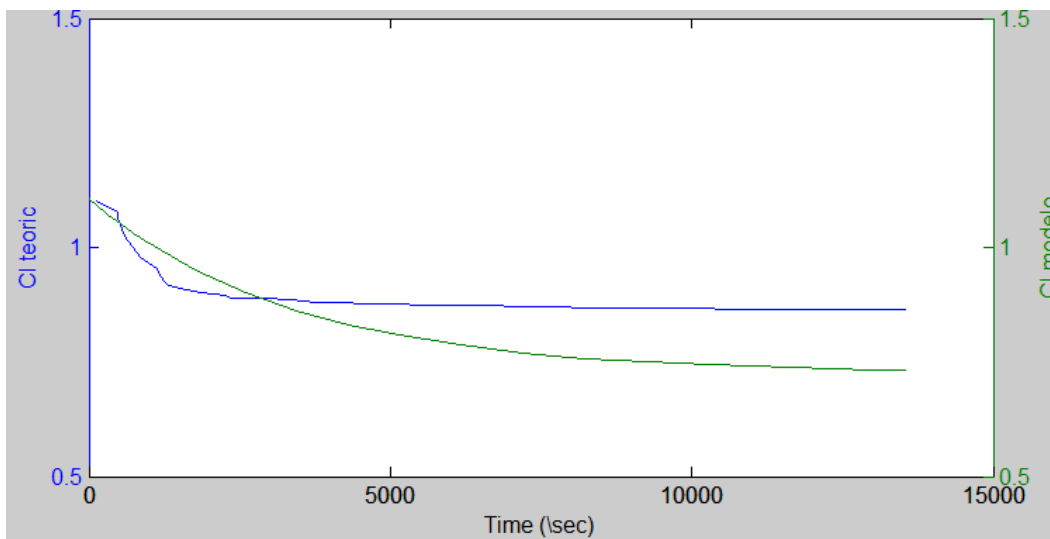


Figura 4.27 .Propiedades de transporte en función de la temperatura para PV45°

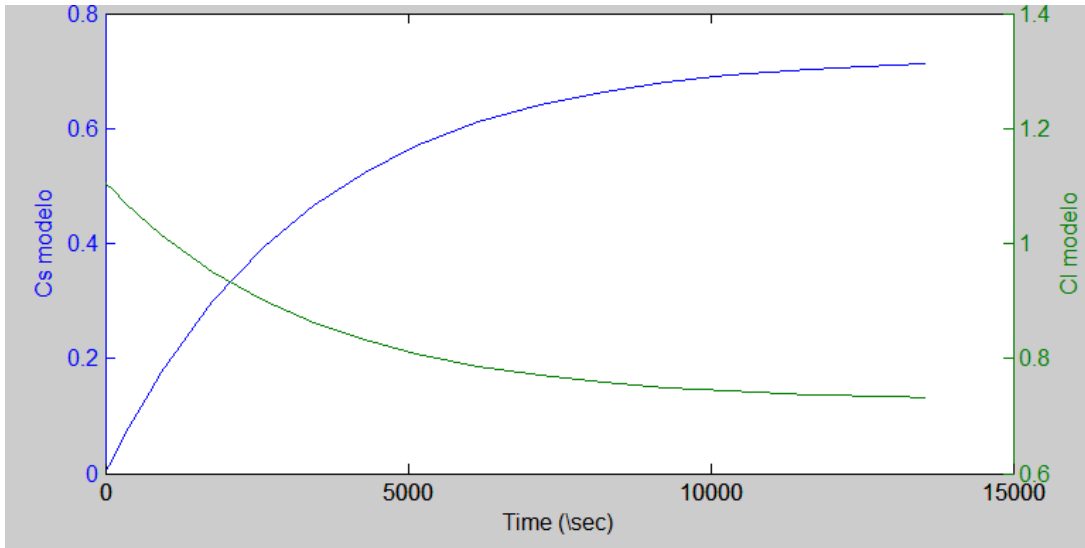
A continuación en las Figura 4.28, 4.29 y 4.30 se observan los resultados del modelo comparados con los datos experimentales de concentración de sólidos y los datos teóricos calculados para la fase líquida. En la Figura 4.31 se muestra el gráfico que representa la relación entre la concentración en estado de saturación y sobresaturación para la fase continua a partir de datos calculados teóricamente.



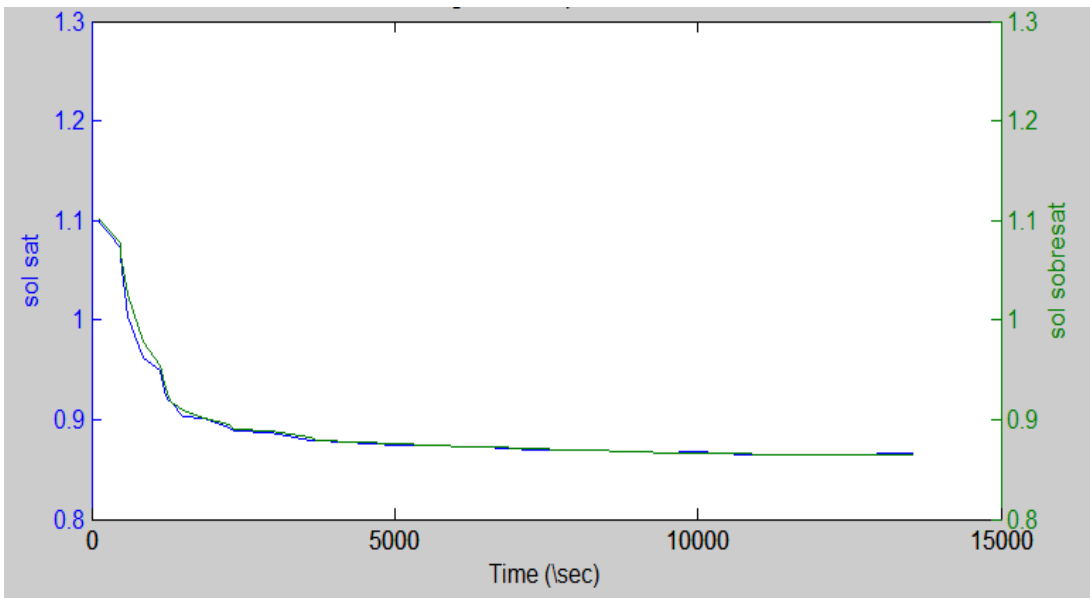
4.28. Gráfica generada para la concentración de sólidos suspendidos, en coloración verde se observan los datos experimentales y la línea verde representa el modelo de transferencia de masa calculado por el programa para PV45°.



4.29. Gráfica generada para PV45° que representa la concentración de azúcar en la fase continu, en coloración azul se observa la concentración teóricamente calculada y en coloración verde se representa el modelo



4.30. Gráfica generada para PV45° por el modelo en el balance de materia para la fase continua en color verde y para la fase discreta en azul.



4.31. Gráfico generado para PV45° por el cálculo teórico que representa en azul la concentración de azúcar en estado de saturación, y en color verde se representa el estado sobresaturado del sistema cristalizado.

#### 4.4.4 Resultados Paso Variable de 0° a 90°

Se presentan en la Tabla 4.23 los valores calculados por el programa para las propiedades de transferencia de masa para los datos de paso variable de 0° a 90°.

Tabla 4.23 Valores calculados en las propiedades de transferencia de masa para PV90°

| Temperatura<br>°C | $D_{if}$<br>$\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$ | $N_{Rep}$  | $N_{Sc}$   | $N_{Sh}$   | $K_L$<br>$\text{cm s}^{-1}$ |
|-------------------|---|------------|------------|------------|-----------------------------|
| 75                | 1.6266E-12                              | 7.4105E-10 | 155080448  | 16.6765816 | 1.5239E-06                  |
| 73                | 1.4607E-12                              | 9.7341E-10 | 191332607  | 23.6346111 | 1.3327E-06                  |
| 71                | 1.3235E-12                              | 1.1323E-09 | 231882857  | 29.6941492 | 1.1877E-06                  |
| 65                | 1.0262E-12                              | 4.477E-09  | 379686669  | 44.6525294 | 9.24E-07                    |
| 55.5              | 7.5014E-13                              | 9.7421E-09 | 691899153  | 57.1269581 | 6.8267E-07                  |
| 50                | 6.4807E-13                              | 1.1527E-08 | 912030162  | 59.5461299 | 5.9485E-07                  |
| 47.1              | 6.0481E-13                              | 1.2091E-08 | 1037917258 | 59.7626245 | 5.5797E-07                  |
| 35                | 4.7535E-13                              | 1.2352E-08 | 1616192411 | 55.8268164 | 4.4875E-07                  |
| 30                | 4.3815E-13                              | 1.1911E-08 | 1870286908 | 53.3710381 | 4.1739E-07                  |
| 24.5              | 4.0447E-13                              | 1.1406E-08 | 2152843439 | 51.2610855 | 3.8846E-07                  |
| 23.5              | 3.9902E-13                              | 1.1331E-08 | 2204196920 | 51.0120699 | 3.8367E-07                  |
| 20                | 3.8133E-13                              | 1.115E-08  | 2383208043 | 50.6113383 | 3.6778E-07                  |
| 17                | 3.6769E-13                              | 1.1123E-08 | 2535200005 | 50.9845264 | 3.5504E-07                  |
| 15                | 3.5928E-13                              | 1.1187E-08 | 2635504192 | 51.6776085 | 3.469E-07                   |
| 13.5              | 3.5331E-13                              | 1.1284E-08 | 2710096830 | 52.4608336 | 3.4094E-07                  |
| 12.3              | 3.4872E-13                              | 1.1393E-08 | 2769340221 | 53.2631248 | 3.3626E-07                  |
| 11.6              | 3.4611E-13                              | 1.1471E-08 | 2803711688 | 53.8070831 | 3.3356E-07                  |
| 10.5              | 3.4213E-13                              | 1.1613E-08 | 2857432867 | 54.7798842 | 3.2937E-07                  |
| 9.2               | 3.3757E-13                              | 1.1818E-08 | 2920444245 | 56.1236568 | 3.2448E-07                  |
| 9                 | 3.3689E-13                              | 1.1853E-08 | 2930091021 | 56.349765  | 3.2373E-07                  |
| 8.7               | 3.3586E-13                              | 1.1909E-08 | 2944537097 | 56.6988377 | 3.2262E-07                  |
| 7.7               | 3.3252E-13                              | 1.2116E-08 | 2992478889 | 57.9498423 | 3.1893E-07                  |

En la Figura 4.32 se observa el comportamiento de los valores obtenidos en la Tabla 4.23 para cada condición de temperatura.

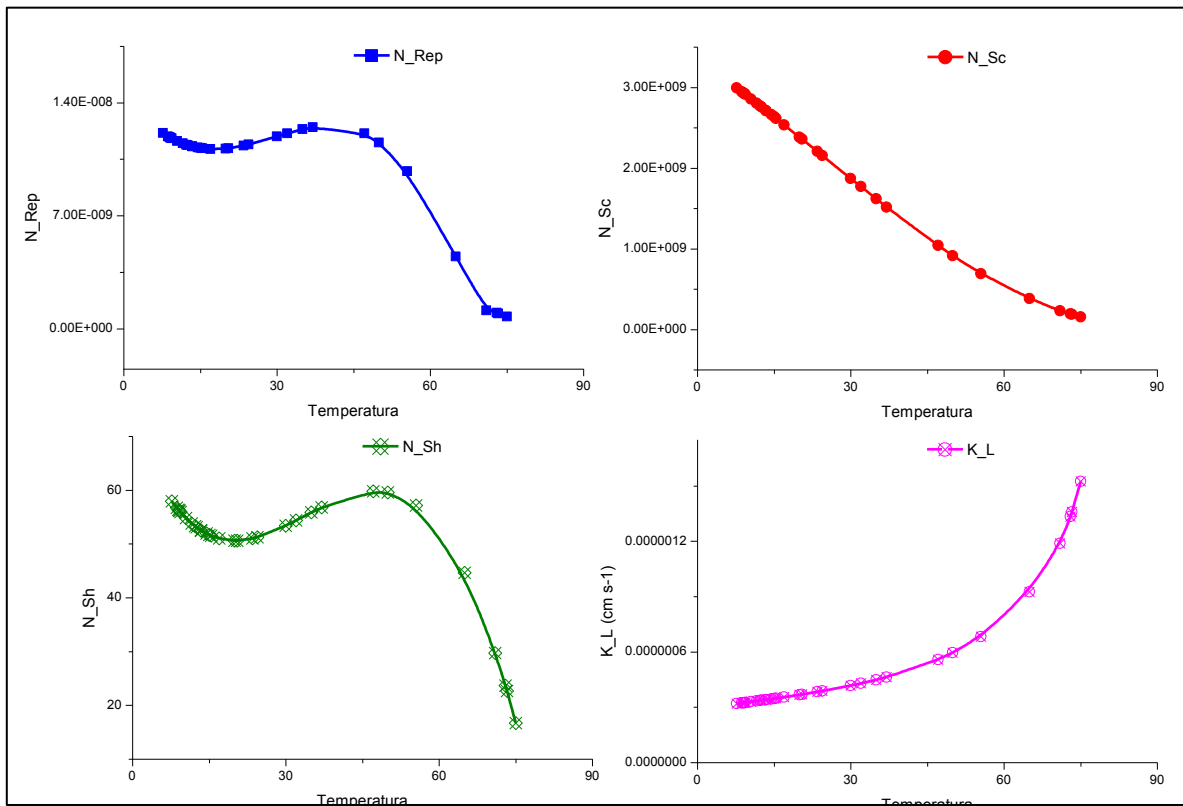


Figura 4.32 .Propiedades de transporte en función de la temperatura para PV90°

En las Figura 4.33, 4.34 y 4.35 se observan los resultados del modelo comparados con los datos experimentales de concentración de sólidos y los datos teóricos calculados para la fase líquida. En la Figura 4.36 se muestra el gráfico que representa la relación entre la concentración en estado de saturación y sobresaturación para la fase continua a partir de datos calculados teóricamente para el caso de PV90°

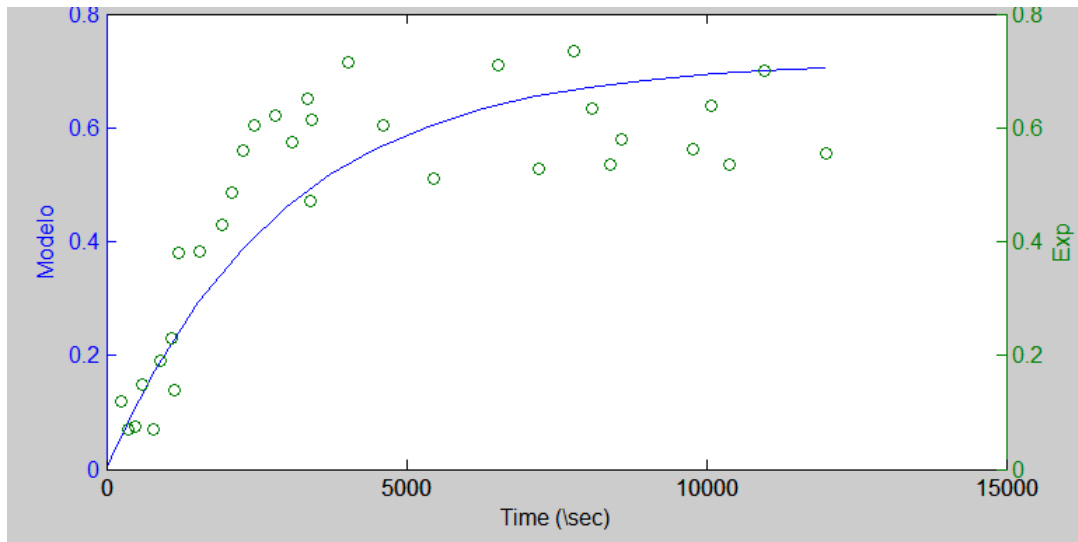


Figura 4.33. Gráfica generada para la concentración de sólidos suspendidos, en coloración verde se observan los datos experimentales y la línea verde representa el modelo de transferencia de masa calculado por el programa para PV90°.

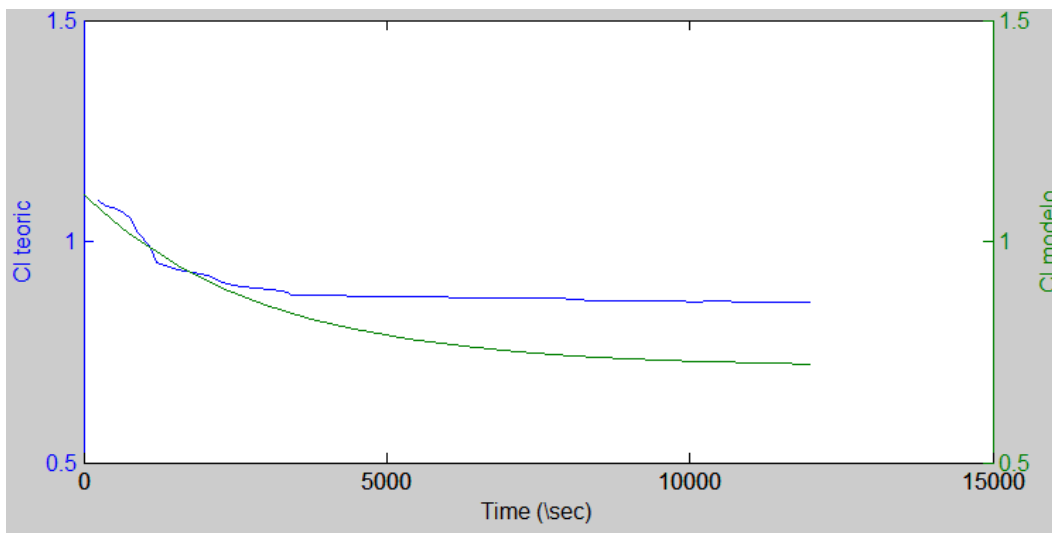


Figura 4.34. Gráfica generada para PV90° que representa la concentración de azúcar en la fase continua, en coloración azul se observa la concentración teóricamente calculada y en coloración verde se representa el modelo

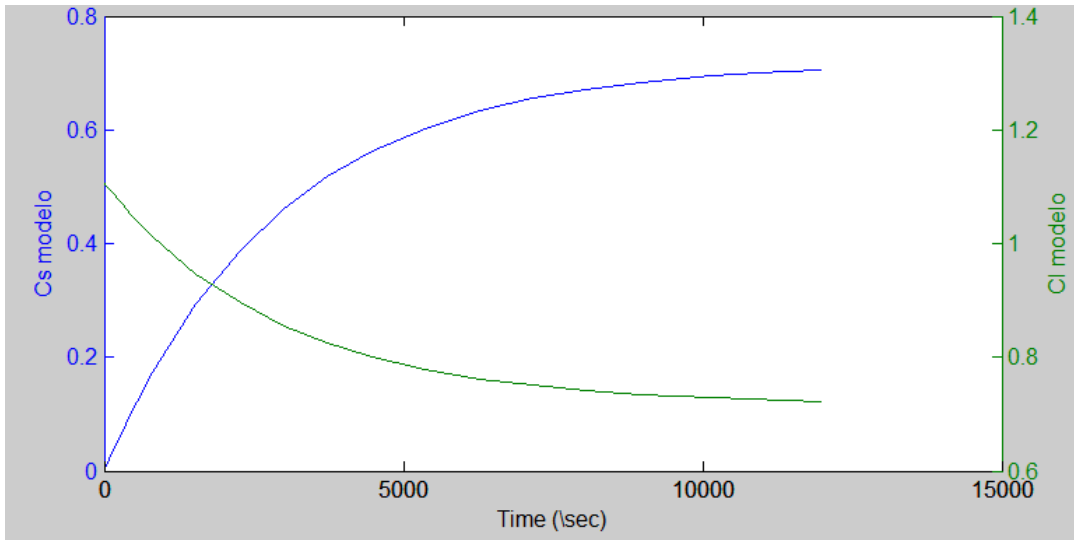


Figura 4.35. Gráfica generada para PV90° por el modelo en el balance de materia para la fase continua en color verde y para la fase discreta en azul.

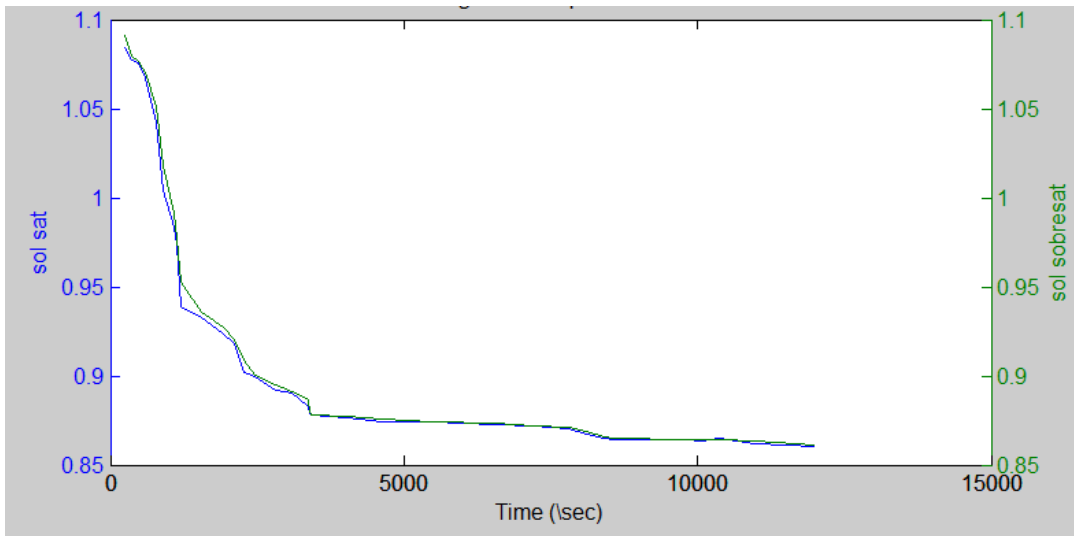


Figura 4.36. Gráfico generado para PV90° por el cálculo teórico que representa en azul la concentración de azúcar en estado de saturación, y en color verde se representa el estado sobresaturado del sistema cristalizado.

#### 4.4.5 Análisis Comparativo en los Resultados del Modelo

A partir de los resultados presentados en las secciones anteriores se generan los gráficos comparativos para las soluciones del modelo, para finalmente obtener las conclusiones correspondientes.

Para los experimentos analizados se generaron datos que relacionan las propiedades del sistema con la geometría del mismo, además los perfiles de temperatura son similares entre ellos, ya que como se estableció en la sección 4.3, las propiedades del sistema son sensibles a los gradientes de temperatura; por lo tanto las relaciones que caracterizan al sistema como son los número adimensionales permiten evaluar el efecto de la agitación en el transporte de masa. De los datos generados para cada experimento se comparan entre sí aquellos valores que se obtuvieron a la temperatura final de cada experimento, dichos valores se ordenan en la Tabla 4.24 para las diferentes condiciones de agitación.

Tabla 4.24 comparativo de propiedades de transferencia a las diferentes condiciones de agitación.

| Experimentos según inclinación de paletas | $D_{if}$<br>cm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> | $N_{Rep}$   | $N_{Sc}$ | $N_{Sh}$ | $K_L$<br>cm s <sup>-1</sup> |
|---|---|-------------|----------|----------|-----------------------------|
| PC45°                                     | 3.3485E-13                                  | 6.78903E-09 | 2.96E+09 | 0.2265   | 1.6256E-09                  |
| PC90°                                     | 3.3861E-13                                  | 3.2433E-08  | 2.90E+09 | 1.9914   | 4.216E-09                   |
| PV de 0° a 45°                            | 3.3723E-13                                  | 6.2111E-09  | 2.92E+09 | 35.3194  | 2.8025E-07                  |
| PV de 0° a 90°                            | 3.3252E-13                                  | 1.2116E-08  | 2.3E+09  | 57.9498  | 3.1893E-07                  |

Se observa en la Tabla 4.24 que las condiciones en las que interviene la posición de las paletas a 90° de inclinación presentan valores más altos en  $N_{Rep}$ , por lo tanto el efecto de la viscosidad de la mezcla en la partícula es menor que cuando la inclinación alcanza lo 45°; con respecto a los valores de  $D_{if}$  y  $N_{Sc}$ , se observa que se encuentran en orden de magnitud

para las cuatro condiciones de agitación, ya que son los parámetros que relaciona las propiedades intrínsecas de la mezcla.

El análisis del  $N_{Sh}$  es importante ya que es el parámetro que relaciona al coeficiente de transferencia de masa con el espesor en la capa límite de las partículas sólidas, en éste sentido se observa que para las condiciones de paso variable se incrementa considerablemente el valor adquirido para éste grupo adimensional, el cual se relaciona directamente con el coeficiente global de transferencia de masa  $K_L$ . Por lo tanto para las condiciones de paso variable se favorece el intercambio de materia ya que el espesor de la capa límite ( $\delta$ ) se reduce por efecto de la agitación, tal como se expresa en la Ec. 4.1.

$$N_{Sh} \propto \frac{1}{\delta} \quad \text{Ec.4.1}$$

En la Figura 4.37 se presenta la comparación del comportamiento de  $K_L$  para las diferentes condiciones de agitación.

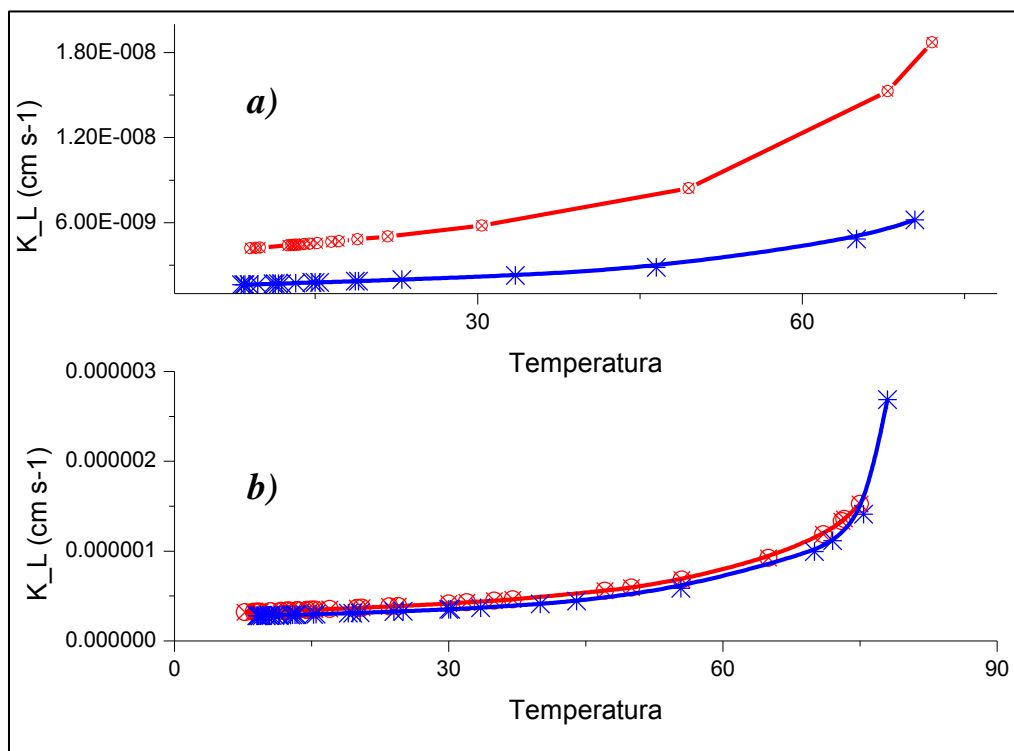


Figura 4.37. Comparación del comportamiento de  $K_L$ , a) Paso constante de  $45^\circ$  (azul) y paso constante de  $90^\circ$  (rojo); b) Paso variable de  $0^\circ$  a  $45^\circ$  (azul) y paso variable de  $0^\circ$  a  $90^\circ$  (rojo).

A partir de la Figura 4.37 se determina que las condiciones que fomentan la transferencia de masa a lo largo de la cristalización son aquellas que presentan agitación con paso variable, ya que los valores para  $K_L$  en ambas condiciones están en orden de magnitud, aunque de forma estrecha son mayores los valores para la agitación de paso variable de  $0^\circ$  a  $90^\circ$ ; para los casos de agitación con paso constante se ven acrecentados a lo largo de la cristalización los valores de  $K_L$  para la agitación de  $90^\circ$  de inclinación en paletas del impulsor.

Como consecuencia de lo expresado anteriormente se muestra el gráfico comparativo en la Figura 4.38 para el grupo adimensional de  $N_{Sh}$  a las diferentes condiciones de agitación

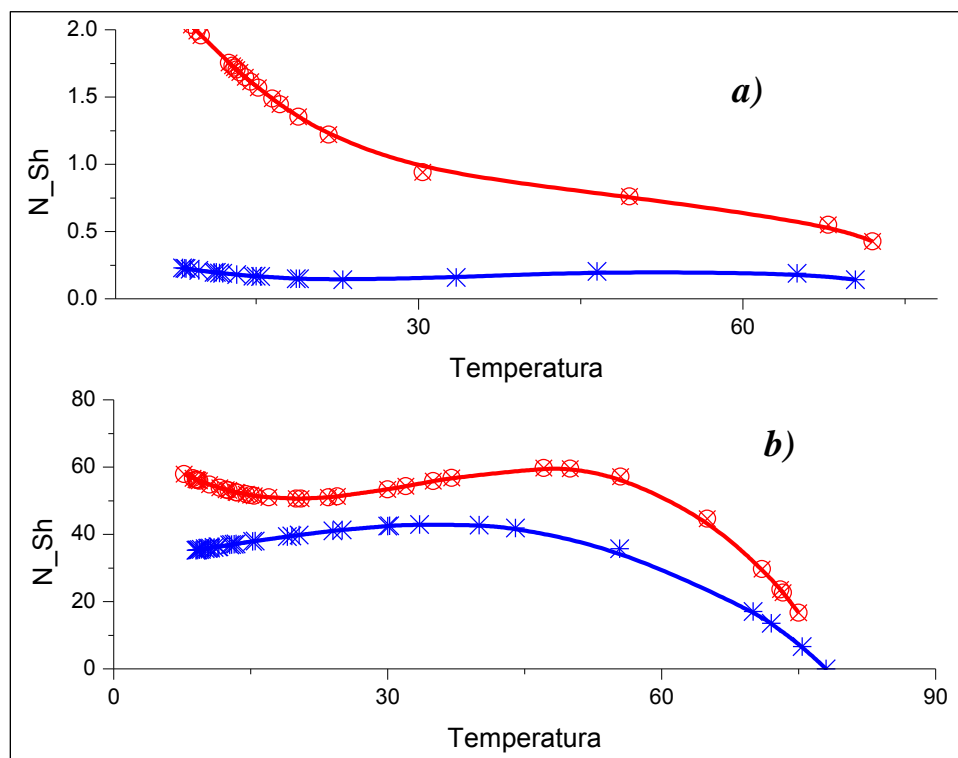


Figura 4.38. Comparación del comportamiento de  $N_{Sh}$ , a) Paso constante de  $45^\circ$  (azul) y paso constante de  $90^\circ$  (rojo); b) Paso variable de  $0^\circ$  a  $45^\circ$  (azul) y paso variable de  $0^\circ$  a  $90^\circ$  (rojo).

En el caso comparativo del  $N_{Sh}$  de la Figura 4.38 se observa que la diferencia entre ellos es más significativa, sin embargo el comportamiento a lo largo del proceso no es asintótico como en el caso de  $K_L$ , al inicio del proceso cuando la temperatura es más alta el

incremento es considerado, sin embargo al disminuir la temperatura se presenta en la parte media del proceso un comportamiento semi-estable, y en la etapa final vuelve a incrementar su valor de manera exponencial para los casos de paso variable de  $0^\circ$  a  $90^\circ$  y de paso constante de  $90^\circ$ .

En conclusión del análisis de los datos arrojados por el modelo, se resaltan los siguientes aspectos:

- A) A partir de las Figuras 4.18, 4.23, 4.28 y 4.33 se determinó que el modelo representa adecuadamente el comportamiento experimental de la fase discreta, no obstante en ningún caso analizado alcanza el estado estable.
- B) El modelo sólo representa el comportamiento teórico de la fase continua en la etapa inicial del proceso.
- C) Del análisis de las Figuras 4.21, 4.26, 4.31 y 4.36 se observó que la zona metaestable se percibe más fácilmente al inicio de la cristalización, sin embargo para los casos cuya agitación es de paso variable ésta zona es muy estrecha, difícilmente perceptible; por lo tanto se infiere que a estas condiciones de agitación la disponibilidad de materia transferible en esta zona es más fácilmente aprovechada que en los otros casos de estudio.
- D) Las condiciones de agitado en los casos de paso variable favorecen la transferencia de masa de la fase continua a la fase discreta reduciendo el espesor de la capa límite de las partículas.

# Capítulo 5

## CONCLUSIONES

La viscosidad de la suspensión cristalizada es característica de las condiciones de temperatura y agitación a las que se lleva a cabo el proceso, ya que son las variables que definen la concentración y distribución de sólidos suspendidos

Las condiciones de agitación de paso variable aceleran la velocidad de cristalización al inicio del proceso, y exhiben en las cinéticas de cristalización un comportamiento distribuido de los datos en la fase estable del proceso, en comparación con las condiciones de agitación de paso constante.

La agitación de paso variable de  $0^\circ$  de inclinación de la paleta a  $90^\circ$  con respecto al eje horizontal, presentó la velocidad de cristalización más alta y así mismo alcanzó la fase estable en menor tiempo.

La cristalización cuya condición de agitación es de paso variable de  $0$  a  $45^\circ$  presenta las concentraciones de azúcar cristalizada más alta en comparación con las demás pruebas.

El modelo propuesto en este trabajo representa el comportamiento experimental en la concentración de sólidos suspendidos, sin embargo en ninguno de los resultados se alcanzó totalmente el estado estable del sistema. Con respecto al comportamiento en la fase continua el modelo no representa adecuadamente el comportamiento teórico calculado.

A partir de los resultados obtenidos por el modelo se valoró que a las condiciones de agitación de paso variable se favorece la transferencia de masa durante la cristalización, en comparación con las condiciones de agitación de paso constante; por lo tanto la perturbación generada en el sistema por el cambio en la inclinación de las paletas del impulsor fomenta el cambio en las condiciones de mezclado, el cual beneficia al proceso de transporte de materia en el sistema.

# BIBLIOGRAFÍA

AGUILAR, R.N., ROMAN, G.C. (2006), “Aspectos Teóricos y Aplicaciones de la Operación Unitaria de Cristalización”, Revista de Ingeniería de la Universidad de Costa Rica, 16 (1), 123-133p.

BARRA, G., (2004), “The Rheology of Caramel”, Tesis de doctorado en División de Ciencias de los Alimentos, Universidad de Nottingham, 18-24p. y 100-103p.

BIRD, R.B., STEWART, W.E., LIGHTFOOT, E.N., (2006), “Fenomenos de Transporte”, Limusa Wiley, México D.F., 2°ED, 114,646780p.-

BUBNIK, Z., KADLEC, P., URBAN, D., BRUHNS, M., (1995), “Sugar Technologists Manual: chemical and physical data for sugar manufacturers and users” Ed. Bartens, 8ª ED.

CALLISTER, W.D., (2001), “Fundamentals of Materials Science and Engineering”, John Wiley & Sons, Inc., USA, 5°ED.

CARILLO, J., TECO, M.V., OSORIO, A., BOLAÑOS, E., (2008) “Construcción de un Simulador Dinámico para Procesos de Cristalización por Lotes a Vacío” Información Tecnológica 19(3), 13-24p.

CHEN, J.C. (1997), "Manual del Azúcar de Caña", Ed. Limusa, México D.F. 11ª ED, 115-213p.

CHEREMISIONOFF, N.P., (2000), "Handbook of Chemical Processing Equipment", Butterworth Heinemann, USA, 1º ED, 435-471p.

CORNING GLASS WORKS, (1998), "Borosilicate Glass", Pyrex ® USA, 1-8p.

CORTES, H.H., NEL, M.P. Y VALENCIA, S. H. (2006), "Fundamentos de Cristalografía", Elizcom, Colombia, 1ª ED, X p.

DAVID, R., ESPITALIER, F., CAMEIRAO, A. (2003), "Developments in the Understanding and Modeling of the Agglomeration of suspended crystals un crystallization from solutions", KONA Powder and Particle Journal, 21 (2013), 40-53p.

FUENTE, J.A., COLONGE, T.C., CYTED-Conicit, (1999), "Aplicaciones de las Redes de Neuronas en Supervisión, Diagnosis y Control de Procesos", Equinoccio, Venezuela, 1ºEd, 106p.

GEANKOPLIS, C.J. (1998), "Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias", Ed. Continental, México, 3ª ED, 820-825p.

GIRALDO, J.D., RAMÍREZ, V.A., QUINTANA, G.C., ALZATE, H.H. (2011), "Desarrollo de un Software para Sistemas Agitados con Fluidos Newtonianos" Revista de Investigaciones Aplicadas 5 (2), 73-81pp.

GRASES, F.F., COSTA, B.A., Y SÔHNEL, O. (2000), "Cristalización en Disolución, Conceptos Básicos", Ed. Reverté, España, 3-25p.

HARTEL, R.W. GOTTUNG, B.B., Y RANDOLPH, A.S. (1986), "Mechanisms and kinetic modeling of calcium oxalate crystal aggregation in urine-like liquor: part I mechanisms". American Institution of Chemical Engineer Journal, Vol. 32, p.1176-1185,

HARTEL, R.W. AND RANDOLPH, A.D. (1986), "Mechanisms and Kinetic modeling of calcium oxalate crystals in urine-like liquor: Part II kinetic modeling". American Institution of Chemical Engineers Journal, Vol.32, p. 1186-1195,

HARTOG, J.P. (1947), "Mechanical Vibrations", McGraw-Hill, New York y Londres, 3ª ED, 285p.

JONES, A.G. (2002), "Crystallization Process Systems", Ed. Butterworth – Heinemann, Gran Bretaña, 1ª ED, 190-213p.

KACUNIC, A., AKRAP, M., KUZAMANIC, N. (2013), "Effect of Impeller Type and Position in a Batch Cooling Crystallizer on the Growth of Bórax Decahydrate Crystals", Chemical Engineering Research and Design, 91 (2013), 274-285p.

KNIGHT, C.A. (1969), "Cristalización de Líquidos Sobreenfriados", Ed. Reverté, México, 20-30p.

LÓPEZ, K., (2014) "Caracterización Morfológica De Cristales De Azúcar Obtenidos A Partir Del Proceso De Cristalización Por Enfriamiento Con Agitación De Paso Variable", Tesis de licenciatura de Ingeniería Química BUAP, 45-67p.

LUDWING, E.E., (1999) "Applied Process Design for Chemical and Petrochemical Plants, Volume 1", Gulf Professional Publishing, USA, 3ª ED, 286-242p.

MARTINS, P. M., ROCHA, F. (2007), "New Developments on Size-dependent Growth Applied to the Crystallization of Sucrose" Surface Science, Vol.601, p.5466-5472.

MARTINEZ, A.G., SANCHEZ, I.B., OSORIO, A.M., LOPEZ, L.Z., SANCHEZ, B.L.A., Y HERNANDEZ, A.E., (2011), "Caracterización Reológica de Soluciones Azucaradas para el Proceso de Evaporación-Cristalización", Revista Científica Nexo, 24, 61-71p.

MATHLOUTHI, M., GÉNOTELLE, J., (1995), "Rheological Properties of Sucrose Solutions and Suspensions. In Sucrose Properties and Applications, 126-154p

McCABE, W.L., SMITH, J.C. Y HARRIOTT, P. (1991), “Operaciones Unitarias en Ingeniería Química”, McGraw-Hill, España, 4ª ED, Capítulo 28.

MECHETTI, M., GOMEZ, Y L.A., BALELLA, A., (2011), “Propiedades Reológicas de Melados de Caña de Azúcar”, Investigación y Desarrollo, 33, 1-7p.

MEGYESY, F.E., (1992), “Manual de Recipientes a Presión, Diseño y Cálculo”, Limusa , México, 1ºED, 18-22p.

MIERS, H.A. (1927), “The Growth of Crystals in Super Saturated Liquids”, Instituto de Metales, 331p.

MORTIMER, C.E. (1983), “Química” Ed. Iberoamérica, México, 3ª ED, 150-170p.

MULLIN, J.W. (2001), “Crystallization”, Butterworth – Heinemann, Gran Bretaña, 4ª ED, 181-189p.

NIENOW, A.W., HARNBY, N., EDWARDS, M.F. (1997), “Mixing in the Process Industries”, Ed. Butterworth – Heinemann, Gran Bretaña, 2ª ED, 118-136p.

NIENOW, A.W. (1985), “The mixer as a reactor. Liquid/solid system. In mixing in the process industries”, Oxford: Butterworth-Hwinwmann. 2ª ED, p. 317.

OUIAZZANE, S., MESSNAOUI, B., ABDERAFFI, S., WOUTERS, J., BOUNAHMIDI, T. (2008), “Estimation of Sucrose Crystallization Kinetics from Batch Crystallizer Data”. Journal of Crystal Growth, Vol.310, p.798-803.

PERRY, R.H., Y GREEN, D.W., (2008), “Perry’s Chemical Engineers Handbook”, McGraw-Hill, USA 8º ED, 5-1-656, 122 y 526 p.

QUINTANA, H.P.A., URIBE, M.B., RICO, R.V. Y BOLAÑOS R.E. (2008), “Análisis Comparativo de Ecuaciones Cinéticas Tipo Ley de Potencia y Difusión-Integración en la Cristalización por Enfriamiento de Azúcar de Caña”, Revista Mexicana de Ingeniería Química, 7, 171-182p.

QUINTANA, H.P.A., BOLAÑOS, R.E., MIRANDA, C.B., SALCEDO, E.L. (2004), “Mathematical Modeling and Kinetic Parameter Estimation in Batch Crystallization” *AIChE Journal* 50, 1407-1417p.

QUINTAS, M., BRANDÃO, T.R.S., SILVA, C.L.M., Y CUNHA, R.L., (2005) “ Rheology of Supersaturated Sucrose Solutions” *Journal of Food Engineering*, 89, 51-58p.

RAMÍREZ, R.C. (2012), “Obtención de una correlación semi-empírica entre las condiciones de operación: Agitación y enfriamiento, en el proceso de cristalización de azúcar en un sistema de mezcla completa”, Tesis de licenciatura de Ingeniería Química, BUAP, 7-23p.

ROJAS, C.S., DELGADO, R.V.A., MARTINEZ, P.L., (2000) “Efecto de la Temperatura y Concentración de Sólidos Solubles en la Viscosidad de Soluciones de Sacarosa”, UNAM, 1-5p.

SANDER, A., PRLIC, K.J. (2011), “Pentaerythritol Crystallization- Influence of the Process Conditions on the Granulometric Properties of Crystals”, *Advanced Powder Technology*, 23 (2012), 191-198p.

SCENNA, N.J. Y COL. (1999), “Modelado, Simulación y Optimización de Procesos Químicos”, Ed. de la Universidad Tecnológica Nacional, Argentina, 1-8p.

SCHOTT, A.G., (2000), “Tubos, varillas y recipientes de borosilicato 3.3”, DURAN®, Alemania, 1-24p.

TISCAREÑO, F. (2005), “Reactores Químicos Tomo 1: Homogéneos”, Instituto Tecnológico de Celaya, Versión Preliminar ©,321-322p.

VELÁZQUEZ, C.O., ÁLVAREZ, R.J.J., Y BOLAÑOS R.E. (2009), “Análisis Comparativo de la Dinámica de un Cristalizador Continuo Tipo Tanque Agitado: Casos Isotérmico y por Enfriamiento”, *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 8, 127-133p.

WALA, S.M.,(1990), “Chemical Process Equipment, Selection and Design”, Butterworth-Heinemann Series in Chemical Engineering, USA, 523-530p.

WANG, Y., MA, S., LÜ, X., XIE, C. (2012), “Control of the Agglomeration of Crystals in the Reactive Crystallization of 5-Difluoromethoxy-2Mercapto-1H-Benzimidazole”, Chemical Science Engineering, 6(4), 423-431p.

ZEMPOALTECATL, S.E. (2006), “Estudio para el control de la distribución del tamaño de partícula usando modelos predictivos”, Tesis de maestría de Ingeniería Química, Instituto Tecnológico de Celaya, 7-16p.

ZUOLIANG, S., SEPPO, P. (2000), “Mixing and Crystallization in Suspensions”, Chemical Engineering Science, Vol. 55, No.10, p. 1797-1806.

ZWEITERING, T.N., (1958)M “Suspension of solid Particles in Liquids by agitators”, Chemical Engineering science, 8, 244-253p.

