



**BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA
DE PUEBLA**

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

**“DESARROLLO DE UN SISTEMA DE CONTROL PID
PARA UN MECANISMO DE AGITACIÓN DE PASO
VARIABLE PARA UN PROCESO DE
CRISTALIZACIÓN.”**

TESIS DE MAestrÍA

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

PRESENTA:

I.Q. EDGAR RODRIGO RODRÍGUEZ CASTILLO

ASESOR DE TESIS:

DRA. MAYRA RUIZ REYES

COASESOR DE TESIS:

DR. FRANCISCO MANUEL PACHECO AGUIRRE

NOVIEMBRE DE 2016

Índice

Índice de Figuras	iii
Nomenclatura	vi
1 Introducción	1
1.1 Planteamiento del problema	3
1.2 Justificación	4
1.3 Hipótesis	4
1.4 Objetivo General y Específicos	5
1.4.1 Objetivo General	5
1.4.2 Objetivos Específicos	5
2 Marco Teórico	6
2.1 Cristalización	7
2.1.1 Nucleación	7
2.1.2 Crecimiento	8
2.2 Tipos de Cristalizadores	9
2.3 Agitación	12
2.3.1 Efecto de la agitación en el proceso de cristalización	19
2.4 Control	23
2.4.1 Lazo de control para cristalización por enfriamiento.	26
3 Metodología	28
3.1 Parte Experimental	30
3.1.1 Pruebas de cristalización	31
3.1.2 Velocidad de sedimentación	33
3.1.3 Dispersión de sólidos	34
3.1.4 Determinación del efecto del paso variable en la eficiencia de mezclado	37

3.2	Modelación	38
3.2.1	Balance de masa de la fase sólida	41
3.2.2	Balance de masa de la fase líquida	44
3.2.3	Discretización del modelo.	44
3.2.4	Balance de movimiento	46
3.2.5	Modelo de dispersión	50
3.2.5.1	Coeficientes de Dispersión	50
3.2.6	Diámetro de partícula y velocidad de sedimentación	51
3.2.7	Número de partículas	53
3.3	Desarrollo del lazo de control	55
3.3.1	Acoplamiento de sensores y programación	57
3.3.2	Sintonización	58
4	Resultados y Conclusiones	61
4.1	Parte experimental	62
4.1.1	Pruebas de cristalización	62
4.1.2	Dispersión de sólidos	66
4.1.3	Acoplamiento de dispositivos y programación	70
4.2	Modelación	73
4.2.1	Pruebas de Cristalización	73
4.2.2	Velocidades de sedimentación	73
4.2.3	Número de partículas	76
4.2.4	Simulación del transporte de masa durante el proceso de cristalización	78
4.2.5	Modelo de dispersión de sólidos	79
4.2.6	Coeficientes de Dispersión	80
4.2.7	Control	83
4.3	Conclusiones	90
	Bibliografía	91

Índice de Figuras

2.1	Curva de saturación y sobresaturación (Geankoplis, 1993).	9
2.2	(a) Patrón de flujo axial, (b) patrón de flujo radial.	12
2.3	Interacción entre el fluido y la partícula.	13
2.4	Agitadores utilizados por Jirout & Frantisek (2011).	17
2.5	Tipos de agitadores empleados por Kumaresan & Joshi (2006): (a) PBTD3020w50-6, (b) PBTD30w50-6, (c) PBTD60w3085-6, (d) PBTD60w50-6, (e) PBTD45w50-4 y (f) PBTD45w5030-6.	18
2.6	Agitadores utilizados por Kacunic <i>et al.</i> (2013).	20
3.1	Diagrama de flujo de la metodología desarrollada para esta tesis.	29
3.2	Arreglo utilizado para el cambio de inclinación del agitador de paso variable.	31
3.3	Representación del sistema de cristalización..	32
3.4	Pruebas de sedimentación.	34
3.5	Distribución de puertos de muestreo axiales y radiales para las pruebas de dispersión.	35
3.6	Algoritmo para el cambio de paso en pruebas de dispersión.	36
3.7	Pruebas para la obtención de la velocidad de sedimentación de las muestras de dispersión.	37
3.8	Representación del sistema de cristalización.	39
3.9	Sistema de estudio y condiciones frontera para la velocidad angular.	47
3.10	Vector de velocidad correspondiente al ángulo de inclinación de las paletas: (a) $\theta = 0^\circ$; (b) $\theta = 30^\circ$; (c) $\theta = 45^\circ$; (d) $\theta = 60^\circ$; (e) $\theta = 90^\circ$	49
3.11	Algoritmo para el cálculo del diámetro de partícula.	53
3.12	Algoritmo para el cálculo del número de partículas teórico.	54
3.13	Representación del sistema de control.	56
3.14	Sistema de control del proceso de cristalización.	57
3.15	(a) Curva típica de reacción. (b) Curva generada por Ramírez (2014).	59

4.1	Pruebas de cristalización: (a) PC45, (b) PC90, (c) PV45, (d) PV90.	63
4.2	Pruebas de cristalización: (a) comparación de PC45 y PV45, (b) comparación de PC90 y PV90.	64
4.3	Efecto de la velocidad de cambio de paso durante el proceso de cristalización a paso variable de 0-45°.	65
4.4	Efecto de la velocidad de cambio de paso durante el proceso de cristalización a paso variable de 0-90°.	65
4.5	Sistemas: (a) alcohol (EA)-sacarosa, (b) aceite (AC)-sacarosa, (c) mezcla de aceites (M1)-sacarosa y (d) mezcla de aceites (M2)-sacarosa	66
4.6	Concentración de sólidos en los diferentes sistemas: (a) AC axial, (b) AC radial, (c) M1 axial, (d) M1 radial, (e) M2 axial, (f) M2 radial.	67
4.7	Desviación en pruebas de dispersión: (a) AC axial y (b) AC radial.	68
4.8	Desviación en pruebas de dispersión: (a) M1 axial y (b) M1 radial.	69
4.9	Desviación en pruebas de dispersión: (a) M2 axial y (b) M2 radial.	69
4.10	Conexión del sensor de temperatura, el motor a pasos nema 17 y el servomotor digital.	71
4.11	Gráfica del Perfil de temperatura (línea continua) y grado de inclinación de las paletas del agitador (línea discontinua) contra tiempo (s).	72
4.12	Simulación preliminar del proceso de cristalización.	73
4.13	Gráfica diámetro de partícula vs velocidad de sedimentación. Tamaño de malla: (a) 1000 μm , (b) 840 μm , (c) 710 μm , (d) 355 μm , (e) 250 μm , (f) menor a 250 μm	74
4.14	Diámetros de partículas para el sistema aceite-azúcar. Muestras tomadas a distintos ángulos de inclinación: (a) 10°, (b) 30°, (c) 60° y (d) 90°.	75
4.15	Distribución del número de partículas a los diferentes ángulos y posiciones dentro del reactor: (a) Z1, (b) R1, (c) Z2, (d) R2, (e) Z3, (f) R3.	77
4.16	Viscosidad de la mezcla.	78
4.17	(a) Difusividad y (b) coeficiente de transferencia de masa.	78
4.18	Números adimensionales: (a) Re, (b) Ga, (c) Sc y (d) Sh	79
4.19	Solución del modelo de dispersión de sólidos..	80
4.20	Dispersión de partículas a los diferentes ángulos y posiciones en el reactor: (a) Z1, (b) R1, (c) Z2, (d) R2, (e) Z3, (f) R3.	82
4.21	Controlador con acción proporcional, $P = 0.5$	83

4.22	Controlador con acción proporcional e integral: (a) $P=0.1$, $I=0.1$, (b) $P=0.075$, $I=0.075$ y (c) $P=0.025$, $I=0.025$	84
4.23	Obtención de los parámetros para el controlador.	85
4.24	Controlador PI propuestos para el sistema de cristalización.	86
4.25	Interfase usuario-sistema de control.	86
4.26	Controlador PID propuestos para el sistema de cristalización.	87
4.27	Ángulos de inclinación de los controladores (a) PI y (b) PID.	88
4.28	Aplicación del lazo de control desarrollado.	89
4.29	Error entre los datos experimentales y la concentración de sólidos del modelo.	89

Nomenclatura

θ_{45}	Grados de inclinación de paso variable de 0 a 45°
θ_{90}	Grados de inclinación de paso variable de 0 a 90°
a, b, c	Dimensiones del prisma en orden descendente, mm
a_s	Área de transferencia de masa, cm^2/cm^3
A_{tran}	Área transversal del recipiente, cm^2
C_D	Coefficiente de fricción
C_L	Concentración en la fase líquida, g/cm^3
C_p	Concentración de sólidos, g/cm^3
C_{D0}	Coefficiente de arrastra de partícula en un fluido estático
c_{incl}	Constante de cambio de paso, $^\circ\theta/^\circ\text{C}$
$C_{p,max}$	Concentración máxima, g/cm^3
d_p	Diámetro de partícula, cm
D_r	Coefficiente de dispersión radial, cm^2/s
D_z	Coefficiente de dispersión axial, cm^2/s
D_{AB}	Difusividad, cm^2/s
$d_{p,i}$	Diámetro partícula de tamaño i, cm
g	Constante gravitacional, cm/s^2

H	Altura máxima, cm
h_{lecho}	Altura del lecho, cm
k_L	Coefficiente de transferencia de masa, cm/s
K_p	Ganancia proporcional
k_{45}	Constante para cambio de paso de 0 a 45°, θ°/s
k_{90}	Constante para cambio de paso de 0 a 90°, θ°/s
m_s	Masa de sólidos, g
N	Velocidad de rotación, s^{-1}
N_p	Número de partícula
$N_{p,i}$	Número de partícula de tamaño i
R	Radio máximo, cm
T	Temperatura, C°
t	Tiempo, s
T_d	Tiempo derivativo
T_i	Tiempo integral
v_r	Velocidad radial, cm/s
V_s	Volumen de sólidos, cm^3
v_t	Velocidad de sedimentación, m/s
v_z	Velocidad axial, cm/s
V_{ap}	Volumen aparente, cm^3
V_{lecho}	Volumen del lecho, cm^3

V_m	Volumen de la alícuota, ml
$V_{p,i}$	Volumen partícula de tamaño i , cm^3
V_{real}	Volumen real, cm^3
w_m	Peso de filtro y muestra, g
w_s	Peso de filtro, g
Ga	Número de Galilei
Re	Número de Reynolds
Re_p	Número de Reynolds de partícula
Sc	Número de Schmidt
Sh	Número de Sherwood
λ	Escala Kolmogoroff de remolinos disipativos
μ	Viscosidad de la solución, g/cm s
ρ_l	Densidad del líquido, g/cm^3
ρ_s	Densidad del sólido, g/cm^3
ρ_{lecho}	Densidad del lecho, g/cm^3
θ	Ángulo de inclinación
ε	Porosidad
Λ	Ángulo máximo, rad

1 Introducción

En la industria la separación de mezclas en componentes puros es una de las etapas principales en la elaboración de productos químicos. A aquellas etapas cuyo objetivo es modificar fundamentalmente la composición de una sustancia mediante métodos que no impliquen reacciones químicas se les llama Operaciones Unitarias (Treybal, 1981). Dentro de las operaciones unitarias más comunes se encuentran el transporte de fluidos, reducción de tamaño, absorción de gases, destilación, extracción, secado, separación por membrana y cristalización (McCabe *et al.*, 2007). En este trabajo de investigación nos enfocaremos en esta última operación unitaria.

La cristalización es el segundo proceso de separación más importante en la industria química después de la destilación, por su capacidad de proporcionar separaciones de alta pureza (Jones, 2002). La cristalización consiste en la formación de una fase dispersa sólida en un medio continuo, que habitualmente es una solución líquida. Para llevar a cabo la cristalización, se utilizan métodos tales como enfriamiento de la solución, evaporación del solvente o una combinación de ambos (Seader *et al.*, 2011).

En la industria, la cristalización se desarrolla comúnmente en sistemas tipo tanque agitado, sin embargo es bien sabido que el mezclado puede desarrollar efectos no deseados en las características del producto (Paul *et al.*, 2005), por lo que establecer adecuadamente las condiciones de operación que permita alcanzar las propiedades deseadas del producto ha sido uno de los principales objetivos de los estudios realizados. Diversos autores (Velázquez *et al.*, 2009; Quintana *et al.*, 2004, 2008) han señalado que la agitación y la temperatura son condiciones limitantes del proceso de cristalización, siendo actualmente la temperatura una condición fundamental a controlar en la cristalización por enfriamiento, mientras que la agitación forma parte del diseño eficiente de los cristalizadores ya que influye de manera considerable en el comportamiento hidrodinámico del sistema, favoreciendo o limitando la evolución adecuada del cristal (Kacunic *et al.*, 2013). Irregularidades como la formación de aglomerados o tamaño de cristales muy pequeños disminuye el rendimiento del proceso y la calidad del producto, por lo que actualmente se busca reducir dichos efectos. La agitación tiene un impacto significativo en la aglomeración de cristales (Wang *et al.*, 2012), por lo que una práctica convencional para reducir el grado de aglomeración es aumentar la velocidad de agitación del fluido, sin embargo en la cristalización esta acción presenta efectos opuestos.

El control del proceso de cristalización tiene como principal objetivo la obtención de productos de calidad, caracterizado por presentar alta pureza, distribución adecuada del tamaño

de cristal, suficiente estabilidad y geometría definida (Ulrich & Fronhberg, 2013).

Un estudio realizado por Ramírez *et al.* (2014) mostró que el ajuste manual en la inclinación de las paletas del impulsor durante el proceso de cristalización por enfriamiento, proporciona una mejor estabilidad en la concentración de sólidos suspendidos. Con el fin de lograr estabilizar la concentración de sólidos suspendidos durante la cristalización por enfriamiento mediante el cambio de la inclinación de las paletas del agitador de forma automatizada, en este trabajo de investigación se desarrolla un sistema de control con set-point variable, función de la temperatura. El lazo de control permite ajustar la inclinación de la paleta, generando como variable de respuesta la concentración de sólidos suspendidos calculada a partir del balance de masa del proceso de cristalización, la cual es comparada con la concentración teórica ideal de sólidos suspendidos, empleando como variable a manipular el ángulo de inclinación de las paletas para modificar el paso del impulsor. La calibración e integración de los elementos de control fue una etapa clave en el desarrollo del lazo de control, la cual se realizó mediante la programación de dispositivos electrónicos a través de la interacción de los programas Arduino-Labview-Matlab.

El resultado de este trabajo se presenta como una herramienta para el desarrollo de investigación dirigida al estudio y análisis de sistemas complejos multifásicos agitados, a través de la interfase para la manipulación de variables in-situ y seguimiento en tiempo real de las variables de proceso.

1.1 Planteamiento del problema

Para procesos de mezclado en sistemas complejos que presentan cambio en las propiedades de transporte de las fases que lo conforman, la eficiencia de mezclado disminuye conforme la resistencia al desplazamiento aumenta. Los mecanismos de agitación convencionales modifican el régimen de mezclado incrementando la velocidad angular. Esto puede afectar la estabilidad de la fase sólida debido a desgaste mecánico, fractura o disminución del tamaño de partícula. Por otro lado, el incremento de la velocidad implica aumento de consumo de energía originando procesos de mayor costo. Por lo anterior, la velocidad de agitación puede no ser la única variable a manipular para optimizar un proceso o estabilizar la eficiencia de mezclado, por lo que es necesario estudiar nuevos mecanismos de agitación que aseguren la eficiencia del mezclado en mezclas que presentan un comportamiento dinámico en sus propiedades. Un ejemplo de estos escenarios es la cristalización,

el cual es un proceso por el cual se separa un producto en forma de cristal de una solución. Un mezclado inadecuado traerá como consecuencia una falta de uniformidad en la distribución de los sólidos, afectando las características requeridas para el producto final, tales como la forma y variedad del tamaño del cristal. En este tipo de procesos en donde el incremento de la velocidad de rotación del impulsor no resulta suficiente para la suspensión de sólidos, la aplicación de sistemas de agitación que permitan el cambio en la inclinación de la paleta del impulsor se presenta como una alternativa viable, sin embargo es aún una tecnología en desarrollo.

1.2 Justificación

Como consecuencia de la globalización de los mercados internacionales, se ha orillado a los países a competir en el mercado con productos de calidad, precio y tiempos de entrega oportunos. Para lograr lo anterior es importante, que la industria de nuestro país, implementen la instrumentación y la automatización de sus procesos con el avance tecnológico requerido para mantenerse en el mercado nacional e internacional. El presente estudio contribuye con el desarrollo e introducción de nuevas tecnologías que permitan la optimización de procesos de mezclado de sistemas complejos. Aumentando, mediante la aplicación de técnicas de control con set-point variable, la eficiencia del proceso y/o la disminución de los costos de operación, mejorando las características finales del producto deseado.

1.3 Hipótesis

La modelación y simulación de la dinámica de variación en las propiedades de una mezcla sólido-líquido, acoplado a un lazo de control PID con set-point variable, permitirá el ajuste óptimo de la posición en la paleta (paso) de un agitador no convencional, para asegurar la estabilidad en la concentración de sólidos suspendidos.

1.4 Objetivo General y Específicos

1.4.1 Objetivo General

Diseñar un sistema de control PID que permita mejorar la estabilidad en la suspensión de partículas, presente en sistemas dinámicos sólido-líquido.

1.4.2 Objetivos Específicos

1. Establecer la secuencia de cálculo de las correlaciones entre las variables de operación, propiedades de la mezcla y eficiencia de mezclado del sistema sólido-líquido.
2. Modelar y simular la eficiencia de mezclado sujeta a cambios en las condiciones térmicas del sistema, mediante el mecanismo de agitación de paso variable.
3. Diseñar lazo de control PID del mecanismo de agitación de paso variable, para el mezclado del sistema sólido-líquido.
4. Sintonizar el lazo de control.
5. Evaluar y validar experimentalmente la estabilidad del proceso de mezclado mediante el lazo de control propuesto.

2 Marco Teórico

2.1 Cristalización

La cristalización es una operación unitaria empleada para la separación y purificación de sustancias, a nivel industrial su importancia recae en la necesidad de comercializar sólidos de alta pureza denominados cristales (McCabe *et al.*, 2007). Una de las ventajas de la cristalización comparada con otros procesos de separación es que a través de ésta es posible obtener productos de alta pureza a partir de soluciones con un bajo consumo de energía (Myerson, 2002; Jones *et al.*, 2005).

Desde el punto de vista fisicoquímico la cristalización es un proceso en el que se realiza un cambio de fase, pasando de un primer estado de desequilibrio a un estado de equilibrio, en la que a partir de un sistema relativamente desordenado (solución) pasa a un sistema de mayor orden (sólido) (Grases *et al.*, 2002), en donde partículas cristalinas son formadas a partir de los mecanismos de transporte, a cambios de entalpía y a la actividad que presenta el sólido en contacto con el solvente, cuyo desarrollo depende de la composición, perfiles de temperatura y velocidades de cizallamiento empleado (Mazzanti *et al.*, 2005).

En procesos de cristalización, los sólidos primero deben formarse (nucleación) y después crecer (crecimiento). La fuerza impulsora para que la nucleación y el crecimiento de núcleos se desarrolle es la sobresaturación, la cual se presenta cuando la concentración del soluto es mayor a la concentración de saturación a una presión y temperatura dada.

2.1.1 Nucleación

El primer proceso denominado nucleación corresponde a la formación de una nueva fase sólida a partir de la aglomeración de átomos, moléculas o iones (Seader *et al.*, 2011), la cual puede ser espontánea (a partir de una solución homogénea) o inducida (a partir de partículas inertes), por lo que se distinguen dos tipos de nucleación:

- **Primaria:** Es aquella en donde las moléculas en solución se asocian para formar un agregado, el cual puede disociarse o crecer, su desarrollo no está influenciado por la presencia de la fase sólida que se origina. Si este crece lo suficiente puede formar una estructura llamada embrión, que al crecer formará núcleos. Los núcleos formados generan los nuevos cristales (Seader *et al.*, 2011). La nucleación primaria puede a su vez clasificarse en homogénea (se desarrolla sin la presencia de una interfase sólida)

y heterogénea (se desarrolla con la presencia de una interfase sólida otorgada por partículas inertes) (Myerson, 2002).

- Secundaria: Es causada debido a la existencia de cristales propios de la solución sobresaturada. Esta puede ser causada inicialmente por: (a) fluido que pasa por las superficies de cristales y desprende núcleos, (b) colisión de cristales entre ellos y (c) colisión de cristales con superficies metálicas como la superficie del recipiente o las paletas del agitador.

2.1.2 Crecimiento

Durante el crecimiento del cristal ocurren procesos de difusión e integración, debido al efecto de la interacción de la superficie del sólido con la solución (Jones, 2002).

En el proceso de difusión, el transporte de masa de partículas que se encuentran en la solución sobresaturada hacia la interfase cristal-solución, se lleva a cabo a través de difusión, la cual varía con la temperatura, con la concentración de soluto, el grado y tipo de agitación. El estudio de las resistencias al transporte de masa es de importancia en operaciones de cristalización, dentro de las más importantes es aquella caracterizada por el coeficiente de difusión. En el proceso de integración, la incorporación del material en el arreglo cristalino se lleva a cabo por adsorción, algunas veces conocida como proceso de reacción de la superficie.

Si el transporte hacia el cristal es mayor que la integración, el proceso de integración controla el crecimiento de cristal. En caso contrario, el transporte de masa determina el crecimiento (Myerson, 2002).

En la solución, la concentración máxima del sólido que puede estar disuelto en el líquido es función de la temperatura; cuando este máximo es alcanzado se dice que la solución está saturada (Myerson, 2002), el enfriamiento o disminución del disolvente disponible en la solución provoca la sobresaturación. Tanto la nucleación como el crecimiento de cristal tienen como fuerza impulsora la sobresaturación (Myerson, 2002). La sobresaturación es la diferencia de concentración entre la solución sobresaturada en la que el cristal está creciendo y la de la solución en equilibrio con el cristal (McCabe *et al.*, 2007). En la Figura 2.1 se muestran las curvas de saturación y sobresaturación propuestas por Miers. En esta, la línea AB es la curva normal de solubilidad en estado de saturación y la línea CD es la línea

de sobresaturación. En medio de estas se encuentra la región metaestable en donde los cristales que se lleguen a formar crecerán con el paso del tiempo, mientras que en la zona lábil la formación de núcleos se dará de manera espontánea. Una solución sobresaturada se encontrará en la región metaestable.

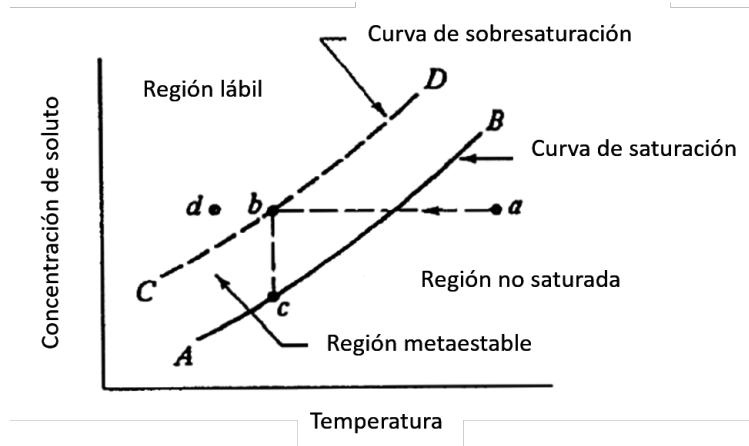


Figura 2.1: Curva de saturación y sobresaturación (Geankoplis, 1993).

2.2 Tipos de Cristalizadores

En cristalización para lograr la sobresaturación es necesario llevar la solución a un estado en donde la concentración de soluto exceda la concentración de equilibrio (sobresaturación) (Myerson, 2002). Los métodos para generar sobresaturación son:

1. Cambio de temperatura.
2. Evaporación de solvente.
3. Reacción química.
4. Cambio de composición del solvente.

Si la solubilidad del soluto aumenta de manera significativa ante el incremento de la temperatura, la solución sobresaturada se obtiene por simple enfriamiento. En el caso en donde la solubilidad es relativamente independiente de la temperatura, la solución sobresaturada se genera por evaporación de una parte del solvente. Por otra parte, si se requiere una precipitación, se puede crear un nuevo soluto añadiendo un tercer componente que reacciona con el soluto original y forma una sustancia insoluble. Si ninguna de las anteriores

es deseable, la sobresaturación se genera mediante la adición de un tercer componente, en donde la mezcla de solventes puede reducir la solubilidad del soluto (McCabe *et al.*, 2007).

Los equipos utilizados en la industria para llevar a cabo la cristalización se clasifican dependiendo del método por el cual se alcanza la sobresaturación; dentro de los cuales podemos encontrar:

1. Cristalizadores por enfriamiento, son utilizados cuando la sobresaturación depende en gran medida de la temperatura. Dentro de los cristalizadores por enfriamiento podemos encontrar los del tipo tanque agitado, los cuales son mayormente utilizados debido a que el producto final tiene una mayor pureza ya que se produce una menor retención de solución madre en los cristales después de la filtración, permitiendo un lavado más eficiente.
2. Cristalizadores por evaporación, son utilizados cuando la solubilidad del soluto en el solvente no cambia significativamente con el cambio de temperatura, por lo tanto, para lograr la sobresaturación de la solución se remueve parte del solvente. Uno de los cristalizadores por evaporación más utilizados es el de circulación forzada en el cual, la solución madre es recirculada al cristalizador pasando éste a través de un intercambiador de calor en donde es calentada utilizando vapor. En este tipo de cristalizadores se producen cristales de pequeño tamaño.
3. Cristalizadores al vacío, en ellos una solución saturada es introducida al recipiente el cual se encuentra al vacío. Estos operan a partir del enfriamiento flash, en donde una solución es introducida en un recipiente al vacío. Si la temperatura de la alimentación es más alta que la temperatura a la cual la solución se evapora a bajas presiones, la solución de alimentación se enfriará adiabáticamente a esta temperatura. El calor sensible liberado por la solución causa la evaporación del solvente (Mullin, 2001).

La precipitación, es considerada como una rama de la cristalización (Söhnel & Garside, 1992), por lo que, los equipos de cristalización además de ser clasificados por el método empleado para lograr la sobresaturación, también se clasifican por el método empleado para suspender los cristales en crecimiento. Para el proceso de cristalización por enfriamiento o evaporación se distinguen cuatro tipos básicos de cristalizadores.

1. Cristalizador tipo tanque, es el tipo más simple de los equipos empleados en la industria de la cristalización. En este equipo la cristalización se induce por enfriamiento de la solución madre en tanques, que comúnmente cuentan con un mecanismo de

agitación mecánica y están equipados con serpentines de enfriamiento o chaquetas. Los cristalizadores de tanque se hacen funcionar por lotes y se utilizan generalmente para la producción a pequeña escala.

2. Cristalizador de superficie raspada, es similar en principio al tipo de tanque, pero en este caso superficies de enfriamiento se raspan continuamente o se agitan para evitar el ensuciamiento por cristales depositados y para promover la transferencia de calor. Estos cristalizadores son adecuados para el procesamiento de licores de alta viscosidad. Los cristalizadores de superficie raspada pueden ser operados de forma continua o por lotes, con recirculación del licor madre. Una desventaja de este tipo es que tienden a producir cristales muy pequeños.
3. Cristalizador de solución madre circulante, en este tipo de equipo, tanto el licor como los cristales circulan a través de la zona en la que tiene lugar la sobresaturación.
4. Cristalizador de licor circulante, en este equipo sólo el licor se hace circular a través de la zona de calefacción o refrigeración. Los cristales se retienen en suspensión en la zona de cristalización por el flujo ascendente de licor. Los cristalizadores de licor circulante producen cristales de tamaño regular. El diseño básico consta de tres componentes: (1) recipiente en el que los cristales se suspenden, crecen y se retiran, (2) mecanismo de sobresaturación por enfriamiento o evaporación y (3) mecanismo para la circulación del licor. El cristalizador de Oslo es el diseño típico de este tipo de cristalizadores.

Si bien los cristalizadores de licor y de solución madre circulante, son mayormente empleados para la producción a gran escala, siguen desarrollándose nuevos diseños de cristalizadores basados en técnicas de balance de población, cuya clave de éxito reside en la generación de bases de datos cinéticos de nucleación y crecimiento de cristales para un adecuado modelado del sistema real (Liu *et al.*, 2015). Por lo que, el diseño de cristalizadores implica todavía un gran esfuerzo de investigación tanto a nivel laboratorio como a nivel planta piloto.

Uno de los principales objetivos de la investigación de estos procesos es la comprensión fundamental de la nucleación. La nucleación tiene una influencia gobernante en las propiedades del producto tales como el tamaño de partícula, distribución de tamaño y forma polimórfica. Un aspecto importante en la optimización de los procesos de cristalización o la introducción de cambios en las condiciones de procesamiento implica el efecto de alteración

de las condiciones de agitación, ya que esta es considerada como uno de los principales promotores de la nucleación primaria (Liu *et al.*, 2015).

2.3 Agitación

La agitación es una operación utilizada para acelerar los procesos de transferencia de calor y de masa, reduciendo los gradientes de temperatura y concentración (Jones *et al.*, 2005). En la agitación la energía cinética del impulsor es transferida al fluido para provocar su movimiento dando lugar al mezclado. El mezclado es un proceso complejo en el cual existen interacciones entre partículas o entre partículas y fluido (Sha & Palosaari, 2000), llevándose a cabo fenómenos de transporte como la dispersión y convección (Kasat *et al.*, 2008).

Los impulsores utilizados para la agitación pueden dividirse en dos clases: (1) los que generan corrientes paralelas al eje del impulsor, llamados impulsores de flujo axial (Figura 2.2a), y (2) aquellos que generan corrientes en dirección radial y/o tangencial, llamados impulsores de flujo radial (Figura 2.2b). En los impulsores de flujo radial la dirección del flujo puede ser tangencial si el fluido sigue de manera paralela la dirección de rotación del agitador (Figura 2.2b-1) o radial si existen baffles que modifiquen la dirección del fluido hacia el centro del reactor (Figura 2.2b-2) (McCabe *et al.*, 2007).

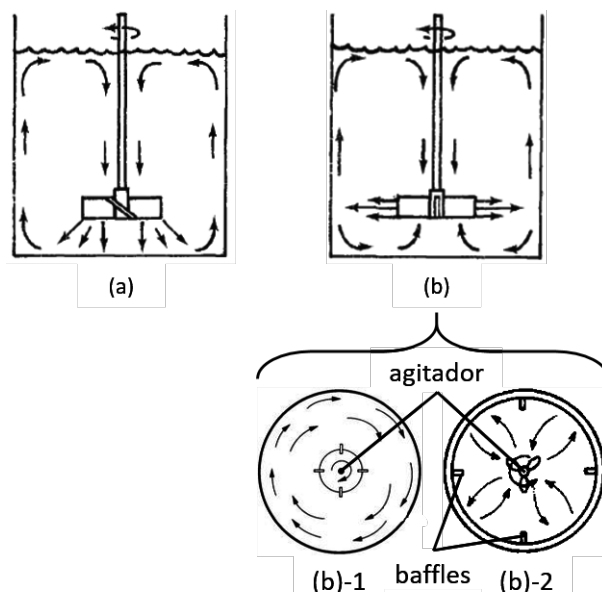


Figura 2.2: (a) Patrón de flujo axial, (b) patrón de flujo radial.

En un sistema sólido-líquido, la distribución de partículas en un líquido agitado puede ser visto como el resultado del balance entre dos fenómenos, la sedimentación y la suspensión de la partícula debido a su interacción con el líquido. En la Figura (2.3) se muestra la interacción entre la partícula y el fluido. El movimiento de la partícula con respecto al fluido depende de la densidad del líquido (ρ_l), la viscosidad del líquido (μ), la densidad de la partícula (ρ_s) y su diámetro característico (d_p). Además, esta partícula está sujeta a tres fuerzas: fuerza de flotación (B), fuerza de arrastre (F) y fuerza de gravedad (W) (Di, 95). La partícula se mantendrá en suspensión cuando su densidad sea menor a la densidad de la fase líquida. Sin embargo, cuando la partícula comienza a crecer, como pasa en la cristalización, la fuerza generada por la partícula aumentará propiciando su sedimentación a cierta velocidad, conocida como velocidad de sedimentación la cual es función de las propiedades de la mezcla y del régimen de mezclado (Qi *et al.*, 2013; Baldock *et al.*, 2004; Grenville *et al.*, 2015).

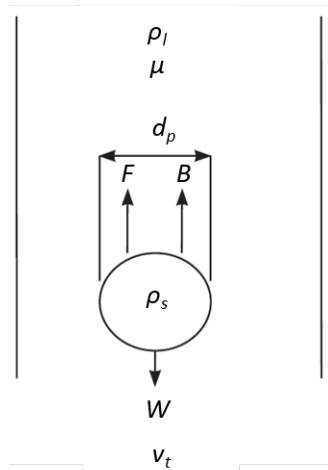


Figura 2.3: Interacción entre el fluido y la partícula.

Se han realizado diversos estudios respecto a la velocidad de sedimentación de partículas de distintos tamaños en líquidos con distintas propiedades (Baldock *et al.*, 2004), con el fin de estimar el factor de arrastre neto debido al fluido. Madhav & Chhabra (1995) estudiaron la velocidad de sedimentación de partículas cilíndricas, esféricas y prismas rectangulares de distintos materiales (acero, vidrio y aluminio) en líquidos Newtonianos (aceite de risino, solución 50/50 de glucosa-agua y aceite de silicón). Propusieron una correlación experimental para determinar el coeficiente de arrastre y corregir la velocidad de precipitación a

partir del efecto de las paredes del recipiente, empleando tubos con diferentes diámetros. Demostraron que el uso del volumen equivalente al de una esfera resulta en una ecuación unificada para varias formas de partícula, ecuación (2.1). Esta ecuación es comparada con expresiones dadas por Swamee & Ojha (1991) y Cho *et al.* (1991), ecuaciones (2.2) y (2.3) respectivamente, en donde la ecuación propuesta da niveles satisfactorio de precisión y confiabilidad. Por otro lado Brucato *et al.* (1998) estudiaron los coeficientes de arrastre y estimaron la velocidad de sedimentación de partículas en fluidos con régimen turbulento. A partir de los datos experimentales demostraron que el coeficiente de arrastre en el rango investigado es incrementado por la turbulencia y por el tamaño de partícula. De igual manera establecieron una correlación tipo ley de potencia para predecir la influencia de la turbulencia sobre los coeficientes de arrastre, ecuación (2.4), la cual en comparación con la ecuación (2.5) propuesta por Uhlherr & Sinclair (1970) dió un mejor resultado en el cálculo del coeficiente de arrastre. En la Tabla 2.1 se muestran las ecuaciones utilizadas por estos autores.

Tabla 2.1: Ecuaciones utilizadas por Madhav & Chhabra (1995) y Brucato *et al.* (1998).

Autor	Año	Ecuaciones para cálculo de C_D
Madhav & Chhabra	1995	$C_D = \frac{24}{Re} [1 + 0.604Re^{0.529}] \quad (2.1)$
Swamee & Ojha	1991	$C_D = \frac{128Re^{-0.8}}{\left(1 + 4.5 \left(\frac{c}{\sqrt{ab}}\right)^{0.35}\right)} \quad (2.2)$
Cho <i>et al.</i>	1991	$C_D = \frac{4}{Re_d (\ln(L/d) - 0.1137)} \quad (2.3)$
Brucato <i>et al.</i>	1998	$\frac{C_D - C_{D0}}{C_{D0}} = 8.76 \times 10^{-4} \left(\frac{d_p}{\lambda}\right)^3 \quad (2.4)$
Uhlherr & Sinclair	1970	$C_D = \frac{162 \left(\frac{N}{v_t}\right)^{1/3}}{Re_p} \quad (2.5)$

Conjuntamente al proceso de suspensión-sedimentación de las partículas, es de igual importancia conocer la forma en que el sistema sólido-líquido se distribuyen en el reactor. El mezclado del sistema está caracterizado por el coeficiente de dispersión D (m^2/s) (Giojelli *et al.*, 2001), el cual depende de factores como el tamaño y forma del equipo, propiedades del sólido y del líquido, además de las condiciones del operación. Valores altos de D indican una mejor homogeneidad, para D bajos una menor homogeneidad y para valores de $D = 0$ significa que no existe dispersión (Fogler, 2008; Levenspiel, 1999).

Relacionado a esto, Nocentini *et al.* (2002) investigaron la distribución de partículas en tanque agitados con múltiples turbinas tipo Rushton en dos escenarios, estado estacionario

y estado transitorio. Como fase líquida utilizaron agua y una solución de polivinilpirrolidona, mientras que para la fase sólida utilizaron partículas esféricas de diferentes materiales (plástico, bronce y vidrio), de las cuales su densidad fue mayor que la densidad del líquido. Para la determinación del coeficiente de dispersión ajustaron los datos de concentración de sólidos medidos al modelo de sedimentación-dispersión en una dimensión, obteniendo un error menor al 15%.

A su vez, Pinelli *et al.* (2004) estudiaron la distribución de sólidos en estado estacionario y transitorio en tanques agitados utilizando múltiples agitadores de distintos tipos: turbina Rushton, turbina de paletas inclinadas y turbina de paletas planas; empleando para la fase líquida agua y una solución de polivinilpirrolidona, mientras que para la fase sólida utilizaron partículas esféricas (plástico y vidrio). Los coeficientes de dispersión se obtuvieron a partir del modelo de dispersión-sedimentación, encontrando que estos coeficientes son proporcionales a la velocidad de rotación, al tipo de agitador, condición de operación y geometría del recipiente

Por otro lado, Fajner *et al.* (2008) estudiaron la distribución de partículas flotantes en una suspensión utilizando un agitador con cuatro paletas radiales. El líquido utilizado fue agua desionizada y como fase sólida utilizaron partículas esféricas de poliestireno. Los perfiles de concentración que ellos encontraron fueron interpretados en términos del modelo axial de dispersión-sedimentación. Encontraron que la concentración vertical experimental es afectada por la velocidad de agitación. Los datos de concentración obtenidos fueron ajustadas al modelo de dispersión-sedimentación, en donde los coeficientes de dispersión calculados son diferentes dependiendo la altura.

Igualmente, Jirout & Frantisek (2011) investigaron el efecto de diferentes tipos de agitadores axiales para la suspensión de perlas de vidrio en agua. Ellos encontraron que el agitador tipo turbina de tres aspas (Figura 2.4a) tiene la menor velocidad mínima de suspensión de sólidos. Además, los agitadores tipo propela marina (Figura 2.4b) presentan una mayor eficiencia en la suspensión de sólidos cuando se operan alejadas del fondo debido a que la hidráulica de la propela fue diseñada para operación en espacios infinitos. Finalmente impulsores hidropianos (Figura 2.4c) tienen mejor eficiencia de suspensión que agitadores estándar de paletas de 45° de inclinación.

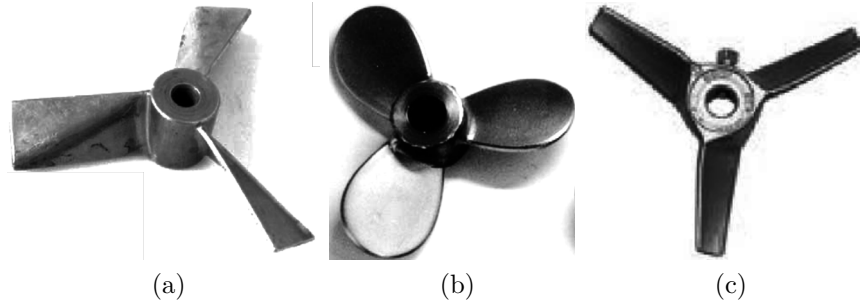


Figura 2.4: Agitadores utilizados por Jirout & Frantisek (2011).

Por su parte Kumaresan & Joshi (2006) compararon los distintos patrones de flujo en agua generados por el ángulo de las paletas, tamaño, número de paletas y dirección de descarga de las paletas. Compararon mediciones de anemómetro láser Doppler (LDA) con predicciones hechas con dinámica computacional de fluidos (CFD) utilizando el programa FLUENT. Evaluaron tres tipos de agitadores con paletas a 30° de inclinación, de los cuales observaron que la mayor variación de magnitud en flujo radial se ubica inmediatamente por debajo del agitador, siendo el agitador de 6 paletas (PBTD3020w50-6) el que mayor velocidad genera. Por otro lado, encontraron que la velocidad axial no varía significativamente a las distintas alturas del recipiente. Con respecto a la velocidad tangencial, encontraron que esta genera más fuerza en regiones por debajo del agitador. Evaluaron además dos tipos de agitadores con paletas a 60° de inclinación. El agitador con ancho de paleta constante (PBTD60w50-6) generó una mayor velocidad comparada con el agitador de ancho de paleta decreciente (PBTD60w3085-6) en posiciones cercanas al fondo del recipiente. Con respecto a la velocidad axial, encontraron que su variación no tuvo cambios significativos, al igual que en la velocidad angular, la cual no tuvo variación significativa en regiones debajo o cercanas al impulsor. De igual manera utilizaron siete agitadores con paletas con inclinación de 45° . De estos, el impulsor con cuatro aspas (PBTD45w50-4) fue el que generó la mayor velocidad radial, mientras que el agitador con seis aspas decrecientes (PBTD45w5030-6) generó la mayor velocidad axial.

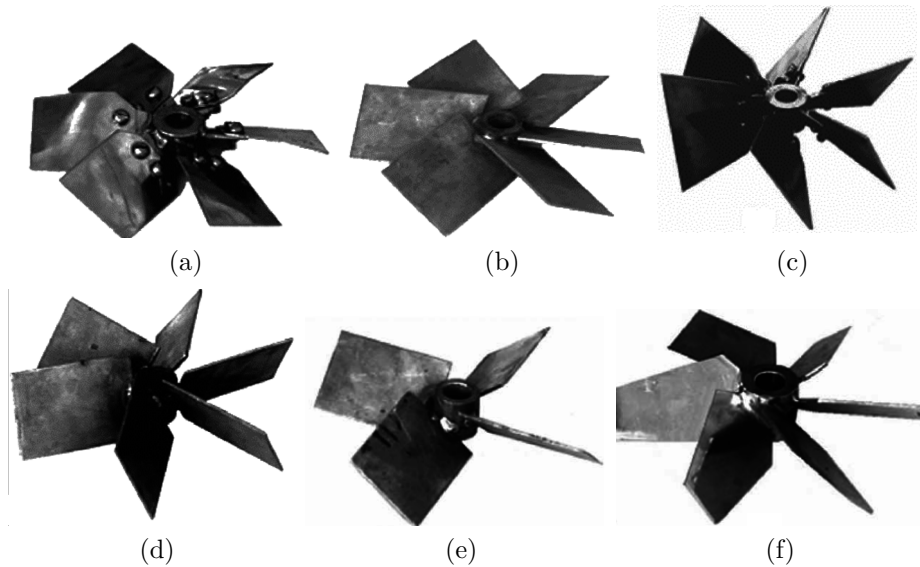


Figura 2.5: Tipos de agitadores empleados por Kumaresan & Joshi (2006): (a) PBT3020w50-6, (b) PBT30w50-6, (c) PBT60w3085-6, (d) PBT60w50-6, (e) PBT45w50-4 y (f) PBT45w5030-6.

Por su parte, Yao *et al.* (1998) propusieron dos tipos de agitación con variación en la velocidad de agitación: 1) rotaciones periódicas co-reversibles el cual consiste en cambiar la dirección o la velocidad del flujo radial generado desde la paleta hacia las paredes del tanque, con el fin de eliminar las regiones de estancamiento a través de las perturbaciones generadas por estos cambios y 2) fluctuaciones periódicas de la velocidad de rotación en donde las alteraciones producidas se llevaron a cabo a partir de la variación de la velocidad de rotación la cual es análoga al cambio periódico de la velocidad de movimiento. Esto con el objetivo de mejorar el mezclado global de un tanque agitado utilizado para materiales de alta viscosidad. Sus estudios comprobaron que a mayor número de perturbaciones la destrucción de zonas donde no existe mezclado es más rápida, además de que el tiempo de mezclado disminuye.

Así mismo, Wu *et al.* (2001) estudiaron el efecto de la variación del tipo de agitador, el número de paletas, el ángulo de ataque así como el espesor de la paletas sobre los perfiles de velocidad y la suspensión de sólidos. Utilizaron impulsores tipo turbina de paleta inclinada y turbina de disco. Para la suspensión de sólidos utilizaron perlas de vidrio de diferentes tamaños y agua. Encontraron que la velocidad aumenta al aumentar el número de paletas y el ángulo de inclinación, mientras que disminuye al disminuir el espesor de la

paletas.

Es importante resaltar que aunque se han desarrollado diversos estudios para caracterizar y entender la fenomenología del proceso de mezclado en sistemas heterogéneos sólido-líquido, estos estudios tienen la gran limitación de haber sido desarrollados en sistemas inertes, cuyas propiedades son estacionarias durante la agitación, y cuya interacción con los fenómenos que definen las propiedades de las fases a través de la dinámica propia de procesos de reacción y procesos de separación no pueden ser evaluados.

2.3.1 Efecto de la agitación en el proceso de cristalización

El mezclado imperfecto en cristalizadores puede afectar el proceso, alterando la calidad del producto (Kougoulos *et al.*, 2005). Los fenómenos como nucleación, crecimiento y en algunos casos aglomeración y ruptura de cristales dependen de la hidrodinámica de sistema al afectar estas las diferencias de concentración local y la interacción entre partículas (Paul *et al.*, 2004). Uno de los factores claves en la cristalización es la suspensión adecuada de los sólidos que proporciona la dinámica del fluido en el cristalizador; si la definición de un mezclado perfecto implica homogeneidad en todas las propiedades dentro del cristalizador, entonces sería válido suponer que la cristalización no depende de las coordenadas espaciales del sistema, sin embargo, lo anterior está limitado a que el proceso de mezclado es más rápido que el proceso de cristalización.

La hidrodinámica del sistema determina las características de la mezcla, afectando la nucleación y el crecimiento de cristales de la siguiente forma:

- Nucleación. El proceso de nucleación primaria es muy rápido y depende en gran medida de la sobresaturación local, por lo que el mezclado puede propiciar la nucleación primaria debido a que genera una reducción en el ancho de la región metaestable. Comparando una solución agitada con una estática, esta última deberá ser enfriada por un mayor tiempo antes de que exista nucleación. La nucleación secundaria es causada por el mezclado de las siguientes formas: (a) impacto cristal-cristal, el cual es función del régimen del mezclado, (b) cristal-paletas del impulsor e cristal-paredes, las cuales son función de la velocidad del agitador, forma de las paletas del agitador y del material de construcción y (c) capa adsorbente (capa límite), en donde el espesor de ésta disminuye al incrementar el mezclado.

- Crecimiento. El proceso de crecimiento requiere mas tiempo en comparación con el proceso de nucleación ya que está limitada por el proceso de difusión molecular (Teoría de difusión), por lo que el mezclado al mantener altas velocidades de transferencia de masa minimiza los gradientes de sobresaturación en la capa alrededor del cristal en crecimiento. Al aumentar el mezclado, el coeficiente de transferencia de masa aumenta. Sin embargo, el exceso de mezclado puede causar rompimiento del cristal y aumento de nucleación secundaria.

En la cristalización, la suspensión de partículas sólidas se logra a través de agitación mecánica la cual es utilizada para prevenir la sedimentación de sólidos y de proveer condiciones adecuadas para la transferencia de masa entre el sólido y el líquido (Harnby *et al.*, 2001; Sessiecq *et al.*, 1999). Para alcanzar el régimen de fluido adecuado es necesario el tomar en cuenta el tipo de agitador utilizado para esto, la velocidad de agitación (Sha & Palosaari, 2000) y la ubicación del agitador dentro del recipiente .

En relación a esto, Kacunic *et al.* (2013) estudiaron el efecto sobre el crecimiento del cristal a partir de la posición en cristalizadores tipo batch por enfriamiento y utilizaron tres tipos de agitadores: turbina Rushton (SBT), turbina de paletas inclinadas (PBT) y turbina de paletas planas (A310). Encontraron que el tipo de agitador y la posición de éste afecta en gran medida la distribución de tamaños de cristal, obteniendo mejores tamaños de cristal con agitadores de tipo axial (PBT). Por otro lado, con agitadores de tipo radial (SBT), la nucleación ocurre con valores bajos de sobresaturación además de que tiene mayor influencia sobre el crecimiento del cristal a diferentes posiciones dentro del reactor.

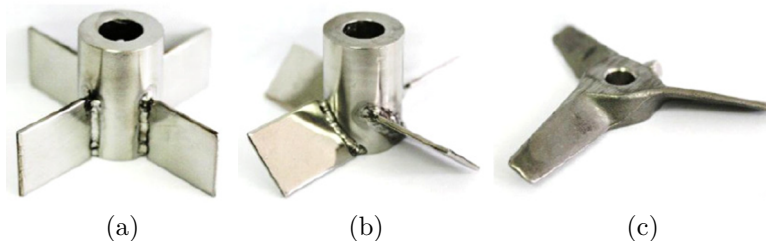


Figura 2.6: Agitadores utilizados por Kacunic *et al.* (2013).

Por otro lado, Akrap *et al.* (2010) estudiaron el efecto que genera la velocidad de agitación sobre la amplitud de la zona metaestable, nivel de sobresaturación, crecimiento de cristal y la distribución del tamaño de cristal para encontrar las condiciones de operación de un

cristalizador por enfriamiento tipo batch. Utilizaron como agitador una turbina de paletas rectas, encontrando que el mayor crecimiento de cristales se dio a altas velocidades de agitación, mientras que a bajas velocidades notaron cierta desviación en la distribución de partículas debido a la suspensión incompleta durante el proceso. Además, a altas velocidades de agitación existe el rompimiento de los cristales causados por la colisión entre cristales y las paredes del recipiente, el agitador u otros cristales.

Sha & Palosaari (2000) investigaron la influencia de la distribución imperfecta de la suspensión en cristalización a partir de distintos puntos de muestreo y velocidades de agitación. Encontraron que la densidad de la suspensión es mayor cerca del fondo del cristalizador, debido a que los cristales de mayor tamaño se encuentran en estas regiones mientras que cristales de menor tamaño circulan en todo el recipiente. De igual manera, evaluaron la intensidad de mezclado, obteniendo como resultado que cuando la intensidad del mezclado es baja, un mayor número de partículas se encuentran en el fondo del recipiente. Al aumentar la intensidad del mezclado, la distribución de partículas en el cristalizador se vuelve más uniforme.

En la Tabla 2.2 se muestra un resumen de los antecedentes de agitación y en la 2.3 se muestra un resumen de los antecedentes de los efectos de la agitación en procesos de cristalización.

Tabla 2.2: Antecedentes sobre agitación.

Autor (es)	Año	Experimento	Conclusiones
Yao <i>et al.</i>	1998	-Proponen dos tipos de agitación con variación en la velocidad de agitación: Rotaciones periódicas co-reversibles y Fluctuaciones periódicas de la velocidad de rotación.	-Las perturbaciones en la dirección y velocidad de rotación permitían la reducción de canalizaciones o estancamiento de forma más rápida, disminuyendo el tiempo de mezclado.
Wu <i>et al.</i>	2001	-Estudiaron el efecto de la variación del tipo de agitador, el número de paletas, el ángulo de ataque y el espesor de las paletas sobre los perfiles de velocidad y la suspensión de sólidos.	-La velocidad de desplazamiento del fluido aumenta al aumentar el número de paletas y el ángulo de inclinación, mientras que disminuye en proporción al espesor de las paletas.
Kumaresan & Joshi	2006	-Compararon los distintos patrones de flujo generados por el ángulo de las paletas, su tamaño, número de paletas y la dirección de descarga de las paletas.	-Agitador PBTD3020w50-6 genera mayor velocidad radial en agitadores de 30° de inclinación. -Agitador PBTD60w50-6 genera la mayor velocidad radial en agitadores de 60° de inclinación. -Agitador PBTD45w50-4 fue el que generó la mayor velocidad radial en agitadores de 45° de inclinación. -Velocidad axial no varía significativamente para ángulo de 30° y 60°.
Jirout & Frantisek	2011	-Investigaron el efecto de diferentes tipos de agitadores para la suspensión de sólidos.	-Agitadores tipo propela marina presentan una mayor eficiencia en la suspensión de sólidos cuando se operan alejadas del fondo. -Impulsores hidropianos tienen mejor eficiencia de suspensión de sólidos que agitadores estándar de paletas de 45° de inclinación.

Tabla 2.3: Antecedentes sobre cristalización.

Autor (es)	Año	Experimento	Conclusiones
Sha & Palosaari	2000	-Evaluaron la influencia de la distribución imperfecta de la suspensión en cristalización a partir de distintos puntos de muestreo y velocidades de agitación.	-La densidad de la suspensión es mayor cerca del fondo del recipiente. -A mayor intensidad del mezclado la distribución de partículas en el cristalizador se vuelve más uniforme.
Akrap <i>et al.</i>	2010	-Estudiaron el efecto que genera la velocidad de agitación sobre el crecimiento de cristal y la distribución del tamaño de cristal con un agitador tipo turbina de paletas rectas.	-Existe mayor crecimiento de cristal a altas velocidades de agitación. -A bajas velocidades, se presenta cierta desviación en la distribución de partículas debido a la suspensión incompleta de las partículas.
Kacunic <i>et al.</i>	2013	-Estudiaron el efecto sobre el crecimiento del cristal a partir de tres tipos de agitadores y la posición en cristalizadores tipo batch por enfriamiento.	-Mejores tamaños de cristal con agitadores de tipo axial. -Con agitadores de tipo radial existe mayor influencia sobre el crecimiento del cristal a diferentes posiciones dentro del reactor.
Ramírez	2014	-Evaluó la suspensión de sólidos utilizando un agitador de paso constante (0°, 45° y 90° de inclinación) y de paso variable (de 0° a 45° y de 0° a 90° de inclinación).	-El agitador de paso variable (0 a 45° y 0 a 90° de inclinación) favorece la estabilidad en la concentración de sólidos suspendidos.

2.4 Control

Las variables de operación de cualquier proceso tienen restricciones (límites finitos) establecidas ya sea por las limitaciones físicas del equipo o por la naturaleza del proceso. Desde el punto de vista de control, estas limitaciones físicas son definidas en la etapa de diseño de equipos o plantas, dentro de lo estipulado por normas ambientales, de seguridad y rentabilidad del proceso (Turton *et al.*, 1998), la cual es la base para el desarrollo

de control de procesos multivariables con restricciones. Estas variables se pueden clasificar en: (1) variables de diseño (volumen del cristizador, área de transferencia de calor, etc.) y (2) variables dinámicas (temperatura de operación, velocidad de agitación, concentración, etc.). En la cristalización, una de las variables más estudiadas para controlar el proceso es la sobresaturación de la solución así como el área disponible de los cristales para el crecimiento y nucleación (Myerson, 2002). Estas propiedades están influenciadas por parámetros importantes, tales como la agitación, presión, temperatura de operación y, en consecuencia, la nucleación y tasa de crecimiento. La competencia entre los fenómenos de transporte de masa y energía dicta la morfología, tamaño final y distribución del tamaño de partículas, los cuales son los parámetros de calidad de mayor importancia (Myerson, 2002; Ma *et al.*, 2002).

Es por esto que, los tres fenómenos mayormente estudiados para el control del proceso de cristalización son:

1. El efecto del mezclado sobre el proceso, en donde el aumento de la velocidad de agitación del fluido puede producir: (1) aumento del régimen de mezclado, lo cual favorece la distribución de las fases presentes en el sistema; (2) el aumento de las colisiones entre partículas, ocasionando la ruptura de cristales de mayor tamaño afectando el crecimiento natural de estas, favoreciendo la nucleación secundaria (Ma *et al.*, 2002; Phillips *et al.*, 1999).
2. La dinámica de variación en la DTC y morfología, las condiciones locales otorgadas por el mezclado afecta la calidad del producto en cuanto a tamaño y forma (Jung *et al.*, 2000; Pagliolico *et al.*, 1999).
3. La interacción entre partículas (Zuoliang & Seppo, 2000; Jones *et al.*, 2005).

Lo anterior ha originado investigaciones que involucren el estudio del efecto del mezclado en la evolución del proceso de cristalización mediante la dinámica computacional de fluidos o CFD (del inglés Computational Fluid Dynamics) (Phillips *et al.*, 1999), en donde el mezclado es modelado a diferentes escalas a través del método de momentos (Ståhl & Rasmuson, 2009; Marchisio *et al.*, 2006; Velázquez *et al.*, 2009).

Si bien el uso de software de CFD es recomendado en el diseño de cualquier cristizador a escala industrial, el tiempo cómputo requerido para los cálculos dificulta su aplicación para desarrollo de estimaciones y algoritmos de control. Por otra parte los paquetes convencionales de CFD incluyen características que pueden predecir propiedades de sustancias

convencionales, pero son incapaces de predecir las propiedades físico-químicas para mezclas específicas, por lo que el mayor problema en el uso de paquetes de CFD es la necesidad de adaptar el sistema experimental a las limitaciones del software empleado o contar con suficiente información para generar y acoplar modelos propios del usuario.

El modelado detallado del cristalizador requiere del conocimiento del comportamiento microscópico así como del macroscópico para su evaluación cuantitativa (Gerstlauer *et al.*, 2002). Una de las formas empleadas para modelar el proceso a nivel macroscópico es integrar sub-modelos de los fenómenos microscópicos dentro de un modelo de la operación global. La aplicación de técnicas de discretización ha sido una de las herramientas mayormente empleadas para este fin. El-Farra *et al.* (2004), emplearon el método de diferencias finitas con 1000 puntos de discretización para la simulación del proceso de nucleación y crecimiento de cristales mediante el uso del método de momentos. Phillips *et al.* (1999), propusieron dividir el sistema en zonas con diferentes propiedades hidrodinámicas utilizando el mapa de flujo para calcular la variación correspondiente en los parámetros de mezcla.

Uno de los métodos de control adecuados para el manejo de las restricciones dentro de un entorno de control óptimo es el control predictivo basado en modelos (MPC). En la industria, el control predictivo, también conocido como control multivariable o control avanzado, es una estrategia de control que se ha impuesto en las últimas décadas como la mejor opción para controlar un proceso con múltiples entradas y múltiples salidas satisfaciendo además un conjunto de restricciones de operación del mismo. Las estrategias de control predictivo lineal, incluidas en diferentes productos comerciales están siendo aplicadas con éxito en los últimos años. Mhaskar *et al.* (2005) desarrollaron una estructura de control predictivo híbrido robusto diseñado para la solución del modelo de control predictivo (MPC), en el que un conjunto de ecuaciones diferenciales ordinarias no lineales fue resuelta empleando la función ode45 de MATLAB, mientras que el problema de optimización del MPC se resolvió mediante la función de optimización, fmincon.

Por otro lado, Ma *et al.* (2002), realizaron estudios para determinar la eficacia del control óptimo sobre las características deseadas del producto en la cristalización batch, mediante el desarrollo de un algoritmo de alta resolución para simular la distribución de tamaño de partículas multidimensional. Empleado el enfoque de modelo compartimental, en donde el cristalizador se divide en un número finito de secciones más pequeñas (llamados compartimentos). Cada uno de estos compartimentos se considera está perfectamente mezclado.

Cada compartimento tiene flujos de entrada y de salida que comparte con las secciones vecinas. La cantidad y características de los cristales en flujos de entrada y de salida se rige por las condiciones hidrodinámicas locales, definiendo el comportamiento de la nucleación y el crecimiento del cristal.

Braatz & Hasebe (2001) establecieron que los modelos basados en compartimentos permiten un modelado mucho más preciso de la formación de nuevos cristales al permitir incluir las variaciones espaciales propias de los cristalizadores, el cual es un factor importante en la determinación de la distribución del tamaño del cristal del producto final. Este enfoque es computacionalmente factible para propósitos de diseño o de control en la que se requieren múltiples simulaciones.

2.4.1 Lazo de control para cristalización por enfriamiento.

En lo que respecta al control de procesos de cristalización por enfriamiento en operaciones batch, Miller (1993) definió como variable a controlar la temperatura del cristizador empleando un control en cascada, en donde el control maestro actuó sobre la temperatura del cristizador y el control esclavo sobre la temperatura del agua de enfriamiento, empleando un controlador PID para el control secundario y para el control primario empleó QDMC (Quadratic Dynamic Matrix Control).

Por otro lado, con el fin de producir el tamaño de producto deseado, se han desarrollado modelos predictivos para determinar el perfil de enfriamiento de procesos de cristalización que permita alcanzar un determinado objetivo de control (tamaño de cristal). Mayrhofer & Nývlt (1988) propusieron un modelo de control para estudiar el efecto de la cantidad de siembra en el perfil de enfriamiento, encontrando que el efecto del tamaño inicial de los cristales sembrados no tiene un efecto significativo en los perfiles de enfriamiento, por lo que los perfiles de enfriamiento no pueden ser definidos a las diferentes condiciones de siembra. Por otro lado Yang *et al.* (2006) propone controlar el tamaño del cristal definiendo como variable de estado el nivel de sobresaturación (objetivo del control) durante el proceso de cristalización por enfriamiento, empleando un modelo predictivo del perfil de enfriamiento que contempla las condiciones de siembra, velocidad de enfriamiento, tiempo de proceso batch, y la cinética de cristalización obteniendo resultados favorables.

Uno de los principales problemas presentados en los procesos de cristalización son las fluctuaciones que se presentan en DTC (Beckman & Randolph, 1977). Estudios previos han de-

mostrado que dichas fluctuaciones se pueden reducir mediante el control de realimentación, por la medición de la distribución del tamaño de cristal y la manipulación de la fracción de cristales finos recirculados. La cristalización por enfriamiento a nivel industrial se lleva a cabo en tanques enchaquetados con control PI para ajustar el perfil térmico del sistema, siendo la variable a manipular el set point de un lazo de control de nivel de orden inferior para el flujo del servicio auxiliar. Modelos de control predictivo PID han sido desarrollados para ajustar la temperatura del cristizador mediante el ajuste de la temperatura del fluido que circula por la chaqueta (Miller, 1993). El-Farra *et al.* (2004) emplearon el control híbrido predictivo no lineal con retroalimentación para estabilizar el proceso de nucleación y crecimiento del cristal teniendo como única variable la concentración de alimentación. Vega *et al.* (1995) utilizaron un modelo dinámico para el cálculo del perfil de enfriamiento en el cristizador para la creación de un controlador PI. Su implementación en pruebas experimentales dió resultados favorables.

Por su parte, Paengjuntuek *et al.* (2008) propusieron una estrategia para calcular la temperatura óptima del enfriamiento de un cristizador para maximizar el volumen final de los cristales. Una vez obtenido el perfil de temperatura óptimo, utilizaron dos tipos de controladores para manipular la temperatura del enchaquetado, el modelo genérico de control (GMC) y un controlador PI. Encontraron que el GMC genera un mejor resultado que el controlador PI.

Por otro lado, Hu *et al.* (2005) realizaron estudios para determinar el perfil de temperatura óptimo de lazo abierto que minimice la función objetivo relacionada con la calidad del producto. En este enfoque, el algoritmo de optimización encuentra el mínimo de la función objetivo con respecto a la temperatura de entrada, la cual está sujeta al balance dinámico de masa y a la ecuación del balance de población. Asimismo, compararon los resultados obtenidos por enfriamiento natural, enfriamiento lineal y el enfriamiento óptimo, de los cuales, el enfriamiento óptimo mejora el resultado de la función objetivo.

A su vez, Abbas & Romagnoli (2007) estudiaron modelos relacionados con procesos de cristalización por enfriamiento en tanques batch. Utilizaron un modelo del sistema en donde a microescala usaron un modelo de balance de población para predecir las propiedades del producto final bajo el efecto de diferentes condiciones de enfriamiento. Emplearon tres perfiles de temperatura en distintas simulaciones: enfriamiento natural, enfriamiento lineal y enfriamiento a una velocidad menor a las anteriores. A partir de esto, con enfriamiento lineal obtuvieron tamaños de cristal promedio mayores.

3 Metodología

En la Figura 3.1 se muestran las actividades que conforman la metodología desarrollada en este trabajo de tesis, indicando la interacción entre ellas.

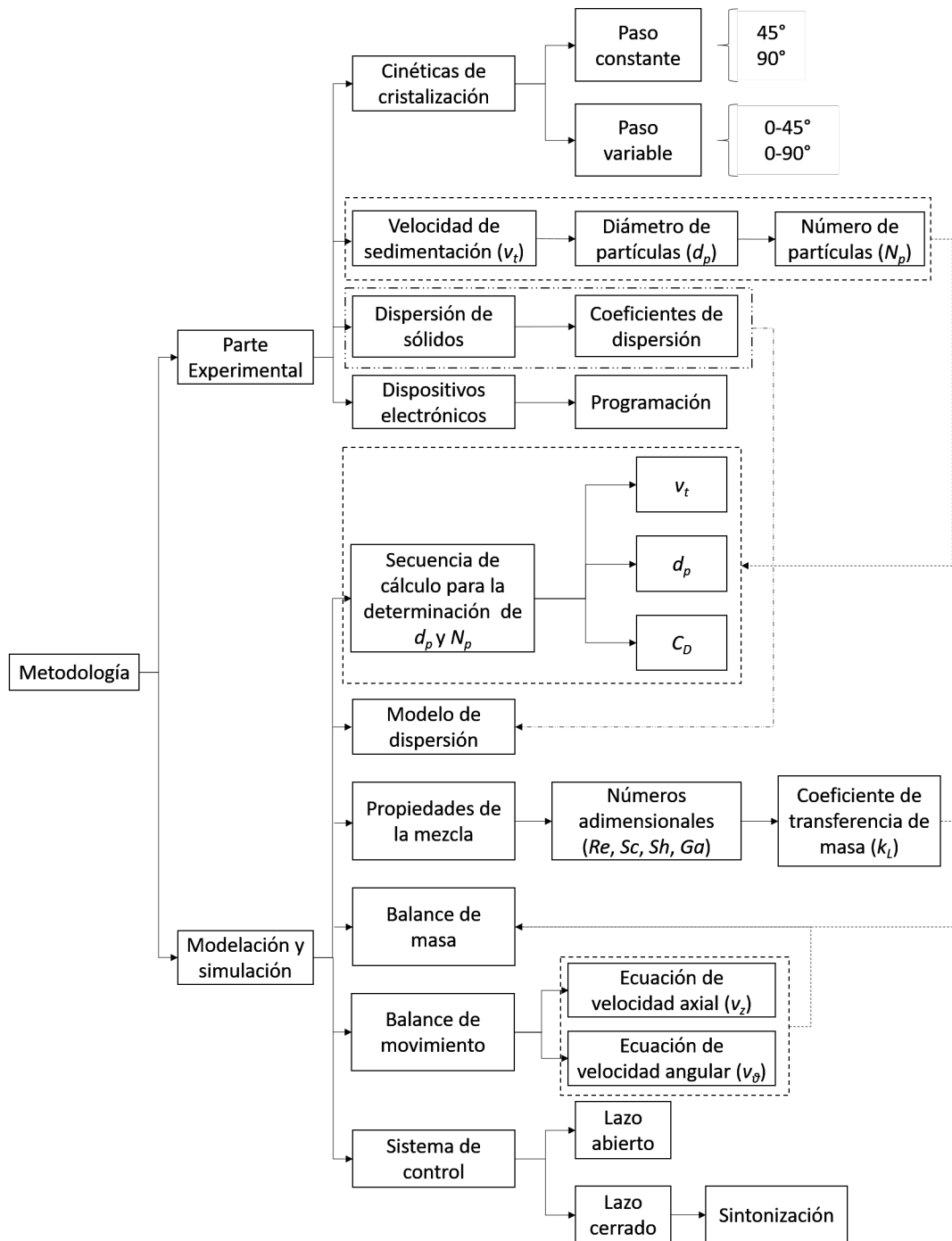


Figura 3.1: Diagrama de flujo de la metodología desarrollada para esta tesis.

3.1 Parte Experimental

Las pruebas experimentales se desarrollaron en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Facultad de Ingeniería Química de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla. Para el desarrollo de las cinéticas de cristalización por enfriamiento sujeto a paso variable, se tomaron las condiciones iniciales propuestas por Ramírez *et al.* (2014), determinando el diámetro de partícula, d_p , y número de partículas, N_p , mediante pruebas de velocidad de sedimentación, v_t , y aplicación de la Ley de Stoke. Asimismo, se realizaron pruebas trazador para determinar la dispersión de sólidos y coeficientes de dispersión en ambientes controlados (μ , T , ρ y m_s constante).

Para la implementación de cambio de paso in-situ en las diferentes pruebas experimentales se utilizó el agitador desarrollado por Pacheco *et al.* (2016); Ramírez *et al.* (2014); Ramírez (2014) (Figura 3.2), llevando a cabo el ajuste del ángulo de las paletas de forma automatizada.

En el trabajo de Ramírez (2014), el cambio de paso a través del servomotor se realizó de forma manual, mientras que en este trabajo de tesis se realizó de forma automatizada empleando una tarjeta Arduino Mega 2650 como controlador, cuya programación se realizó mediante el software Arduino versión 1.6.5. La señal del controlador determinó la acción del servomotor digital TowerPro MG995 el cual realizó los cambios en la transmisión del agitador para llevar a cabo el cambio de paso en las paletas. El rango de trabajo del ángulo de inclinación que se empleó fue de 0 a 90° con respecto al eje horizontal. Este arreglo se utilizó en todas las pruebas con agitación de paso variable.

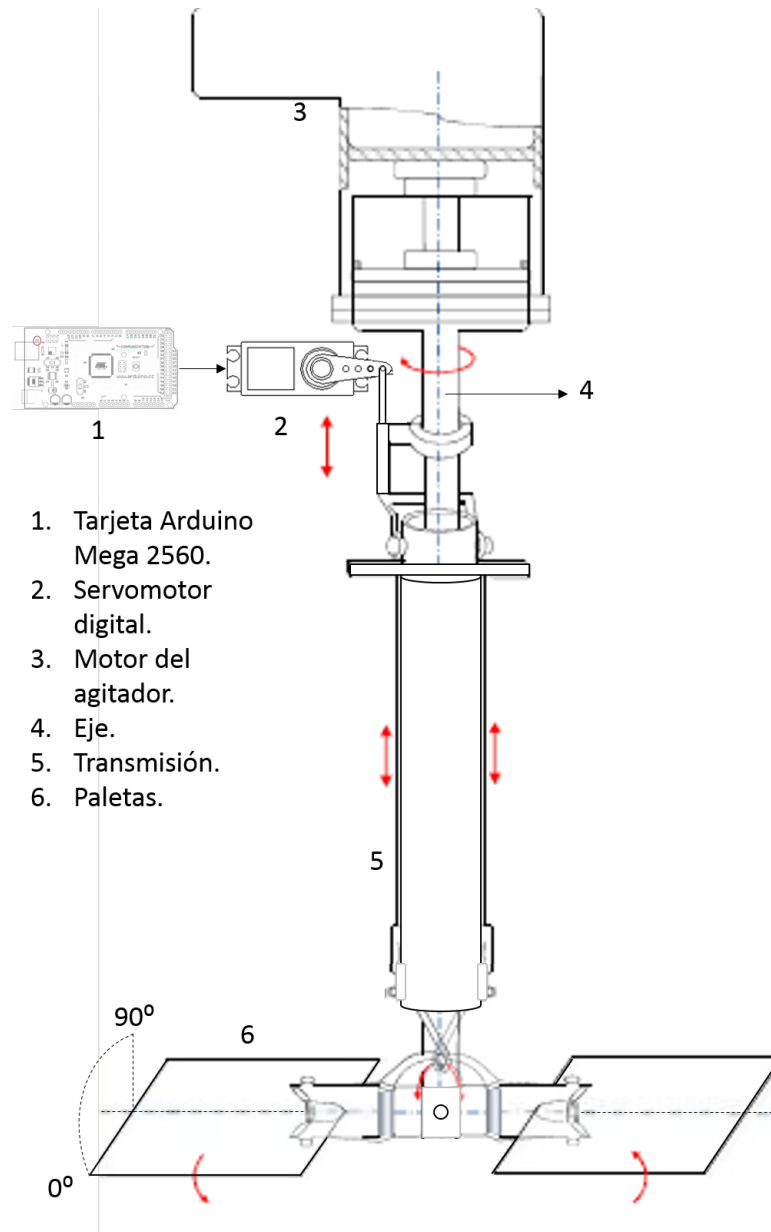


Figura 3.2: Arreglo utilizado para el cambio de inclinación del agitador de paso variable.

3.1.1 Pruebas de cristalización

En la Figura 3.3 se muestra el sistema de cristalización empleado para las pruebas experimentales, la cristalización se llevó a cabo en un reactor enchaquetado de vidrio tipo tanque agitado de 1 L de capacidad, el cual cuenta con tres puertos, uno para el monitoreo de la

temperatura para la cual se utilizó un termómetro de mercurio, otro para el agitador y el último para introducir la sonda de muestreo. Para las pruebas de cristalización se emplearon soluciones de sacarosa con concentración inicial correspondiente al estado de saturación a 80°C. En cada prueba la solución fue colocada en el reactor, previamente acondicionado mediante un flujo de agua a 85°C por el enchaquetado. Posteriormente, para llevar a cabo el proceso de cristalización por enfriamiento, se cambió el agua caliente del enchaquetado por agua fría, monitoreando de forma continua la temperatura de la solución y el agua de enfriamiento. El proceso de cristalización se llevó a cabo a una velocidad de agitación constante de 120 rpm a paso variable y a paso constante. Durante la cristalización se tomaron muestras de 2 ml hasta que la mezcla alcanzó una temperatura cercana a 20°C. Las muestras tomadas durante el experimento se filtraron utilizando como medio de arrastre etanol, posteriormente se secaron a temperatura ambiente y finalmente se pesaron. La concentración de sólidos de cada muestras se determinó mediante la ecuación (3.1).

$$C_p = \frac{w_m - w_s}{V_m} \quad (3.1)$$

En donde C_p representa la concentración de sólidos de la muestra, w_m es el peso del filtro más la muestra, w_s es el peso del filtro sin muestra y V_m corresponde al volumen de la alícuota.

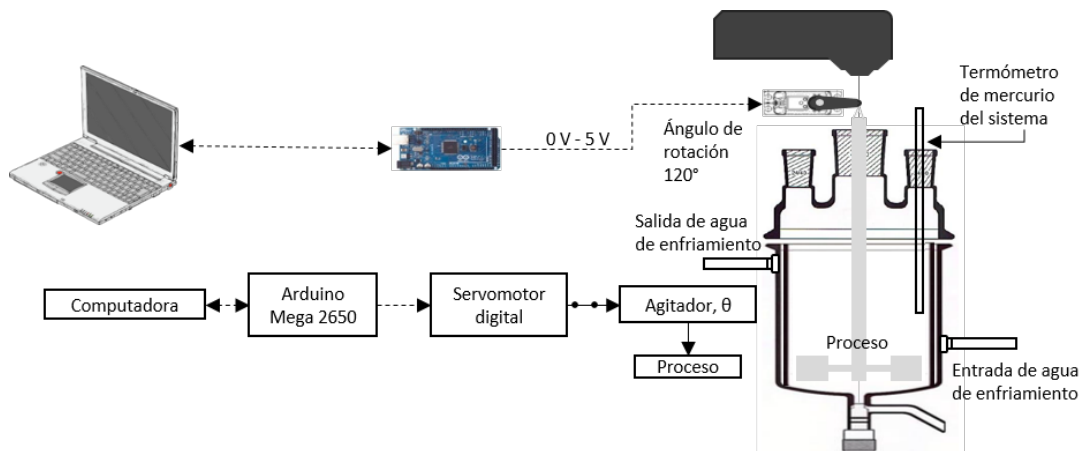


Figura 3.3: Representación del sistema de cristalización..

Las condiciones de operación del agitador empleadas en las pruebas de cristalización se muestran en la Tabla 3.1. El cambio de paso de las paletas del agitador en las pruebas experimentales se realizó de forma automatizada empleando un lazo abierto cuyo código se

realizó en Arduino 1.6.5. Para llevar a cabo el cambio de paso 0-45° se empleó la ecuación (3.2), en donde $k_{45} = 0.0125^\circ$ inclinación/s, mientras que para las pruebas llevadas a cabo a paso variable de 0-90° se utilizó la ecuación (3.3), en donde $k_{90} = 0.025^\circ$ inclinación/s.

$$\theta_{45} = k_{45} \cdot t \quad (3.2)$$

$$\theta_{90} = k_{90} \cdot t \quad (3.3)$$

Tabla 3.1: Condiciones del agitador para pruebas de cristalización.

Experimento	Inclinación de las paletas	Tipo de paso	Control Automático	Nomenclatura
1	45°	Constante	Ninguno	PC45
2	90°	Constante	Ninguno	PC90
3	0-45°	Variable	Lazo abierto	PV45
4	0-90°	Variable	Lazo abierto	PV90

Cada experimento se realizó con su respectiva réplica.

3.1.2 Velocidad de sedimentación

Con el fin de desarrollar la secuencia de cálculo para determinar el diámetro de partícula y distribución del tamaño de partícula a partir de la velocidad de sedimentación, se realizaron pruebas experimentales para obtener la velocidad de sedimentación de las partículas y determinar el diámetro de partícula correspondiente a cada velocidad de sedimentación. En estas pruebas se utilizaron 5 g de sacarosa retenida en tamices de 1000 μm , 710 μm , 355 μm y 250 μm . Cada muestra de sacarosa se colocó en un tubo de ensayo y se añadió etanol absoluto hasta alcanzar 100% de su capacidad, tal como se muestra en la Figura 3.4. El experimento se realizó girando verticalmente cada tubo para determinar la velocidad a la cual las partículas precipitaron. Para esto se tomaron videos y se midió el cambio de altura en la columna formada por los cristales precipitados, la velocidad de sedimentación se calculó dividiendo el cambio de altura entre el intervalo de tiempo en que este se registró.

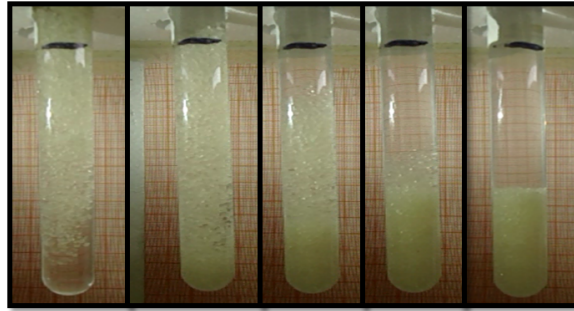


Figura 3.4: Pruebas de sedimentación.

3.1.3 Dispersión de sólidos

Para evaluar el efecto de la densidad de la fase líquida y el ángulo de inclinación en la dispersión de sólidos se llevaron a cabo pruebas trazador, utilizando como fase líquida continua cuatro sustancias con diferentes densidades preparadas a partir de etanol absoluto (Marca: J.T.Baker), aceite de canola (Marca: Maravilla) y aceite de motor (Marca: Super Tech SAE25W), las cuales fueron seleccionadas debido a baja solubilidad respecto a la sacarosa. En la Tabla 3.2 se muestra la composición de las cuatro fases líquidas empleadas para las pruebas experimentales, su densidad y la nomenclatura empleada para su identificación.

Tabla 3.2: Porcentaje de las distintas sustancias utilizadas en las pruebas de dispersión.

Fase continua	Composición			
	Etanol Absoluto	Aceite de Canola	Aceite de Motor	Densidad (g/cm ³)
EA	100 %	0%	0%	0.78
AC	0%	100%	0%	0.90
M1	0%	80%	20%	0.92
M2	0%	20%	80%	0.93

Para la fase dispersa (trazador) se empleó cristales de sacarosa retenida por tamices con mallas del mismo tamaño que los utilizados para las pruebas de velocidad de sedimentación (1000 μm , 710 μm , 355 μm y 250 μm).

Las pruebas se llevaron a temperatura ambiente con agitación de paso variable a 120 rpm, empleando para la toma de muestra tres puertos radiales y tres puertos axiales (Figura

3.5) como se indica a continuación:

- Puertos radiales, están localizados a una posición axial constante (2 cm por arriba de las paletas), y a tres diferentes posiciones radiales (R1, R2, R3), como se indica en la Tabla 3.3.
- Puertos axiales, están localizados a una posición radial constante (3.75 cm respecto al centro), y a tres diferentes posiciones axiales (Z1, Z2, Z3), como se indica en la Tabla 3.3.

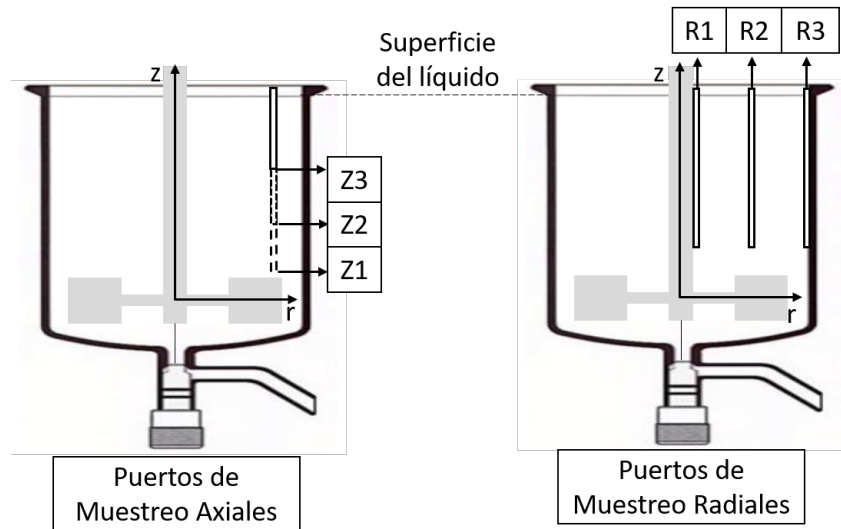


Figura 3.5: Distribución de puertos de muestreo axiales y radiales para las pruebas de dispersión.

Tabla 3.3: Puertos de muestreo para pruebas de dispersión.

Nombre	Posición Radial (medido desde el centro del reactor en cm)	Posición Axial (medido desde el agitador en cm)
R1	0.5	2
R2	2.6	2
R3	4.75	2
Z1	3.75	2
Z2	3.75	4.5
Z3	3.75	7

Las muestras se tomaron cada 2 minutos comenzando con la primera muestra al primer

minuto de haber iniciado la prueba, esto con el fin de asegurar que el régimen del fluido en el recipiente sea estacionario, después de un minuto de haber tomado cada muestra se ajustó el ángulo de inclinación, θ_i , posteriormente se dejó pasar un minuto y se tomó la siguiente muestra, el procedimiento se repite hasta que se tomó la muestra correspondiente a 90° de inclinación en las paletas. En la Figura 3.6 se muestra el algoritmo establecido para el cambio de paso.

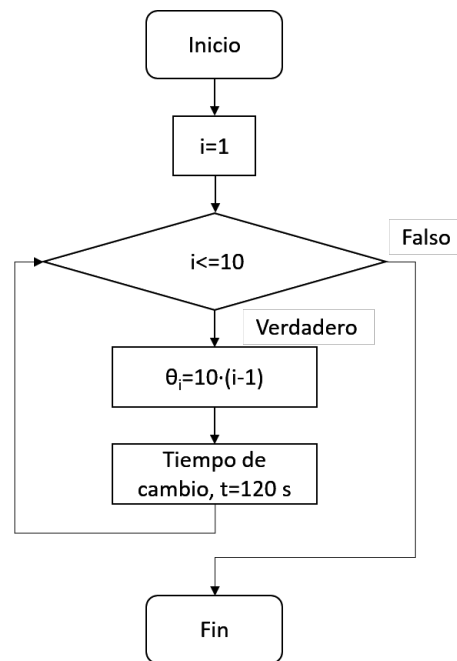


Figura 3.6: Algoritmo para el cambio de paso en pruebas de dispersión.

Las muestras tomadas durante el experimento se filtraron y se pesaron, utilizando la ecuación (3.1) para la determinación de la concentración de sólidos suspendidos.

Asimismo, los cristales obtenidos en cada muestra se colocaron en viales y se añadió aceite de canola hasta el 100% de su capacidad, esto con el fin de determinar la velocidad de sedimentación y el número de partículas de cada muestra (Figura 3.7).

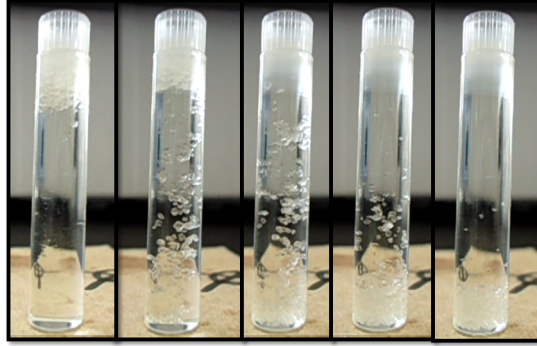


Figura 3.7: Pruebas para la obtención de la velocidad de sedimentación de las muestras de dispersión.

3.1.4 Determinación del efecto del paso variable en la eficiencia de mezclado

Se determinó la desviación estandar (ecuación 3.5) para evaluar la dispersión que presentó el valor de C_p a lo largo del proceso de cristalización respecto al promedio (ecuación 3.4) de las mediciones, con el fin de identificar el efecto del cambio de paso en la estabilidad de la concentración de sólidos, debido a los cambios en las propiedades de la mezcla. Asimismo, en las pruebas trazador para la determinación de la dispersión de sólidos (ρ , μ y m_s constantes) se compararon las desviaciones de las muestras obtenidas a paso variable (Tabla 3.2), con el fin de evaluar el efecto de las propiedades de la fase fluida y el cambio de paso en la distribución de los sólidos.

$$C_{p,prom} = \frac{\sum_{i=1}^N (C_{p,i})}{N} \quad (3.4)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (C_{p,i} - C_{p,prom})^2}{N}} \quad (3.5)$$

3.2 Modelación

En el proceso de cristalización factores como la precipitación, aglomeración, crecimiento y agitación juegan un papel importante en el desarrollo adecuado de los cristales. Uno de los enfoques mayormente empleados para el modelado de sistemas de fase dispersa es basado en el concepto de Balances de Población, que se desarrolló hace unos 40 años (Hulburt & Katz, 1964). Desde entonces, un gran número de artículos se han publicados respecto a los diferentes métodos numéricos propuestos para la solución del conjunto de ecuaciones diferenciales parciales que describen la fenomenología del proceso de cristalización. Dentro de los factores principalmente estudiados se encuentra la distribución del tamaño del cristal favorecida por la interacción de procesos a microescala que se producen simultáneamente tales como nucleación, crecimiento de cristales, desgaste debido a colisiones con el agitador y aglomeración.

En este trabajo de tesis el proceso de cristalización se desarrolló en un sistema tipo tanque agitado sin baffles de geometría cilíndrica, en donde el grado de mezclado es modificado a través del cambio de paso en las paletas del agitador, dicha acción permite modificar los componentes del vector velocidad, con lo cual se logra la transición entre flujo axial y flujo angular.

Para desarrollar el modelo matemático, el cristalizador es considerado como un sistema conformado por dos fases: una fase líquida continua (L) y una fase sólida dispersa (S). La fase sólida dispersa consiste en una masa de partículas sólidas (cristales), cuya variación está definida principalmente por procesos difusionales, siendo la teoría de capa límite la que sustenta la descripción matemática de la resistencia a la transferencia de masa para el crecimiento del cristal. El mezclado axial y radial se caracteriza mediante el empleo de coeficientes de dispersión, en donde a diferencia de la difusión (Ley de Fick), la dispersión surge del movimiento convectivo del fluido.

Por otro lado, dado que el tiempo de residencia dentro del cristalizador (2-4 h) es mucho mayor que el tiempo de mezcla macroscópico (30-60 s), este puede ser considerado como un sistema idealmente mezclado, sin embargo, los cambios en el paso de la paleta provocan variaciones en la eficiencia de mezclado, ello implica la necesidad de determinar la funcionalidad de los coeficientes de dispersión respecto al cambio de paso en las paletas del agitador.

La solución de las ecuaciones diferenciales parciales que consituyen el modelo en este trabajo

de tesis se lleva a cabo en dos pasos: el problema de valor de frontera se resuelve utilizando diferencias finitas, como método de discretización; mientras que el problema de valor inicial resultante se resuelve utilizando un como integrador Runge-Kutta-Fehlberg (RKF). Para ello se realizó la programación del algoritmo en Matlab R2012b.

En la Figura 3.8 se muestran los elementos del sistema de estudio.

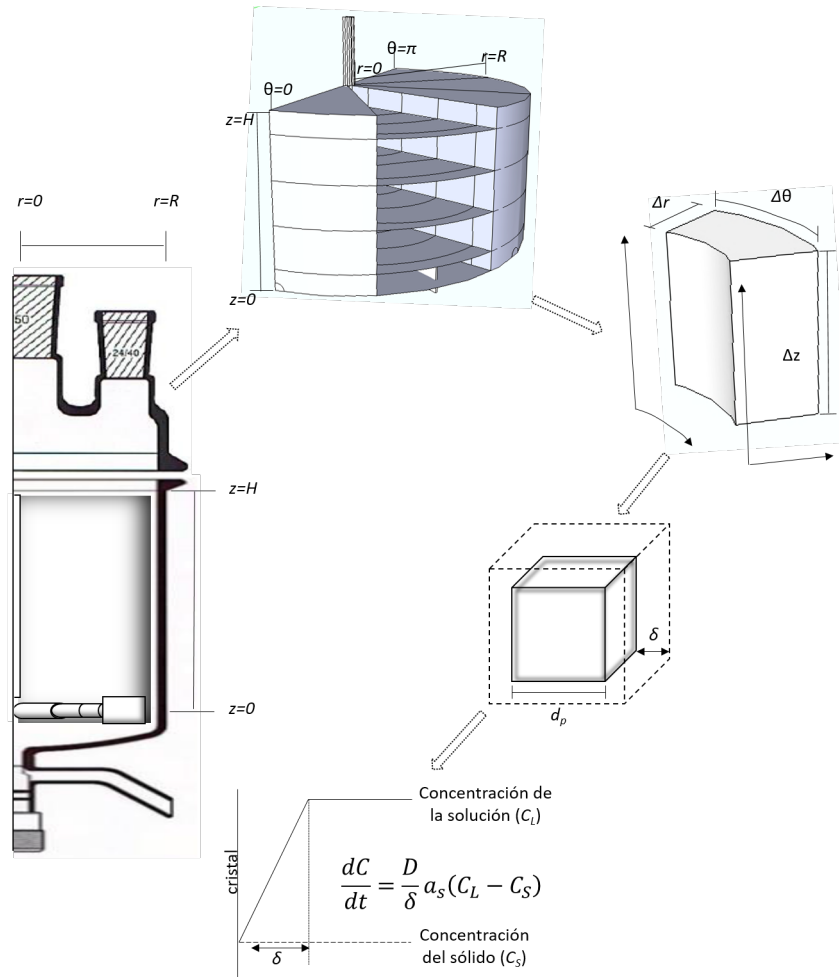


Figura 3.8: Representación del sistema de cristalización.

Para el desarrollo del modelo se contemplaron las siguientes consideraciones:

1. Al aplicar el balance de masa al elemento diferencial de volumen, el transporte por convección está dado a través de dos superficies principales: área anular normal al flujo del fluido por acción de la rotación del agitador (transporte en dirección angular)

- y el área a lo largo del perímetro del anillo del elemento diferencial (transporte en dirección axial).
2. El transporte de masa debido a la dispersión es despreciable a lo largo de la superficie anular perpendicular al flujo debido a la rotación del agitador.
 3. El transporte de la fase sólida a través de las superficies del elemento diferencial está dado por los procesos de dispersión y convección, por lo que se presentan gradientes de concentración con respecto al tiempo y al espacio.
 4. La distribución de la fase dispersa en la fase líquida debida a la dispersión, esta dado por las componentes axial y radial.
 5. La fase líquida continua está perfectamente distribuida (mezclada) en cada elemento diferencial, por lo que los gradientes de concentración de soluto disuelto respecto al espacio son despreciables.
 6. Los cambios de presión con respecto a la posición (dentro del sistema) son despreciables.
 7. La variación de la velocidad de arrastre está dada por el cambio de paso en las paletas del agitador, así como por los cambios en la densidad y viscosidad de la mezcla.
 8. La variación de la velocidad angular en la dirección θ es despreciable.
 9. El coeficiente de dispersión varía con la altura, decreciendo a lo largo del reactor; y con respecto al radio la dispersión aumenta a lo largo del radio.
 10. El incremento de la masa de partículas sólidas en el sistema es debido a los procesos difusionales, mientras que la reducción es debida a los procesos de sedimentación.
 11. Los cristales formados son de geometría cúbica.
 12. La velocidad de formación de fase sólida esta limitada por el mecanismo de transporte de masa extrapartícula.
 13. El transporte del soluto involucra su desplazamiento desde el seno del líquido hasta la superficie de la partícula a través de la película que la rodea, caracterizada por el coeficiente global de transferencia de masa, k_L ; la difusión dentro de la capa límite, es descrita por el coeficiente de difusión, D_{AB} ; mientras que el espesor de la capa límite, δ , es afectada por el régimen de mezclado.

14. Existe una competencia o equilibrio entre el proceso de aglomeración y ruptura de sólidos por lo que la velocidad de formación de sólidos (cambio de fase) no se ve afectada por estos procesos.
15. La fuerza impulsora para el desarrollo de cristalización es la sobresaturación, la cual está determinada por la condición térmica del sistema.
16. La dinámica del proceso de cristalización puede ser descrita como la sucesión de estados cuasiestacionarios, limitados por la condición térmica del sistema.

Es así que tomando en cuenta las consideraciones anteriores, el modelo contempla los mecanismos de transporte solido-líquido, convección y dispersión. Los balances de masa que conforman el modelo de cristalización de muestran a continuación.

3.2.1 Balance de masa de la fase sólida

A partir de la ecuación de continuidad y las consideraciones anteriores, se propone el siguiente balance de masa para la fase sólida:

$$\begin{aligned}
 0 = D_j \left[\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial C_{p,i}}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 C_{p,i}}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 C_{p,i}}{\partial z^2} \right] \\
 - \left[v_\theta \frac{\partial C_{p,i}}{\partial \theta} + v_z \frac{\partial C_{p,i}}{\partial z} \right] + k_L a_s(t, d_p) \Delta C + G(C_p, T) \frac{\partial C_p}{\partial d_p} \quad (3.6)
 \end{aligned}$$

En donde D_j es el coeficiente de dispersión en la dirección j , en cm^2/s , T es temperatura en K, k_L es el coeficiente global de transferencia de masa entre la fase sólida y la fase líquida en cm/s , a_s es el área de la superficie de transferencia de masa sólido-líquido por volumen de sólido en cm^2/cm^3 , ε es porosidad, $C_{p,i}$ es concentración de la fase sólida de tamaño i y C_L es concentración del soluto en la fase líquida, g/cm^3 , $G(C_{p,i}, T)$ es la velocidad de integración de partículas, la cual es función de la concentración de la fase sólida y la temperatura, μ , es la viscosidad de la mezcla en $\text{g}/\text{cm}\cdot\text{s}$, v_r , v_θ y v_z corresponden a la velocidad radial, angular y axial, respectivamente, en cm/s , el término $\Delta C = C_{LS} - C_{Li}$ es la diferencia entre la concentración de la fase líquida sobresaturada y la concentración del soluto en la interfase sólido-líquido.

Debido a la consideración de estados cuasiestacionarios, el término $G(C_p, T) \frac{\partial C_p}{\partial d_p}$ se puede aproximar a la expresión mostrada en la ecuación (3.7).

$$G(C_p, T) \frac{\partial C_p}{\partial d_p} \approx k_r a_s(t, d_p) (C_{Li} - C_L) \quad (3.7)$$

El término correspondiente al transporte de masa por difusión y por integración emplea la concentración en la interfase sólido-líquido, C_{Li} ; debido a la dificultad de su medición, usualmente el término C_{Li} es eliminado al considerar la fuerza impulsora global del proceso, $(C_{LS} - C_{Li}) - (C_{Li} - C_L) = C_{LS} - C_L$, cuyo resultado es la diferencia entre la concentración de sobresaturación y la concentración de saturación de la solución, las cuales son de fácil medición.

En donde C_L se calculó a partir de la ecuación (3.15), C_L es la concentración del soluto en la interfase sólido-líquido, k_r corresponde a una constante de integración superficial, a_s es el área de la superficie de transferencia de masa sólido-líquido por volumen de sólido, la cual depende del tiempo y del diámetro de partícula, esta última definida a partir de la distribución del tamaño de partícula.

Combinando el proceso de difusión y el proceso de integración se llega a la siguiente ecuación

$$0 = D_j \left[\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial C_{p,i}}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 C_{p,i}}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 C_{p,i}}{\partial z^2} \right] - \left[v_\theta \frac{\partial C_{p,i}}{\partial \theta} + v_z \frac{\partial C_{p,i}}{\partial z} \right] + K_G (C_{LS} - C_L) \quad (3.8)$$

La solución de la ecuación (3.6) requiere de cinco condiciones frontera:

$$\begin{aligned} r = 0 & \quad \frac{dC_p}{dr} = 0 \\ r = R & \quad \frac{dC_p}{dr} = 0 \\ z = 0 & \quad D_z \frac{dC_p}{dz} = v_z (C_{ac} - C_p) \\ z = H & \quad \frac{dC_p}{dz} = 0 \\ \theta = 0 & \quad \frac{dC_p}{d\theta} = 0 \end{aligned}$$

Para la solución de la ecuación (3.6) se evaluó k_L mediante la ecuación (3.9) (Perry & Green, 1997; Bird *et al.*, 2002), a cada condición térmica del sistema.

$$k_L(T) = \frac{Sh(T) D_{AB}(T)}{dp} \quad (3.9)$$

En donde, el número de Sherwood (Sh), el coeficiente de difusión (D_{AB}), el número de Reynolds (Re), el número de Schmidt (Sc) y el número de Galilei (Ga), fueron evaluados a partir de las ecuaciones (3.10), (3.11), (3.12), (3.13) y (3.14) respectivamente.

$$Sh(T) = e Re(T)^a Ga(T)^b Sc(T)^c \left(\frac{\rho_s - \rho(T)}{\rho(T)} \right)^d \quad (3.10)$$

$$D_{AB}(T) = \frac{k_b T}{6\pi \mu(T) r_m} \quad (3.11)$$

$$Re(T) = \frac{d_p v_\theta \rho(T)}{\mu(T)} \quad (3.12)$$

$$Sc(T) = \frac{\mu(T)}{D(T) \rho(T)} \quad (3.13)$$

$$Ga(T) = \frac{d_p^3 \rho(T)^2 g}{\mu(T)^2} \quad (3.14)$$

En donde ρ_s y ρ son la densidad del sólido y del líquido, respectivamente, en g/cm^3 , D_{AB} es la difusividad en cm^2/s , r_m es el radio molecular en cm , k_b es la constante de Boltzmann y v_θ es la velocidad angular en cm/s .

Para la ecuación (3.10) se utilizaron los coeficientes propuestos por Ramírez (2014), los cuales se muestran en la Tabla 3.4.

Tabla 3.4: Parámetros para la ecuación de Sherwood.

Parámetro	Valor
a	0.023
b	0.300
c	0.306
d	0.282
e	0.090

La secuencia de cálculo del término correspondiente a la distribución del tamaño de partículas, $\frac{\partial C_p}{\partial d_p}$, se describe mas adelante.

3.2.2 Balance de masa de la fase líquida

Considerando que la fase líquida continua está perfectamente distribuida en el sistema, y que la pérdida de masa de soluto disuelto es debida a la transferencia de masa extrapartícula sólido-líquido, la ecuación de continuidad queda expresada como:

$$\frac{\partial C_L}{\partial t} = - \left(\frac{1 - \varepsilon}{\varepsilon} \right) \cdot k_L a_s(t, d_p) \Delta C - G(C_p, T) \frac{\partial C_p}{\partial d_p} \quad (3.15)$$

Para la solución de la ecuación (3.15) se empleó como condicion inicial:

$$t = 0 \quad C_L = C_{sat,80^\circ\text{C}}$$

3.2.3 Discretización del modelo.

La ecuación (3.8) se resolvió para cada posición nodal obteniendo un sistema de ecuaciones diferenciales, las cuales mediante la aplicación de métodos de discretización se obtiene un sistema de ecuaciones algebraicas, las cuales son resueltas mediante el método LU. Para ello la ecuación (3.8) se adimensionalizó obteniendo la siguiente expresión:

$$\begin{aligned} D_r \left[\frac{\partial^2 \bar{C}_p}{\partial \zeta^2} \right] + \frac{D_r}{\zeta} \left[\frac{\partial \bar{C}_p}{\partial \zeta} \right] + \frac{v_z R^2 D_z}{H^2 v_z} \left[\frac{\partial^2 \bar{C}_p}{\partial \xi^2} \right] - \frac{v_z R^2}{H} \left[\frac{\partial \bar{C}_p}{\partial \xi} \right] \\ - \frac{v_\theta R}{\zeta \eta} \left[\frac{\partial \bar{C}_p}{\partial \lambda} \right] = \frac{K_G a_s(t, d_p) R^2}{C_{p,max} C_{sat,80^\circ\text{C}}} (\bar{C}_L - \bar{C}_{LS}) \end{aligned} \quad (3.16)$$

Definiendo:

$$\zeta = \frac{r}{R} \quad \xi = \frac{z}{H} \quad \lambda = \frac{\theta}{\Lambda} \quad \bar{C}_p = \frac{C_p}{C_{p,max}} \quad \bar{C}_L = \frac{C_L}{C_{sat,80^\circ\text{C}}}$$

En donde R es el radio máximo, H la altura máxima, Λ el ángulo máximo, $C_{p,max}$ es la concentración máxima idealmente obtenida debido a la desaturación ($C_{sat,80^\circ\text{C}} - C_{T_{20}}$) y $C_{sat,80^\circ\text{C}}$ es la concentración de saturación a los 80°C .

Introduciendo a la ecuación (3.16) la aproximación por diferencias finitas centrales de la primera y segunda derivada, la expresión discretizada queda como:

$$\begin{aligned}
 & D_r \left[\frac{\bar{C}_{p,i+1,j,k} - 2\bar{C}_{p,i,j,k} + \bar{C}_{p,i-1,j,k}}{\Delta\zeta^2} \right] + \frac{D_r}{i\Delta\zeta} \left[\frac{\bar{C}_{p,i+1,j,k} - \bar{C}_{p,i-1,j,k}}{2\Delta\zeta} \right] \\
 & + \frac{v_z R^2 D_z}{H^2 v_z} \left[\frac{\bar{C}_{p,i,j+1,k} - 2\bar{C}_{p,i,j,k} + \bar{C}_{p,i,j-1,k}}{\Delta\xi^2} \right] - \frac{v_z R^2}{H} \left[\frac{\bar{C}_{p,i,j+1,k} - \bar{C}_{p,i,j-1,k}}{2\Delta\xi} \right] \\
 & - \frac{v_\theta R}{i\Delta\zeta\eta} \left[\frac{\bar{C}_{p,i,j,k+1} - \bar{C}_{p,i,j,k-1}}{\Delta\lambda} \right] = \varphi (\bar{C}_L - \bar{C}_{LS}) \quad (3.17)
 \end{aligned}$$

En donde:

$$\varphi = \frac{K_G a_s(t, d_p) R^2}{C_{p,max} C_{sat,80^\circ\text{C}}} \quad (3.18)$$

La ecuación (3.17) se resolvió mediante el método de descomposición LU, empleando 6 nodos para cada una de las coordenadas (radial, axial y angular), para lo cual se requirió reacomodar la expresión a la siguiente forma:

$$\begin{aligned}
 & a\bar{C}_{p,(i+1,j,k)} + b\bar{C}_{p,(i-1,j,k)} + c\bar{C}_{p,(i,j,k)} + d\bar{C}_{p,(i,j+1,k)} + e\bar{C}_{p,(i,j-1,k)} \\
 & + f\bar{C}_{p,(i,j,k+1)} + g\bar{C}_{p,(i,j,k-1)} = 0 \quad (3.19)
 \end{aligned}$$

En donde:

$$a = \left[\frac{D_r}{\Delta\zeta^2} + \frac{D_r}{2i\Delta\zeta^2} \right] \quad (3.20)$$

$$b = \left[\frac{D_r}{\Delta\zeta^2} - \frac{D_r}{2i\Delta\zeta^2} \right] \quad (3.21)$$

$$c = \left[-\frac{2D_r}{\Delta\zeta^2} - \frac{2v_z R^2}{H P e_z \Delta\zeta^2} - k_L a_s R^2 \right] \quad (3.22)$$

$$d = \left[\frac{v_z R^2}{HPe_z \Delta \xi^2} - \frac{v_z R^2}{2H \Delta \xi} \right] \quad (3.23)$$

$$e = \left[\frac{v_z R^2}{HPe_z \Delta \xi^2} + \frac{v_z R^2}{2H \Delta \xi} \right] \quad (3.24)$$

$$f = \left[-\frac{v_\theta R}{2i \Delta \zeta \Delta \lambda \eta} \right] \quad (3.25)$$

$$g = \left[\frac{v_\theta R}{2i \Delta \zeta \Delta \lambda \eta} \right] \quad (3.26)$$

$$Pe_z = \frac{v_z H}{D_z} \quad (3.27)$$

3.2.4 Balance de movimiento

Debido a que el cambio de paso en las paletas del agitador afecta directamente la dirección y la magnitud del vector velocidad, se planteó el balance de movimiento para el sistema de estudio mostrado en la Figura 3.9.

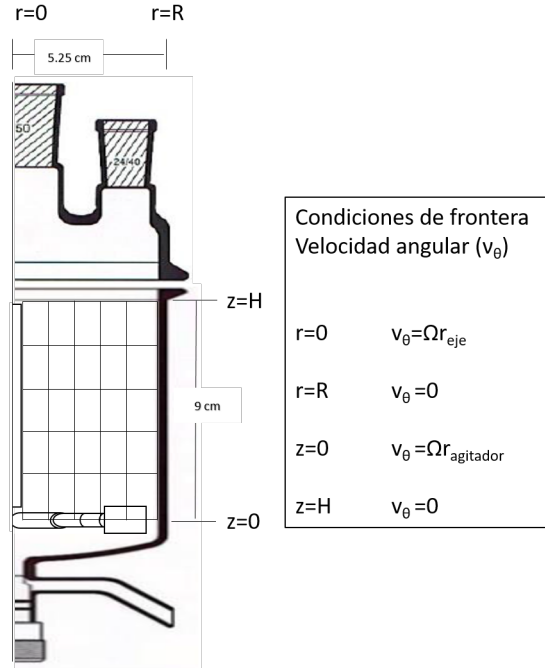


Figura 3.9: Sistema de estudio y condiciones frontera para la velocidad angular.

A partir de la ecuación de velocidad angular (3.28)(Morrison, 2013):

$$\rho \left(\frac{\partial v_\theta}{\partial t} + v_r \frac{\partial v_\theta}{\partial r} + \frac{v_\theta}{r} \frac{\partial v_\theta}{\partial \theta} + v_z \frac{\partial v_\theta}{\partial z} \right) =$$

$$-\frac{1}{r} \frac{\partial p}{\partial \theta} + \mu \left(\frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{1}{r} \frac{\partial (rv_\theta)}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 v_\theta}{\partial \theta^2} + \frac{2}{r^2} \frac{\partial v_r}{\partial \theta} + \frac{\partial^2 v_\theta}{\partial z^2} \right) + \rho g_\theta \quad (3.28)$$

Se introducen las siguientes consideraciones: la velocidad en dirección radial es despreciable debido a la falta de baffles, no hay cambio en la velocidad angular en la dirección θ , no hay gradientes de presión en la dirección θ , el sistema se comporta como un proceso cuasiestacionario, se obtiene la ecuación (3.29).

$$\frac{\partial^2 v_\theta}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial v_\theta}{\partial r} - \frac{v_\theta}{r^2} + \frac{\partial^2 v_\theta}{\partial z^2} - \frac{\rho v_z}{\mu} \frac{\partial v_\theta}{\partial z} = 0 \quad (3.29)$$

Para la solución de la ecuación (3.29) se emplearon las siguientes condiciones de frontera:

$$r = 0 \quad v_\theta = v_{eje}$$

$$\begin{aligned}
 r = R & & v_{\theta} &= 0 \\
 z = 0 & & v_{\theta} &= v_{ag} \\
 z = H & & v_{\theta} &= 0
 \end{aligned}$$

En donde v_{eje} y v_{ag} corresponden a la velocidad del eje y la velocidad del agitador respectivamente. Estas velocidades se calcularon utilizando la velocidad de rotación (Ω) multiplicada por la posición radial, a lo largo de la paleta del agitador.

$$\Omega = \frac{2\pi}{60} rpm \quad (3.30)$$

$$v_{ag} = \Omega r_{ag} \quad (3.31)$$

$$v_{eje} = \Omega r_{eje} \quad (3.32)$$

Discretizando la ecuación (3.29) se obtiene:

$$\begin{aligned}
 & \left[\frac{v_{\theta i+1,j} - 2v_{\theta i,j} + v_{\theta i-1,j}}{\Delta r^2} \right] + \frac{1}{i\Delta r} \left[\frac{v_{\theta i+1,j} - v_{\theta i-1,j}}{2\Delta r} \right] - \frac{v_{\theta i,j}}{i^2 \Delta r^2} \\
 & + \left[\frac{v_{\theta i,j+1} - 2v_{\theta i,j} + v_{\theta i,j-1}}{\Delta z^2} \right] - \frac{\rho v_z}{\mu} \left[\frac{v_{\theta i,j+1} - v_{\theta i,j-1}}{2\Delta z} \right] = 0
 \end{aligned} \quad (3.33)$$

La ecuación (3.33) se resolvió mediante el método LU, empleando 6 nodos para cada una de las coordenadas (radial y axial), para lo cual se requirió reacomodar la expresión a la siguiente forma:

$$av_{\theta,(i+1,j)} + bv_{\theta,(i-1,j)} + cv_{\theta,(i,j)} + dv_{\theta,(i,j+1)} + ev_{\theta,(i,j-1)} = 0 \quad (3.34)$$

En donde:

$$a = \left[\frac{1}{\Delta r^2} + \frac{1}{2i\Delta r^2} \right] \quad (3.35)$$

$$b = \left[\frac{1}{\Delta r^2} - \frac{1}{2i\Delta r^2} \right] \quad (3.36)$$

$$c = \left[\frac{-2}{\Delta r^2} - \frac{1}{i^2 \Delta r^2} - \frac{2}{\Delta z^2} \right] \quad (3.37)$$

$$d = \left[\frac{1}{\Delta z^2} - \frac{\rho v_z}{2\mu \Delta z} \right] \quad (3.38)$$

$$e = \left[\frac{1}{\Delta z^2} + \frac{\rho v_z}{2\mu \Delta z} \right] \quad (3.39)$$

Con respecto al vector de velocidad en la dirección z (v_z), este cambia su magnitud debido al cambio en la inclinación de las paletas del agitador (Figura 3.10); por lo tanto, cuando la paleta tenga un ángulo de cero grados de inclinación la magnitud de v_z será de cero e irá aumentando conforme el ángulo aumente, llegando a un valor máximo cuando las paletas del agitador estén en 45° .

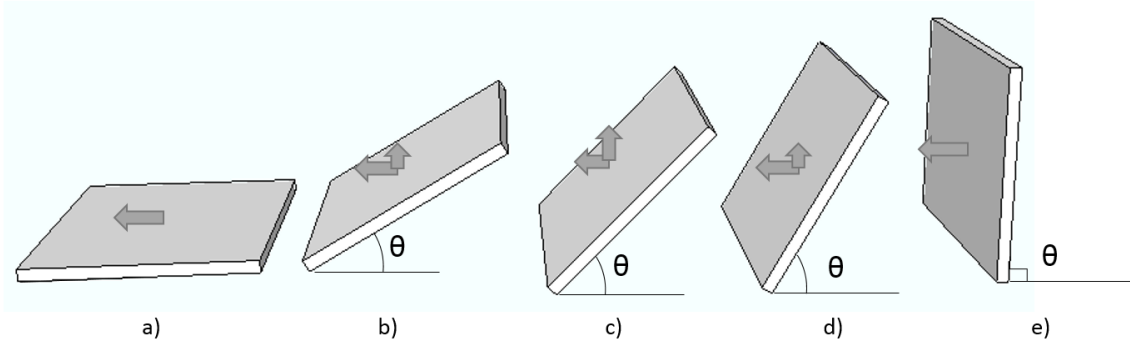


Figura 3.10: Vector de velocidad correspondiente al ángulo de inclinación de las paletas: (a) $\theta = 0^\circ$; (b) $\theta = 30^\circ$; (c) $\theta = 45^\circ$; (d) $\theta = 60^\circ$; (e) $\theta = 90^\circ$.

Para la velocidad v_z se utilizó la ecuación (3.40).

$$v_z = v_{ax} - v_t \quad (3.40)$$

En donde v_{ax} está definida por la ecuación (3.41) la cual fue obtenida a partir de pruebas experimentales (pruebas trazador) y v_t es la velocidad de sedimentación calculada a partir de la ecuación (3.42).

$$v_{ax} = \begin{cases} v_{agitador} \left[1 - \frac{\Delta z}{H}\right] \sin(\theta) & \theta \leq 45^\circ \\ v_{agitador} \left[1 - \frac{\Delta z}{H}\right] \cos(\theta) & \theta > 45^\circ \end{cases} \quad (3.41)$$

$$v_t = \left(\frac{4d_p(\rho_s - \rho_l)g}{3\rho_l C_D} \right)^{0.5} \quad (3.42)$$

3.2.5 Modelo de dispersión

Para determinar la expresión de los coeficientes de dispersión en función del cambio de paso en las paletas a partir de las pruebas trazador, se partió de la ecuación (3.43). Para ello se consideró que no hubo crecimiento ni dilución de cristales, y que la densidad de la fase continua es constante, esto debido a que en las pruebas experimentales desarrolladas para la determinación de los coeficientes de dispersión, no involucró crecimiento ni formación de los cristales. Por lo que los gradientes de concentración son únicamente debidos a transporte de masa por convección y por dispersión.

$$\frac{\partial C_{p,i}}{\partial t} = D_j \left[\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial C_{p,i}}{\partial r} \right) + \frac{\partial^2 C_{p,i}}{\partial z^2} \right] - \left[v_z \frac{\partial C_{p,i}}{\partial z} + v_\theta \frac{1}{r} \frac{\partial C_{p,i}}{\partial \theta} \right] \quad (3.43)$$

La aplicación de la ecuación 3.43 a las pruebas experimentales requirió introducir la consideración de estado estacionario, por lo que el término $\frac{\partial C_{p,i}}{\partial t}$ se iguala a cero (ecuación 3.44).

$$0 = D_j \left[\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial C_{p,i}}{\partial r} \right) + \frac{\partial^2 C_{p,i}}{\partial z^2} \right] - \left[v_z \frac{\partial C_{p,i}}{\partial z} + v_\theta \frac{1}{r} \frac{\partial C_{p,i}}{\partial \theta} \right] \quad (3.44)$$

El ajuste se realizó por mínimos cuadrados, empleando el programa Matlab para la solución de la ecuación (3.44). Posteriormente los parámetros obtenidos se emplearon en la ecuación (3.43) para desarrollar la simulación del proceso de mezclado a paso variable.

3.2.5.1 Coeficientes de Dispersión

Para determinar los coeficientes de dispersión se empleó el método propuesto por Fogler (2008), en donde la distribución del diámetro de partícula en cada muestra obtenida, se determinó a partir de la ecuación (3.45).

$$E(dp) = \frac{C(dp)}{\int_0^{\infty} C(dp)dp} \quad (3.45)$$

A partir de $E(dp)$ (distribución del diámetro de partícula) se calculó el diámetro promedio de partícula, dp_m , y la varianza, σ^2 , mediante la ecuación (3.46) y (3.47), respectivamente.

$$dp_m = \int_0^{\infty} dp E(dp) dp \quad (3.46)$$

$$\sigma^2 = \int_0^{\infty} (dp - dp_m)^2 E(dp) dp \quad (3.47)$$

Teniendo los valores del diámetro promedio de partícula y la varianza, se procedió a calcular el número de Peclet a partir de la ecuación (3.48), la cual se resolvió para Pe.

$$\frac{\sigma^2}{dp_m^2} = \left(\frac{2}{Pe} \right) (Pe - 1 + \exp^{-Pe}) \quad (3.48)$$

En la ecuación (3.49), v_j corresponde a la velocidad en el nodo j , L es la longitud característica y D_j es el coeficiente de dispersión en el nodo j .

$$Pe = \frac{v_j L}{D_j} \quad (3.49)$$

El coeficiente de dispersión se obtiene a partir de la ecuación ecuación (3.49).

3.2.6 Diámetro de partícula y velocidad de sedimentación

A partir de la velocidad de sedimentación obtenida experimentalmente, se determinó el diámetro de partícula a partir de la expresión (3.50) (Jones, 2002; Richardson & Zaki, 1997).

$$dp = \frac{3v_t^2 \rho_l C_D}{4(\rho_s - \rho_l)g} \quad (3.50)$$

En donde g , es la constante de gravedad en cm/s^2 , ρ_s y ρ_l , son la densidad del sólido y densidad del líquido respectivamente en g/cm^3 .

En la ecuación (3.50) el término C_D se conoce como coeficiente de arrastre el cual es función del número de Reynolds (ecuación 3.51)(Perry & Green, 1997; Morrison, 2013). Para $0.1 < Re_p < 1000$ se utiliza la ecuación (3.52) (Morrison, 2013).

$$Re_p = \frac{d_p v_t \rho_l}{\mu} \quad (3.51)$$

$$C_D = \left(\frac{24}{Re_p} \right) (1 + 0.14 Re_p^{0.70}) \quad (3.52)$$

Debido a que Re_p y C_D dependen de d_p y v_t , se desarrolló la secuencia de cálculo que se describe en la Figura 3.11 para determinar el diámetro de partícula teórico correspondiente a la velocidad de sedimentación de cada muestra.

A partir de la velocidad de sedimentación obtenida experimentalmente y el cálculo de las propiedades de la fase líquida (densidad y viscosidad), se propone un diámetro de partícula inicial. Posteriormente se calcula el número de Reynolds con la ecuación (3.51), el cual se utilizó para el cálculo del coeficiente de arrastre. Finalmente se calcula un nuevo diámetro de partícula con la ecuación (3.50); el resultado se compara con el diámetro propuesto, si la diferencia es menor a 0.001, el diámetro de partícula es el correspondiente a la velocidad de sedimentación experimental, en caso contrario el nuevo diámetro de partícula se establece como el propuesto y se vuelven a realizar los cálculos. La secuencia de cálculo descrita se empleó en el lazo de control retroalimentado para el cálculo de la velocidad terminal de las partículas a lo largo del proceso de cristalización.

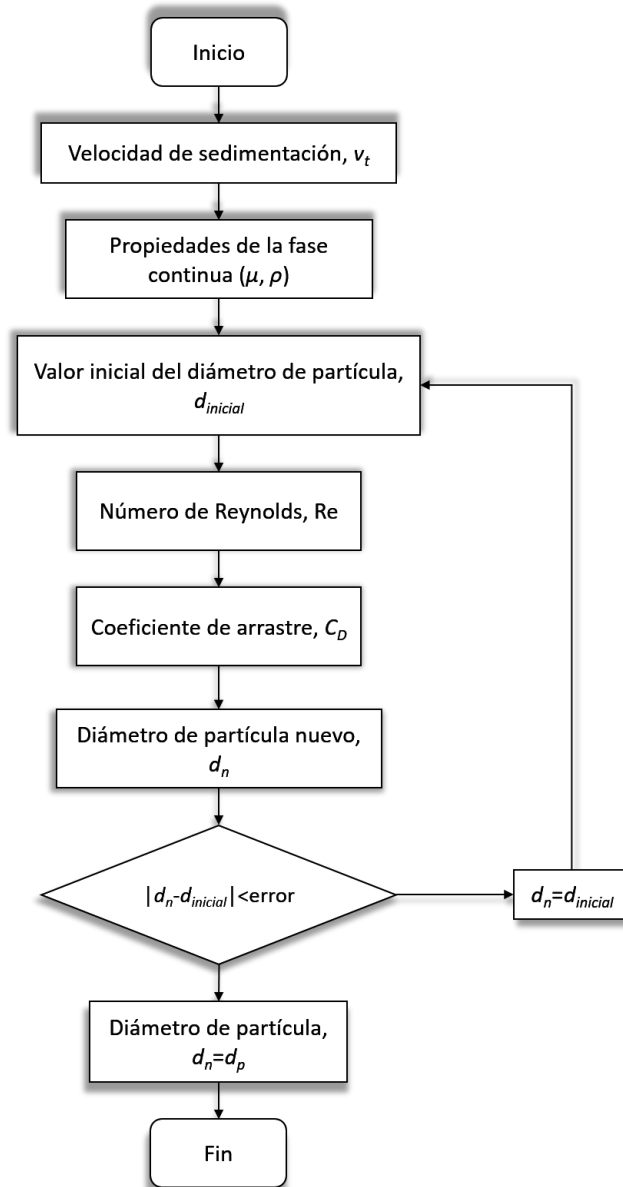


Figura 3.11: Algoritmo para el cálculo del diámetro de partícula.

3.2.7 Número de partículas

Para el cálculo del número de partículas se desarrolló la secuencia de cálculo descrita en la Figura 3.12.

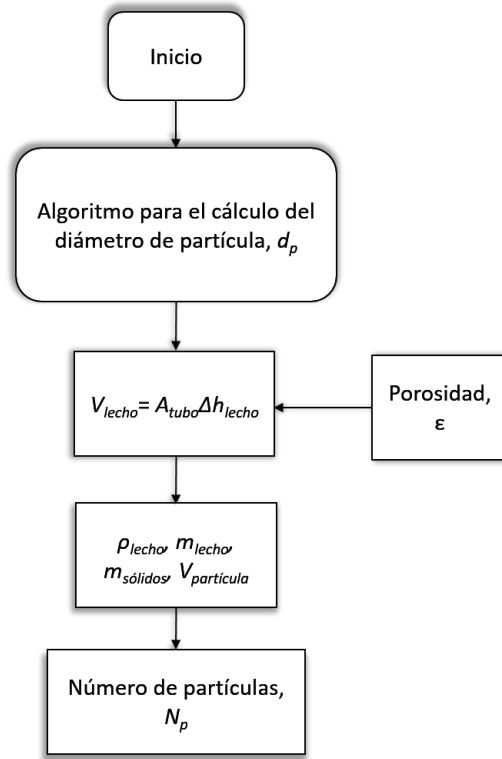


Figura 3.12: Algoritmo para el cálculo del número de partículas teórico.

Para el cálculo del volumen del lecho se empleó la ecuación (3.53). Para el cálculo de la porosidad se utilizó la ecuación (3.54), en donde se utilizó el volumen real y el volumen aparente del lecho, ecuación (3.55 y 3.56) respectivamente.

$$V_{lecho} = A_{tran} \Delta h_{lecho} \quad (3.53)$$

$$\varepsilon = 1 - \frac{V_{real}}{V_{ap}} \quad (3.54)$$

$$V_{real} = \frac{m_s}{\rho_s} \quad (3.55)$$

$$V_{ap} = h_{lecho} A_{tran} \quad (3.56)$$

Con la porosidad y con las densidades del sólido y el líquido, se calculó la densidad del

lecho mediante la ecuación (3.57); posteriormente se calculó la masa del lecho y la masa de los sólidos totales, ecuación (3.58 y 3.59) respectivamente. El volumen total de partículas sólidas en el lecho se determinó mediante la ecuación (3.60), mientras que el volumen de una partícula se determinó mediante la ecuación (3.61). Para la obtención del número de partículas se empleó la ecuación (3.62).

$$\rho_{lecho} = \rho_l \varepsilon + \rho_s (1 - \varepsilon) \quad (3.57)$$

$$m_{lecho} = V_{lecho} \rho_{lecho} \quad (3.58)$$

$$m_s = m_{lecho} (1 - \varepsilon) \quad (3.59)$$

$$V_s = \frac{m_s}{\rho_s} \quad (3.60)$$

$$V_{p,i}(d_{p,i}) = (d_{p,i})^3 \quad (3.61)$$

$$N_{p,i} = \frac{V_s}{V_{p,i}(d_{p,i})} \quad (3.62)$$

El número de partículas calculado corresponde a la concentración de partículas obtenida en cada muestra tomada a los diferentes ángulos y posiciones dentro del reactor.

3.3 Desarrollo del lazo de control

Para la construcción del sistema de control, se empleó un sensor de temperatura, el cual funciona como elemento primario de control y transmisor. El sensor toma la lectura de temperatura de la solución y la convierte en una señal digital la cual es enviada a la tarjeta Arduino Mega 2560. La tarjeta Arduino se emplea como microcontrolador del proceso, en donde se recibe la señal digital del sensor. A través de la interacción entre Arduino y Labview, se desarrolla la interfase para la visualización y registro de la temperatura del

proceso. Una vez obtenida la temperatura, ésta se envía a Labview la cual es usada para resolver los balances de masa para la fase líquida, la fase sólida y el balance de movimiento mediante el empleo de MathScript Node en donde se desarrolló el código en Matlab para la solución del modelo del proceso de cristalización. La solución de estos balances genera como respuesta la concentración de sólidos presentes en el sistema, la cual es comparada con la concentración deseada (set point), a partir de la cual se genera el error que será introducido en el controlador. Una vez generada la acción del controlador, esta se envía al servomotor, el cual es controlado mediante la interfase entre Labview y Matlab en donde a través de una señal digital se establece la posición del servomotor para generar la rotación de las paletas del agitador (0 a 90°). El servomotor hace la función de elemento final de control, el cual al realizar el cambio de la inclinación de las paletas modifica el régimen del fluido dentro del recipiente. Dicha inclinación es la variable a manipular en el proceso.

En la Figura 3.13 se muestra una representación del sistema de control propuesto.

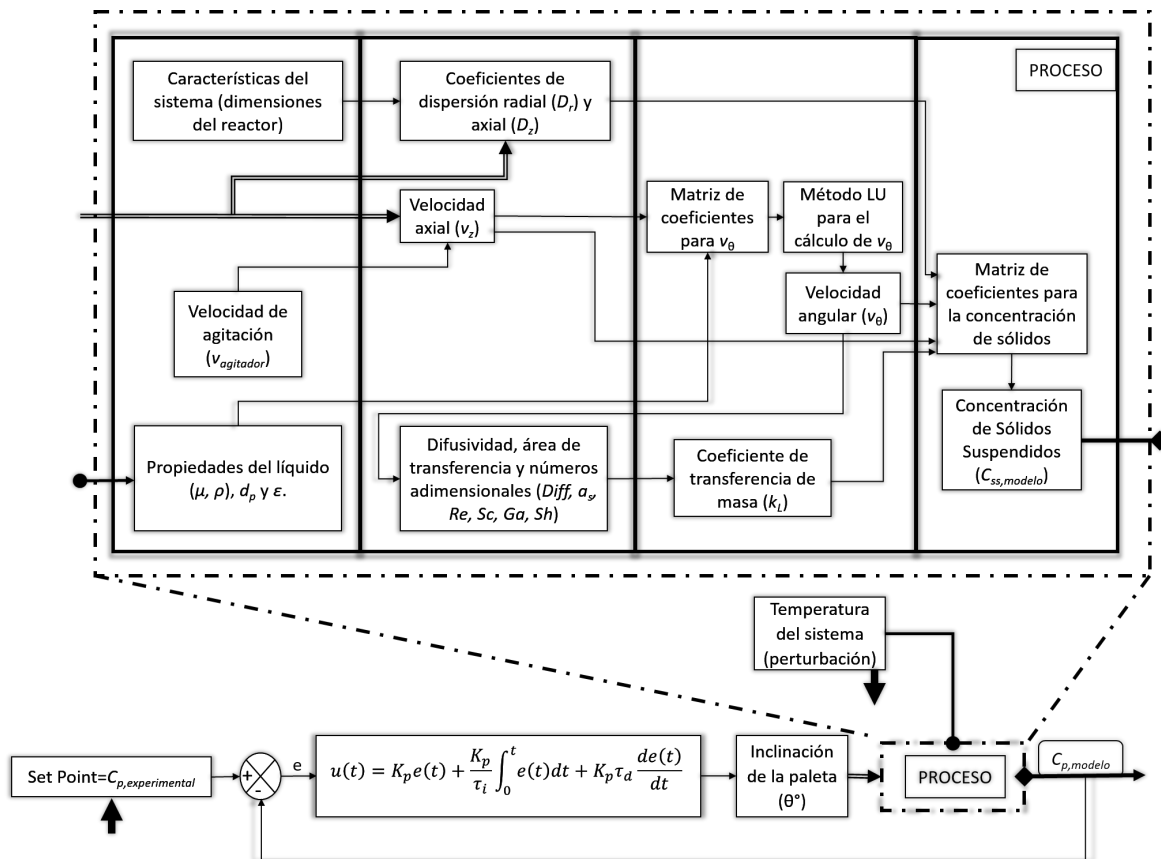


Figura 3.13: Representación del sistema de control.

3.3.1 Acoplamiento de sensores y programación

Una etapa importante en el desarrollo de este trabajo de tesis fué la selección, calibración y programación de los elementos de control, el cual se realizó en Labview y Arduino. En la Tabla 3.5 se muestran los dispositivos seleccionados para la construcción del lazo de control. El acoplamiento y programación de los elementos de control forman parte de los resultados de este trabajo de tesis.

Tabla 3.5: Características de dispositivos utilizados.

Nombre	Función	Rango de Operación
Sensor de temperatura digital DS18B20	Elemento primario y transmisor	-55°C a +125°C
Arduino Mega 2560	Microcontrolador	5 V
Servomotor TowerPro MG995	Elemento final	180° de rotación
Motor a pasos Nema 17	Rotación del eje	1.8°/pasos, 200 pasos/rev
Tarjeta controladora de motor a pasos a4988	Driver de Nema 17	8 V y 35 V

En la Figura 3.14 se muestra el diagrama del sistema de control retroalimentado acoplado al proceso de cristalización.

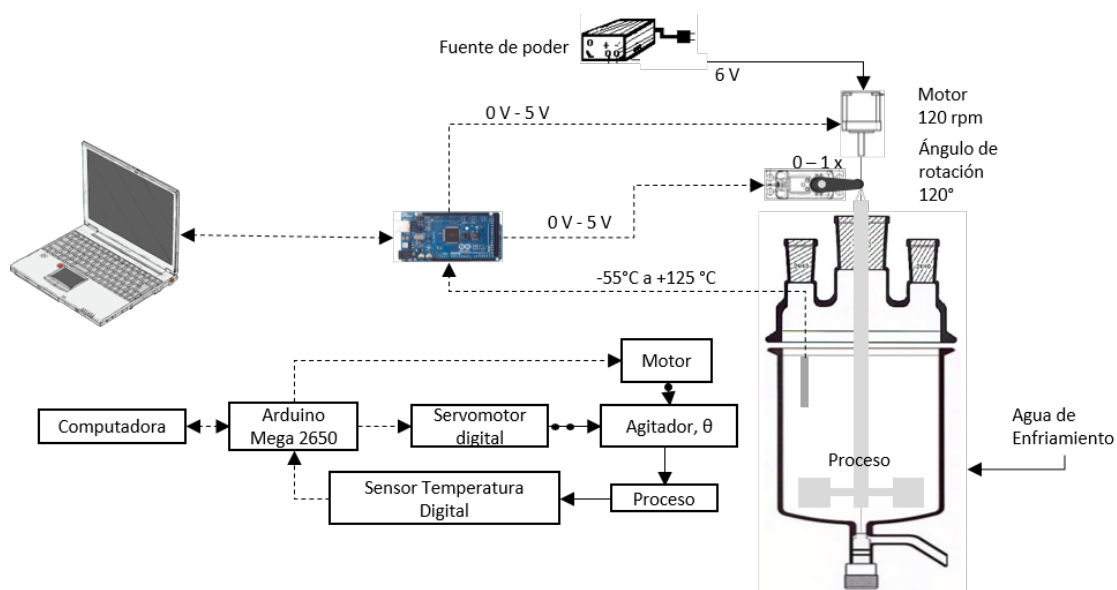


Figura 3.14: Sistema de control del proceso de cristalización.

3.3.2 Sintonización

Para la sintonización, la línea base de los parámetros de control se designó a partir de las reglas empíricas de sintonización (Svrcek *et al.*, 2014) debido a que estas indican los valores típicos designados en los procesos.

Dentro de las reglas de sintonización se encuentran aquellas aplicadas para el control de flujo y temperatura. Para el control de flujo es común el empleo de control proporcional, P, manejando una ganancia baja en el controlador. Para mejorar la precisión de este sistema se suele emplear un controlador PI utilizando una ganancia baja y una acción integral alta. Cabe mencionar que la acción derivada no se utiliza en este tipo de procesos, debido a que los bucles de flujo típicamente presentan una dinámica muy rápida y la medición de flujo es intrínsecamente ruidosa. En el caso de los controladores de temperatura las respuestas dinámicas del proceso suelen ser lentas, por lo que en este tipo de procesos se utiliza el control PID. Los valores típicos de los parámetros de control de flujo y temperatura se muestran en la siguiente Tabla:

Tabla 3.6: Parámetros típicos de control.

Variable	Parámetros de control		
	K_p	T_i	T_d
Flujo	0.4-0.65	0.1 min	0
Temperatura	2-10	2-10 min	0-5 min

Los datos mostrados en la Tabla 3.6 se utilizaron como rango de trabajo para definir el valor inicial de los parámetros del controlador.

A partir del comportamiento de los datos experimentales obtenidos por Ramírez (2014) y los obtenidos en este trabajo de tesis, se aplicó el método de sintonización basado en la curva de reacción. Este método de sintonización es uno de los más utilizados para identificar modelos dinámicos y se ha demostrado que proporciona valores adecuados para diversas aplicaciones (Burns, 2001). El método consiste en generar una curva de reacción del proceso ante una perturbación (temperatura, set point (t), cambio de paso).

Para generar la curva de reacción se introduce la perturbación al proceso y se registra la reacción de la variable de proceso (C_p) permitiendo que este alcance el estado estacionario o lo mas cerca posible al estado estacionario.

En la Figura 3.15a se muestra la curva típica de reacción para un proceso genérico de autorregulación. El término autorregulación se refiere a un proceso en el que la variable controlada vuelve a un valor estable sin intervención externa (variable a manipular).

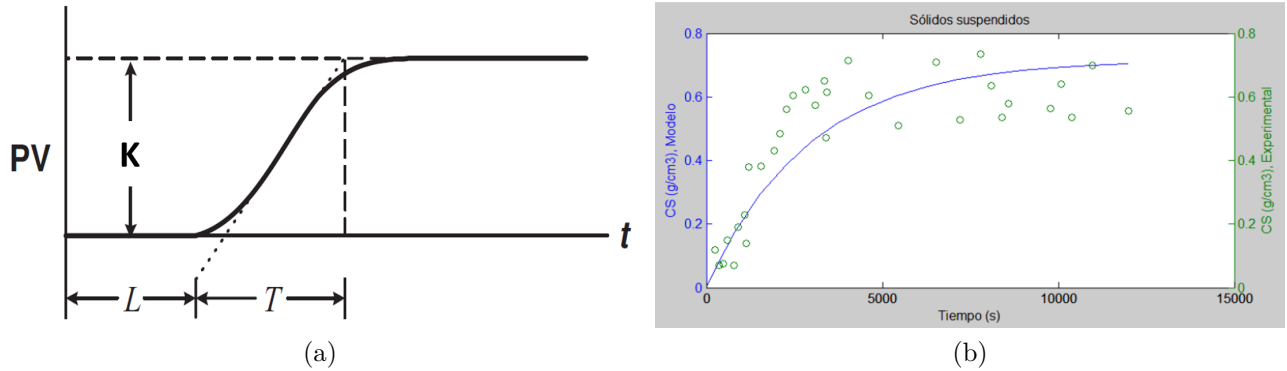


Figura 3.15: (a) Curva típica de reacción. (b) Curva generada por Ramírez (2014).

Los parámetros que se obtienen a partir de la curva de reacción del proceso son:

- Tiempo de retardo (L) en minutos
- Constante tiempo (T) en minutos
- Perturbación (P) en %
- Cambio de variable de proceso en respuesta a la perturbación (K) en %
- Velocidad de reacción ($N = \frac{K}{T}$) en %/min

Como se observa en la Figura 3.15a, mediante la intersección de línea tangente del punto de inflexión de la curva (correspondiente al 50% de la ganancia de la variable respuesta del proceso) con el eje de las abscisas se ubica el L , la intersección de la línea tangente con la línea correspondiente a la fase estable permite ubicar T . En la Figura 3.15b se muestra la curva generada por Ramírez (2014) cuyo comportamiento representa una curva con forma de S.

A partir de los datos obtenidos de la curva de reacción se determinaron los parámetros del lazo de control mediante las fórmulas mostradas en la Tabla 3.7.

Tabla 3.7: Reglas de sintonización de Ziegler-Nichols (Svrcek *et al.*, 2014).

Tipo de controlador	K_p	T_i	T_d
P	$\frac{P}{NL}$	∞	0
PI	$0.9\frac{P}{NL}$	$\frac{L}{0.3}$	0
PID	$1.2\frac{P}{NL}$	$2L$	$0.5L$

4 Resultados y Conclusiones

4.1 Parte experimental

4.1.1 Pruebas de cristalización

En la Figura 4.1a se muestra la concentración de sólidos suspendidos obtenidos en el experimento PC45 en la cual se observa una reducción en la concentración antes de los 4000 segundos, se infiere que este fenómeno es provocado por la precipitación de los sólidos como consecuencia del incremento del tamaño de las partículas. En la Figura 4.1b se muestra la concentración de sólidos suspendidos obtenidos en el experimento PC90 en donde se observa un comportamiento similar al presentado por los datos del experimento PC45, sin embargo la precipitación ocurre después de los 4000 segundos, se infiere que esto ocurre debido a que en el experimento PC90 el área de ataque del agitador es mayor que en el experimento PC45. La fuerza de arrastre en la dirección axial es mayor en PC45 en comparación con PC90, por lo que la concentración máxima de sólidos suspendidos es mayor y se mantiene por más tiempo en PC45. En la Figura 4.1b la producción de sólidos presenta una fase de retardo mayor que la presentada en la Figura 4.1a, lo cual evidencia el efecto de la velocidad en la formación de sólidos principalmente al inicio en donde predomina la nucleación, dicho resultado es comparable con lo reportado por Newman (2001) en donde establece que la velocidad de agitación se presenta como un actuador sobre la velocidad de nucleación por lo que debe alcanzarse una velocidad mínima de agitación. Por lo cual se establece que velocidades de agitación bajas favorecen la nucleación ya que, la existencia de gradientes de concentración y temperatura provocan altas velocidades de nucleación.

En la Figura 4.1c se muestra la concentración de sólidos suspendidos obtenidos en el experimento PV45 y en la Figura 4.1d se muestra la concentración de sólidos suspendidos en el experimento PV90. En PV45, la concentración de sólidos se estabiliza más rápido que el de PV90, debido a que presenta por más tiempo la fuerza de arrastre en dirección axial en comparación con PV90, sin embargo, en este último se obtienen datos de concentración mayores. Se infiere que las altas concentraciones alcanzadas en PV90 son debido a que la fuerza de arrastre en la dirección axial permanece menos tiempo, favoreciendo la sobresaturación local propiciando la nucleación, ello implica un mayor número de partículas pequeñas propiciando una mayor área total disponible para el transporte de masa en comparación con PV45. De igual manera que las pruebas de paso constante, se observa el efecto generado por la velocidad de agitación al inicio con respecto a la formación de sólidos, no obstante, este efecto es menor comparado con los procesos de paso constante.

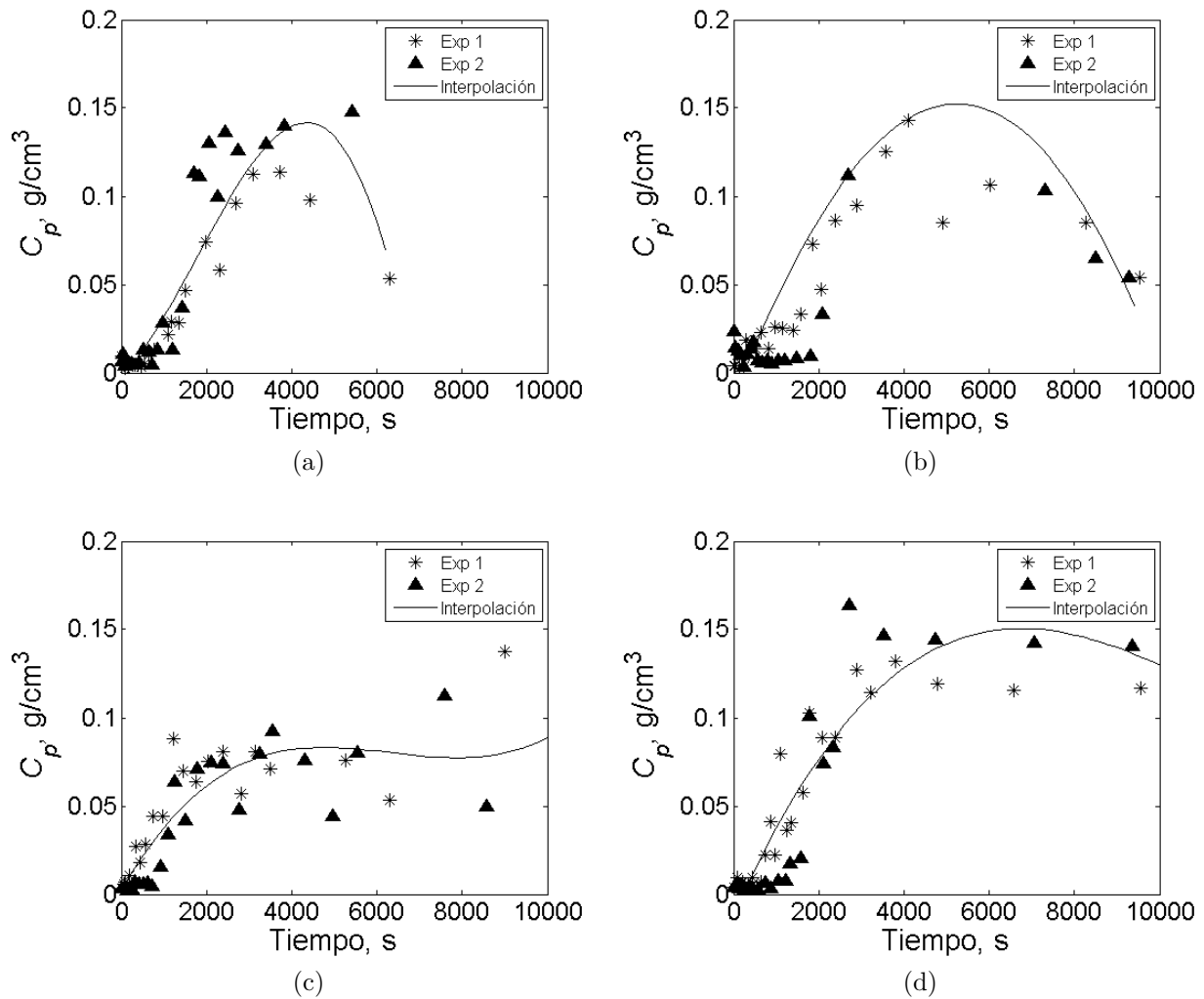


Figura 4.1: Pruebas de cristalización: (a) PC45, (b) PC90, (c) PV45, (d) PV90.

Para analizar el efecto del cambio de paso en la eficiencia de mezclado se determinó la desviación estandar (error) de la concentración de sólidos suspendidos con respecto a valor promedio a lo largo del proceso de cristalización, en cada uno de los experimentos. En la Figura 4.2 se muestra que los experimentos de paso constante (P45 y P90) presentan mayor error en comparación con los experimentos llevados a cabo a paso variable (PV45 y PV90). Con respecto a los experimentos de paso constante el mayor error se presentó en donde se obtuvo la máxima concentración, esto debido a la dificultad que presenta el sistema para mantener los sólidos suspendidos.

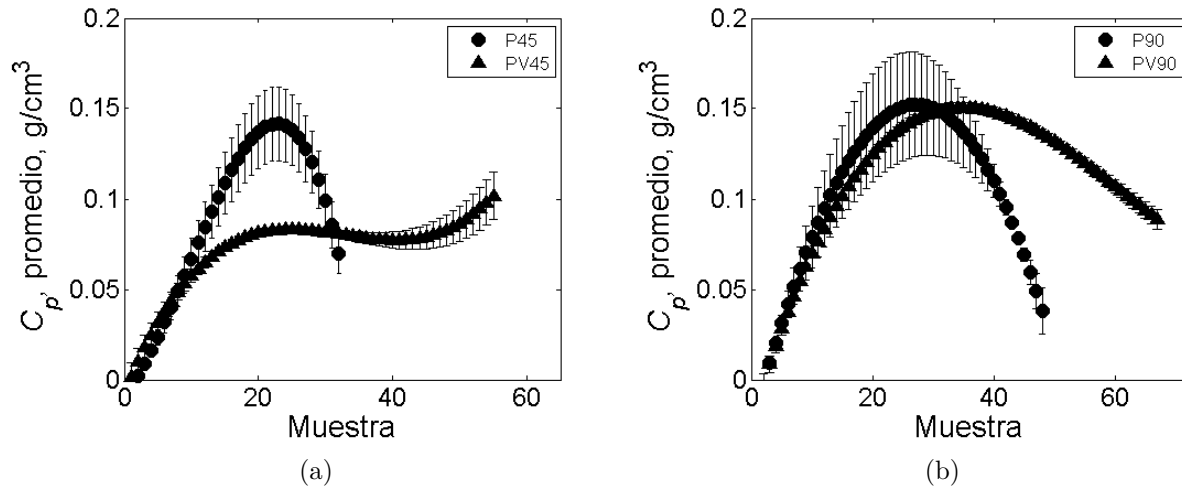


Figura 4.2: Pruebas de cristalización: (a) comparación de PC45 y PV45, (b) comparación de PC90 y PV90.

En la Figura 4.3 y 4.4 se muestra la comparación de la concentración de sólidos suspendidos reportados por Ramírez (2014), en donde el cambio de paso se llevó a cabo como función del cambio térmico, y los datos obtenidos en este trabajo de tesis para paso variable de $0-45^\circ$ (experimento PV45) y de $0-90^\circ$ (experimento PV90), en donde el cambio de inclinación de las paletas es función del tiempo (lazo de control abierto). Es evidente que el incremento del paso del agitador desde el inicio del experimento reduce la concentración de sólidos suspendidos, se puede observar en ambas Figuras que cuando el ajuste del paso se hace como función de la temperatura el rendimiento en la producción de sólidos suspendidos es mayor.

En la Figura 4.3 se observa que en ambos procedimientos de cambio de paso la concentración de sólidos suspendidos logra una fase estable, sin embargo, la velocidad de incremento en la concentración de sólidos es mayor cuando el cambio de paso se realizó como función de la temperatura.

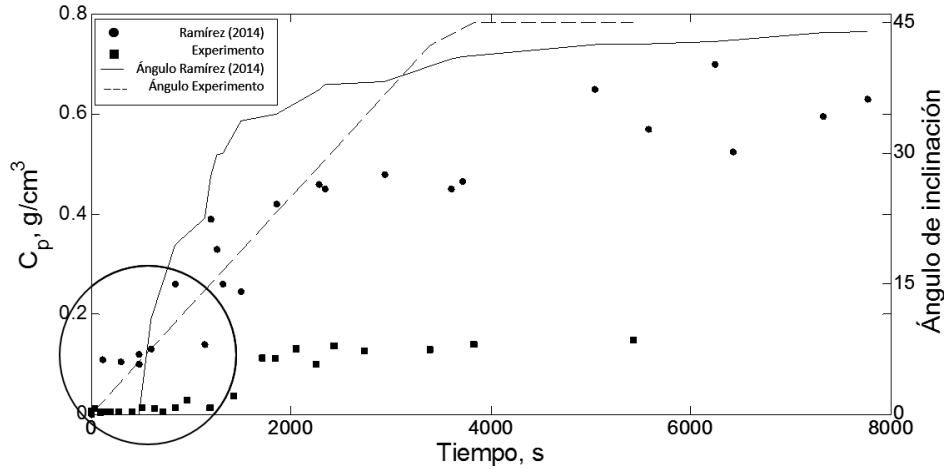


Figura 4.3: Efecto de la velocidad de cambio de paso durante el proceso de cristalización a paso variable de 0-45°.

En la Figura 4.4 se observa que cuando el cambio de paso se realizó como función de la temperatura, la concentración de sólidos suspendidos tiende a ser marginalmente estable. Por otro lado, cuando el cambio de paso se realizó como función del tiempo la concentración de sólidos tiende a disminuir cuando se ha alcanzado el máximo ángulo de inclinación (90°), esto es debido a que en esta posición la fuerza de arrastre axial es mínima.

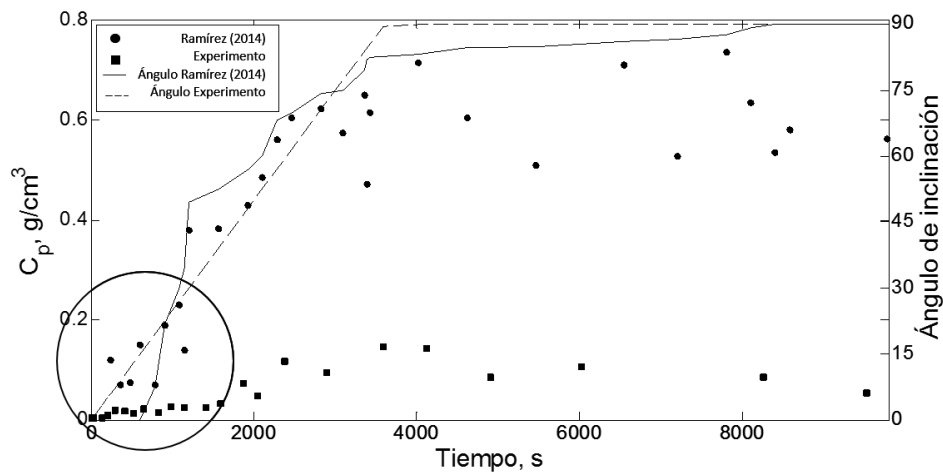


Figura 4.4: Efecto de la velocidad de cambio de paso durante el proceso de cristalización a paso variable de 0-90°.

Debido al comportamiento observado en la Figura 4.3 y 4.4 se concluye que el cambio de paso como función de la temperatura mejora el rendimiento del proceso de cristalización por lo que el cambio de inclinación de las paletas en función de la temperatura se empleó para el desarrollo del lazo de control retroalimentado.

4.1.2 Dispersión de sólidos

En la Figura 4.5 se muestran los sistemas empleados para las pruebas trazador con los que se determinaron los coeficientes de dispersión de sólidos.

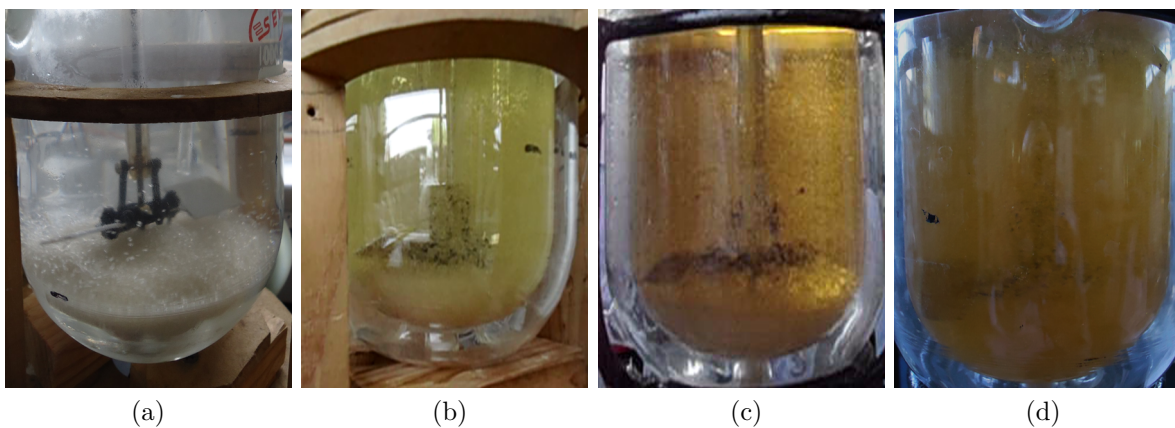


Figura 4.5: Sistemas: (a) alcohol (EA)-sacarosa, (b) aceite (AC)-sacarosa, (c) mezcla de aceites (M1)-sacarosa y (d) mezcla de aceites (M2)-sacarosa

En el sistema etanol-sacarosa la mayoría de las partículas se mantuvieron en el fondo del recipiente. Esto se debe a que el etanol a las condiciones de agitación establecidas no ofrece una fuerza de arrastre suficiente para que las partículas se mantengan suspendidas.

Los resultados obtenidos para las pruebas de dispersión de sólidos en los sistemas de aceite y mezcla de aceites se muestra en la Figura 4.6. En las Figura 4.6a, 4.6c y 4.6e se observa que el sistema M1 presenta un mejor mezclado y distribución de sólidos dado que la concentración en el fondo (Z1) y en la parte superior (Z3) de la mezcla es semejante, sin embargo en los sistemas AC y M2, la eficiencia en la distribución de los sólidos decrece en la parte superior presentando un mejor comportamiento en la distribución de los sólidos el sistema AC.

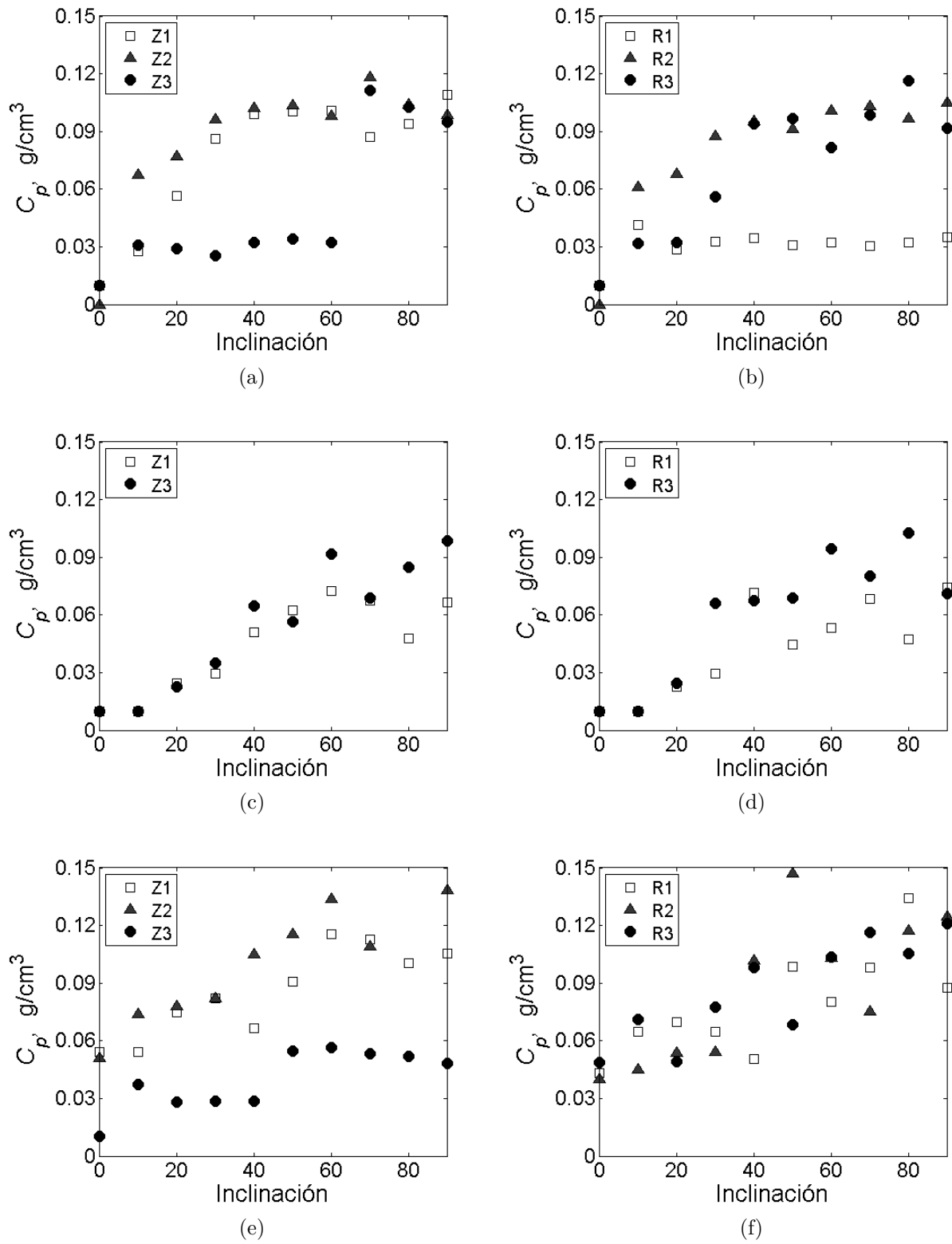


Figura 4.6: Concentración de sólidos en los diferentes sistemas: (a) AC axial, (b) AC radial, (c) M1 axial, (d) M1 radial, (e) M2 axial, (f) M2 radial.

En las Figura 4.6b, 4.6d y 4.6f se observa que el sistema M1 y M2 presentan un mejor mezclado y distribución de sólidos con respecto al radio dado que la concentración en el centro del reactor (R1) y cerca de la pared (R3) la concentración de partículas es semejante, sin embargo, en el sistema AC el efecto del cambio de paso en la distribución de los sólidos es mínimo en la posición central (R1).

Con el fin de evaluar la eficiencia en la distribución de sólidos dentro del reactor se determinó la desviación estandar de la concentración de sólidos suspendidos con respecto a la concentración promedio tanto para la dirección axial como para la dirección radial. En la Figura 4.7a y 4.7b se observa la concentración promedio en dirección axial y radial para el sistema AC en el cual se muestra que la eficiencia en la distribución de sólidos es menor en un rango de trabajo de 20° a 60° de inclinación, mientras que en la posición radial, la distribución de sólidos se reduce entre 40° a 90° .

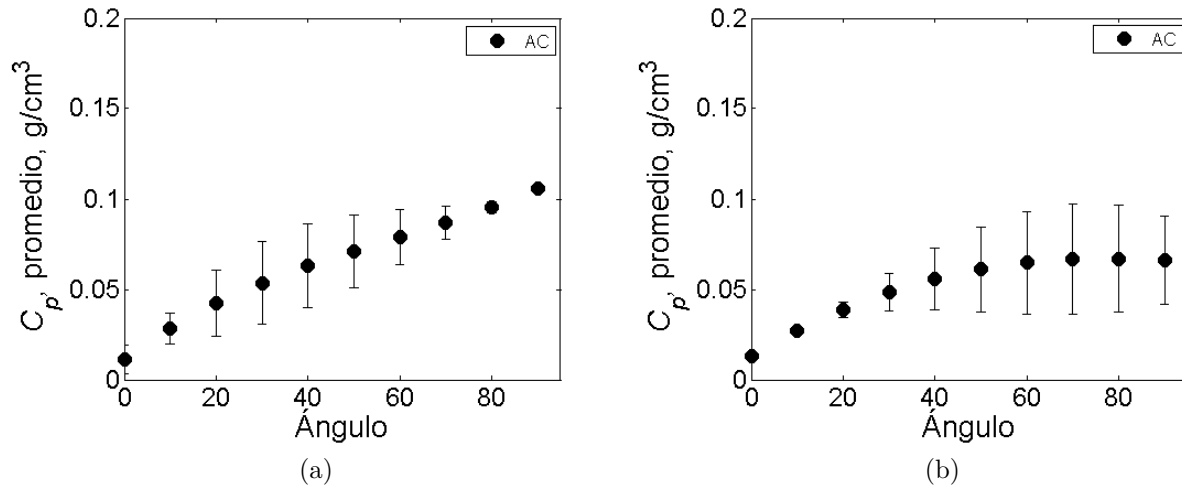


Figura 4.7: Desviación en pruebas de dispersión: (a) AC axial y (b) AC radial.

En la Figura 4.8a y 4.8b se observa la concentración promedio en dirección axial y radial para el sistema M1, observándose un menor error y mejor estabilidad de la concentración de sólidos en los diferentes puertos de muestreo para las diferentes posiciones del agitador en comparación con el sistema AC.

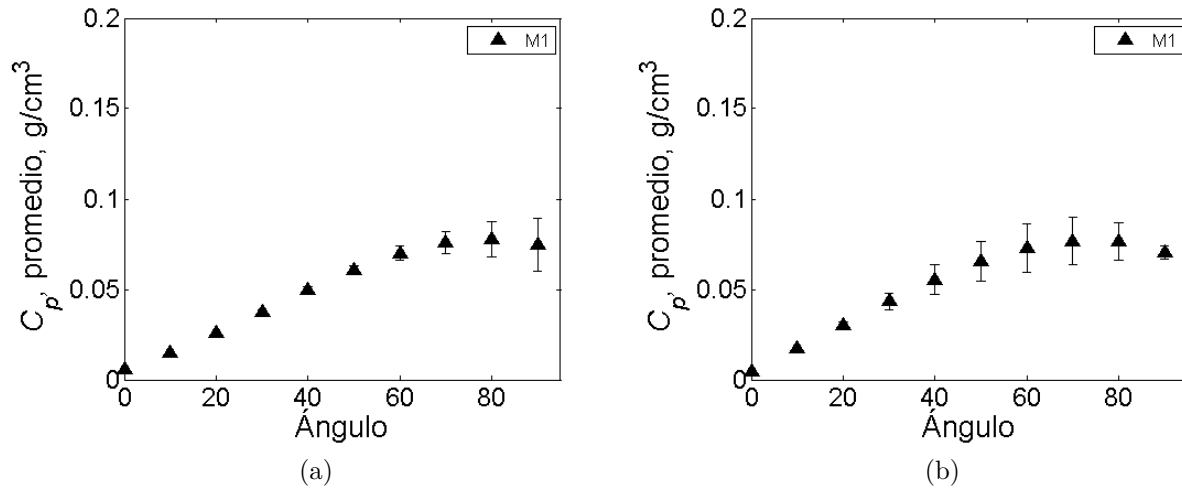


Figura 4.8: Desviación en pruebas de dispersión: (a) M1 axial y (b) M1 radial.

En la Figura 4.9a y 4.9b se muestra un comportamiento similar al presentado por el sistema AC, sin embargo, la desviación estandar que presenta la concentración promedio en la dirección axial es mayor que en M1.

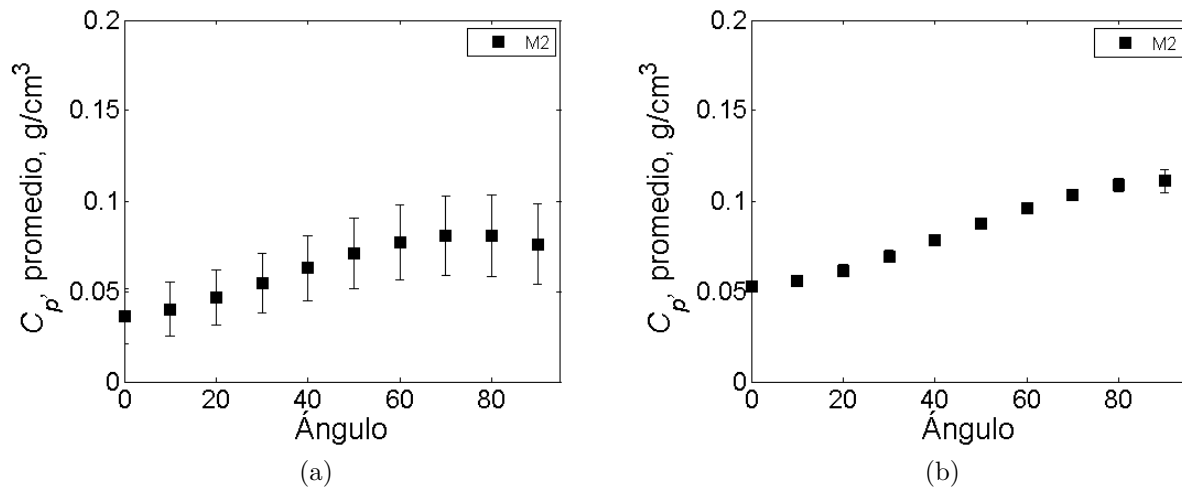


Figura 4.9: Desviación en pruebas de dispersión: (a) M2 axial y (b) M2 radial.

En la Tabla 4.1 se muestran las propiedades de los sistemas descritos, así como las observaciones de cada sistema.

Tabla 4.1: Sistemas para la dispersión de sólidos

Sustancia	EA	AC	M1	M2
Densidad (g/cm ³)	0.78	0.90	0.92	0.93
C _p axial	Precipitación al interrumpir fuerza de arrastre	Después de 60° de inclinación, la C _p es uniforme en el reactor	Aumenta al aumentar el ángulo de inclinación	C _p en la parte superior del reactor es mínima
C _p radial	Precipitación al interrumpir fuerza de arrastre	C _p constante ante el cambio del ángulo de inclinación, valor mínimo en el centro del reactor	Aumenta al aumentar el ángulo de inclinación	Aumenta al aumentar el ángulo de inclinación
C _p : Concentración de sólidos suspendidos.				

Las propiedades del fluido favorecen la distribución de los sólidos ante condiciones de agitación similares como se observa en los sistemas M1 y M2 en comparación con lo ocurrido en sistemas EA y AC que presentaron menor eficiencia en la suspensión y distribución de sólidos a las mismas condiciones de agitación. En los procesos de cristalización, las propiedades de la mezcla cambian conforme cambia la temperatura, por lo tanto, el régimen del fluido necesario para la suspensión de sólidos será generado por el cambio de paso de las paletas y las propiedades del fluido.

4.1.3 Acoplamiento de dispositivos y programación

Para la programación de los dispositivos se utilizó una computadora Lenovo con procesador Intel® Core™ i7, y se ocupó el programa Arduino 1.6.5. Para los dispositivos mostrados en la Figura 3.14 se realizaron las siguientes actividades:

Para la medición y registro de la temperatura del sistema se utilizó el Sensor Digital de Temperatura DS18B20 y se estableció la conexión entre Labview 2015 y Arduino 1.6.5 para dicho fin.

Posteriormente se realizó la programación del cambio en la posición del servomotor a través

del cambio de temperatura registrado por el sensor. La lectura tomada por el sensor es convertida en una señal digital y es transmitida a la tarjeta Arduino, la cual mandará una respuesta al servomotor en donde le corresponderán ciertos grados de inclinación dependiendo de la temperatura registrada.

Para el control del motor a pasos bipolar Nema 17 se usó la tarjeta a4988. Este motor se programó en Arduino 1.6.5, el cuál manda el número de pasos y la velocidad con que esto se realizan a la tarjeta a4988, la cual envía la señal (modo de acción) al motor. La conexión de los tres dispositivos (sensor de temperatura, motor nema 17 y servo motor) se muestra en la Figura 4.10.

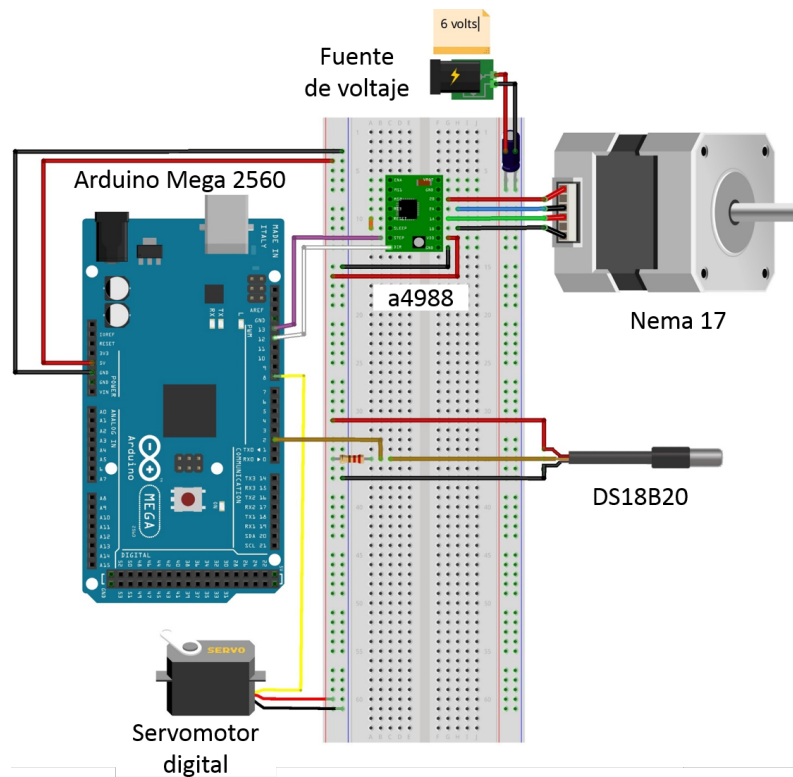


Figura 4.10: Conexión del sensor de temperatura, el motor a pasos nema 17 y el servomotor digital.

La verificación de las conexiones desarrolladas se validaron experimentalmente empleando agua a 80°C en el recipiente enchaquetado previamente condicionado con agua caliente a 85°C . Posteriormente se inició el proceso de enfriamiento haciendo pasar agua a 20°C a través del enchaquetado.

Los resultados de las pruebas preliminares del acoplamiento de los elementos de control emplearon el cambio de paso como función de la temperatura en lazo cerrado de acuerdo a la ecuación (4.1)

$$\text{Ángulo}_{inclinación} = \begin{cases} 0^\circ & T \geq 80 \\ (80 - T) \cdot c_{incl} & 80 > T > 20 \\ 90^\circ & T \leq 20 \end{cases} \quad (4.1)$$

En donde c_{incl} se obtuvo con la ecuación (4.2).

$$c_{incl} = \frac{\text{Ángulo}_{mayor} - \text{Ángulo}_{menor}}{\text{Temperatura}_{mayor} - \text{Temperatura}_{menor}} \quad (4.2)$$

En la Figura 4.11 se grafican los ángulos de inclinación como resultado de utilizar la ecuación (4.1).

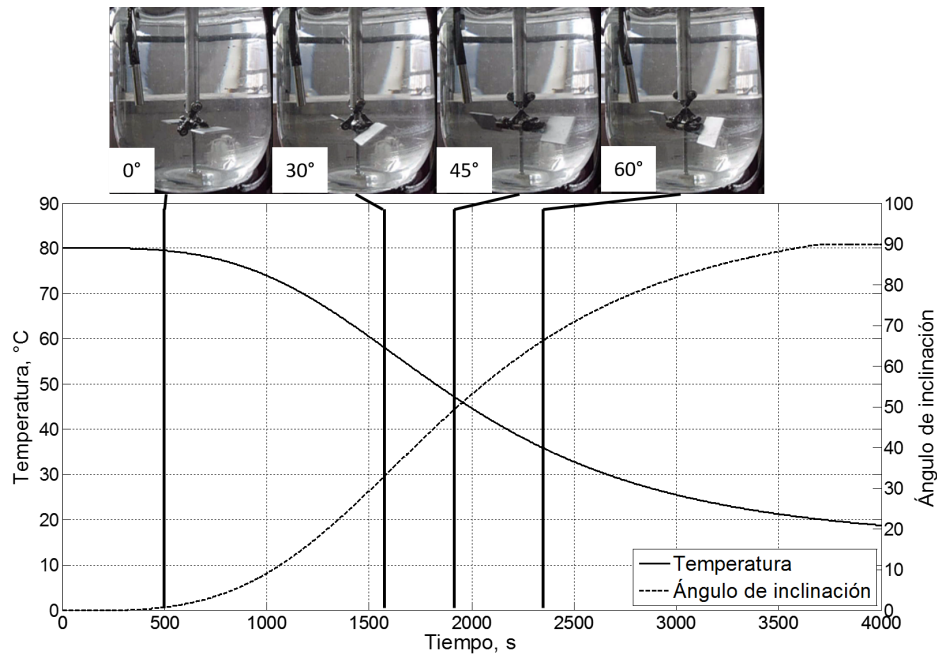


Figura 4.11: Gráfica del Perfil de temperatura (línea continua) y grado de inclinación de las paletas del agitador (línea discontinua) contra tiempo (s).

4.2 Modelación

4.2.1 Pruebas de Cristalización

A continuación se muestra el resultado de la simulación preliminar para las pruebas de cristalización. En la Figura 4.12 se muestra la variación en la concentración de sólidos suspendidos durante el proceso de cristalización. En esta Figura el eje horizontal corresponde a la posición radial en cm mientras que el eje vertical corresponde a la posición axial en cm. En la Figura el color rojo representa la zona de máxima concentración de cristales suspendidos formados durante el proceso de cristalización, los cuales irán aumentando conforme se desarrolla el proceso. El color azul representa la parte de baja concentración de sólidos.

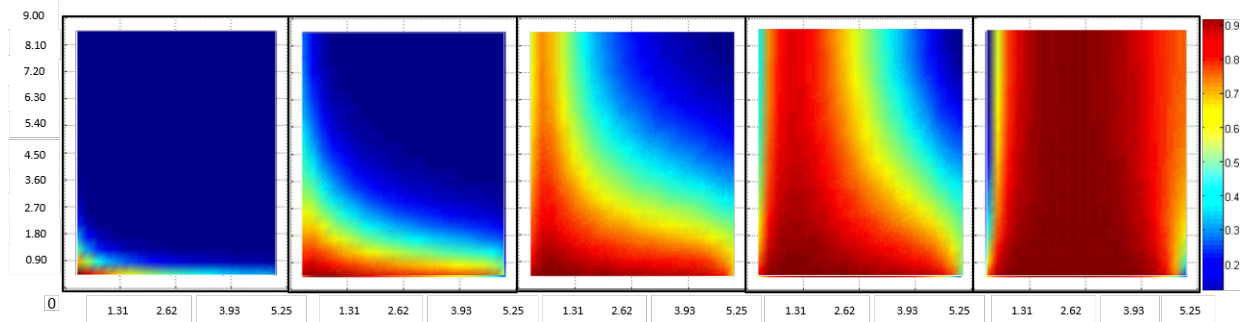


Figura 4.12: Simulación preliminar del proceso de cristalización.

4.2.2 Velocidades de sedimentación

A continuación se muestran los diámetros de partícula evaluados a partir de la velocidad de sedimentación para los diferentes tamaños de malla empleando como fase continua etanol y el algoritmo descrito en la Figura 3.11. En la figura 4.13 se muestran los diámetros de partícula.

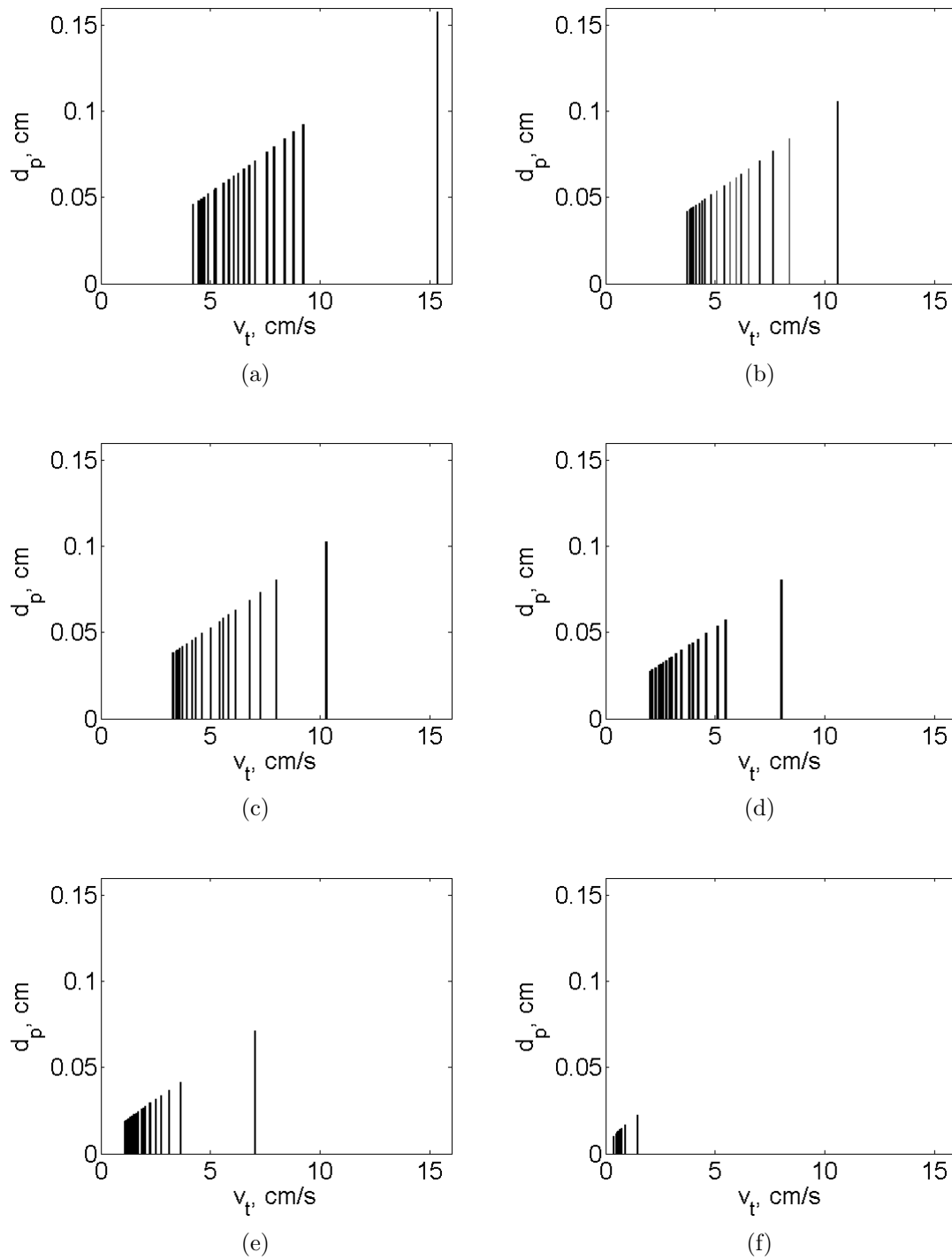


Figura 4.13: Gráfica diámetro de partícula vs velocidad de sedimentación. Tamaño de malla: (a) 1000 μm , (b) 840 μm , (c) 710 μm , (d) 355 μm , (e) 250 μm , (f) menor a 250 μm

De igual manera, se muestran los diámetros de partícula de las muestras correspondientes a las pruebas de dispersión en las cuales se empleó aceite de canola como fase continua para el puerto de muestreo R2 a distintos ángulos de inclinación de las paletas del agitador. Estas se muestran en la Figura 4.14.

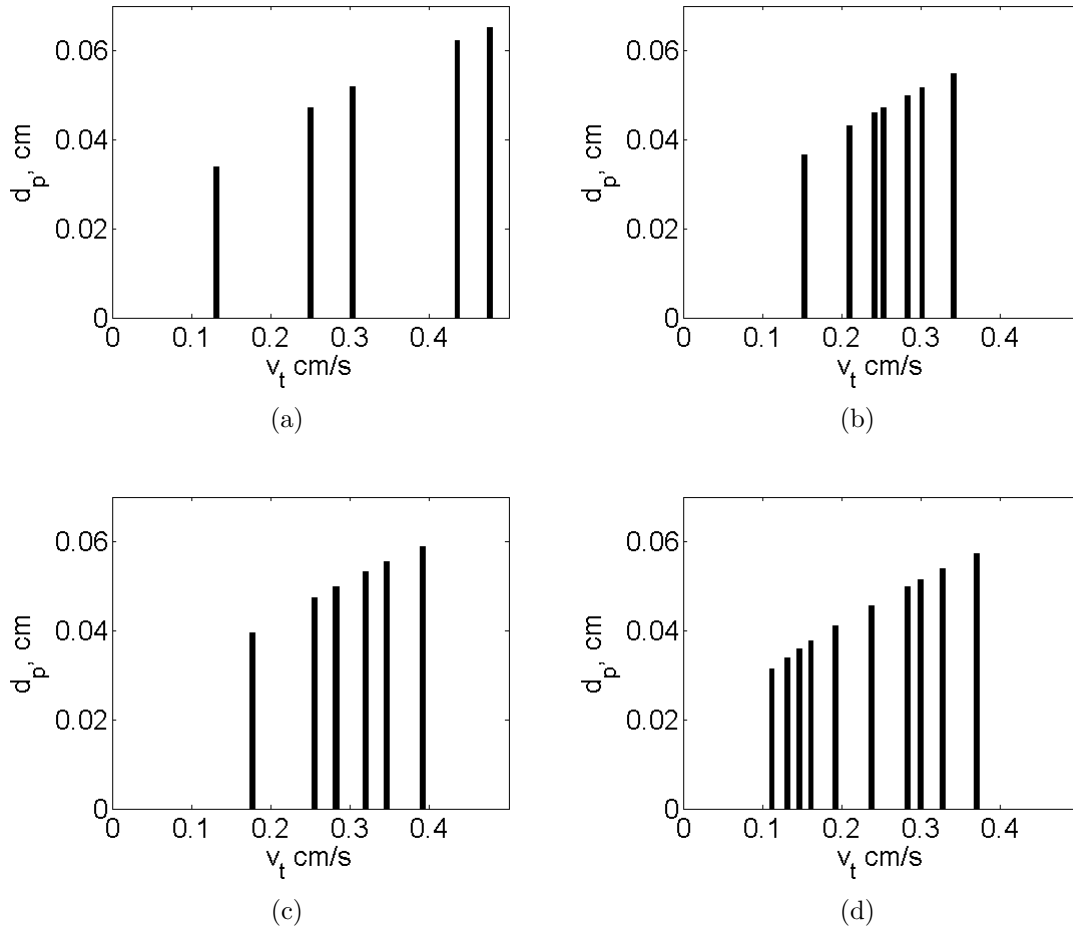


Figura 4.14: Diámetros de partículas para el sistema aceite-azúcar. Muestras tomadas a distintos ángulos de inclinación: (a) 10°, (b) 30°, (c) 60° y (d) 90°.

Se observa que cuando el gradiente de densidad entre el fluido y la densidad de la partícula es grande producen velocidades de sedimentación altas. Esto demuestra que la velocidad de sedimentación cambiará dependiendo de los cambios en las propiedades del sistema, tal como ocurre en la cristalización.

En las gráficas se observa que partículas de mayor tamaño precipitarán con una mayor

velocidad, esto es debido a que a mayor tamaño de partícula, mayor será la fuerza necesaria para generar el arrastre de la partícula y esta se mantenga en suspensión. Por lo tanto, al modificar el régimen del fluido a través del cambio de inclinación de las paletas, la dispersión de la partículas dentro del sistema será diferente, por lo que la eficiencia de mezclado ante el cambio del tamaño de partícula puede ser optimizado.

4.2.3 Número de partículas

Para las pruebas de dispersión desarrolladas con el sistema AC, el número de partícula con respecto al diámetro de partícula y al ángulo de inclinación para los diferentes puertos de muestreo se presentan en la Figura 4.15.

En las Figuras 4.15a, 4.15c y 4.15e se muestra el número de partículas a las diferentes posiciones axiales en donde se observa que hay una mejor distribución de partículas en Z1 y Z2, mientras que en Z3 se observa que la presencia de cristales se favorece cuando el ángulo está entre 60° y 80° de inclinación. En Z1 la posición angular que presentó mayor eficiencia en el número de partículas fue alrededor de 40° viéndose reducido en 0° y 90° , esto como consecuencia que en estas dos posiciones (0° y 90°) la fuerza en la dirección axial es mínima. En Z2 se mantuvo la eficiencia en la suspensión de sólidos a las diferentes posiciones de las paletas.

En las Figuras 4.15b, 4.15d y 4.15f se muestra el número de partículas a las diferentes posiciones radiales en donde se observa que en R1 el número de partículas suspendidas es menor en comparación con R2 y R3, asimismo se observa que en R2 el mayor número de partículas suspendidas se logró en entre 40° y 70° y en R3 desde 30° hasta 80° .

Cabe mencionar que para todos los puertos de muestreo el número de partícula suspendidas fue mayor para diámetros de partículas pequeños, sin embargo, es evidente el efecto del cambio de paso en la suspensión de los sólidos.

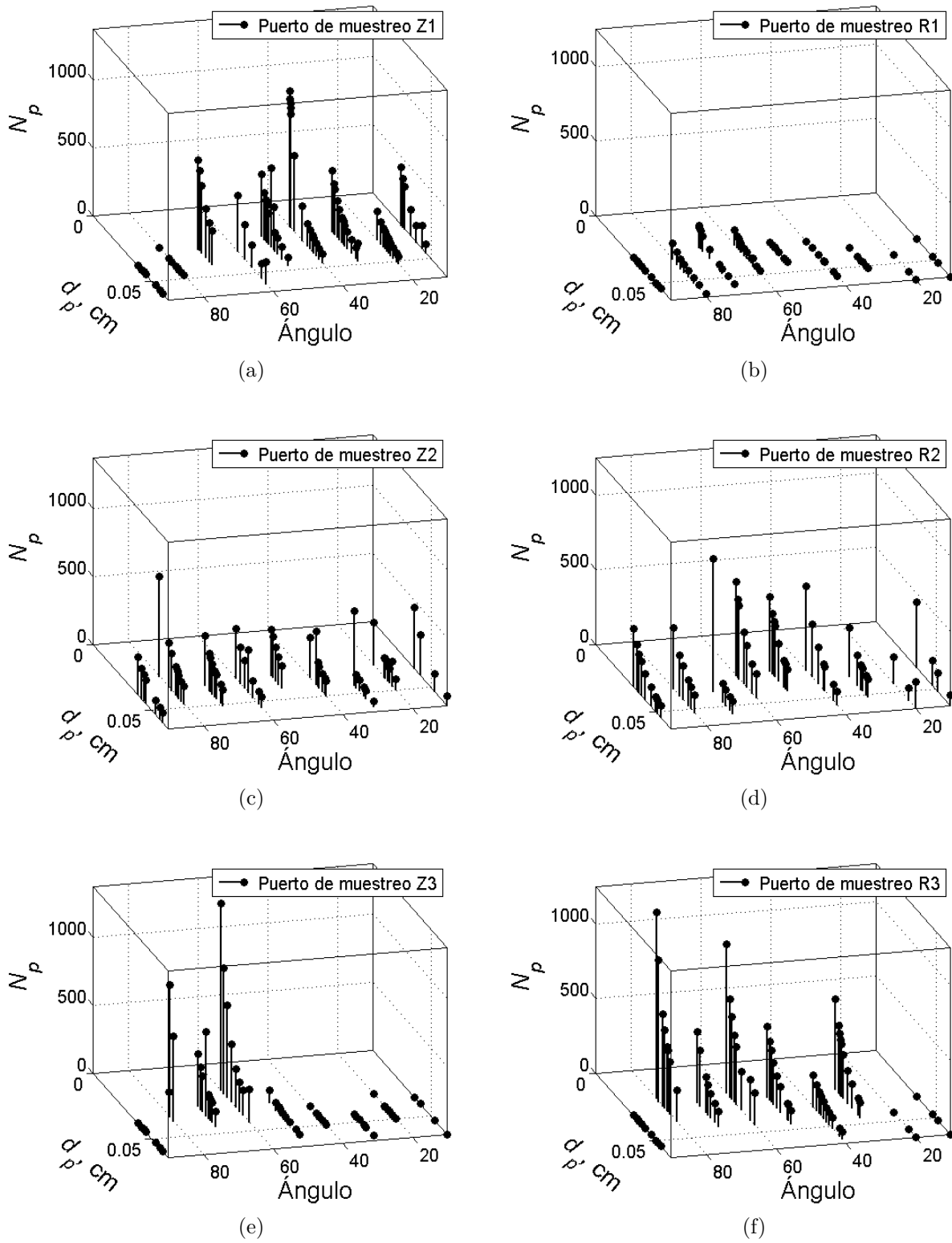


Figura 4.15: Distribución del número de partículas a los diferentes ángulos y posiciones dentro del reactor: (a) Z1, (b) R1, (c) Z2, (d) R2, (e) Z3, (f) R3.

4.2.4 Simulación del transporte de masa durante el proceso de cristalización

En la Figura 4.16 se muestran los resultados de la simulación de las propiedades del sistema.

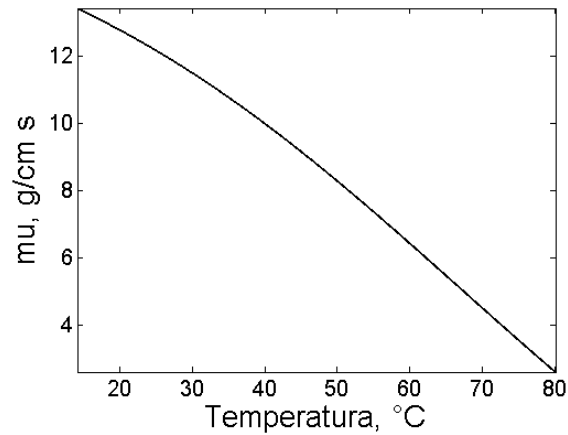


Figura 4.16: Viscosidad de la mezcla.

En la Figura 4.17 se observa el comportamiento de los valores de difusividad y del coeficiente de transferencia de masa obtenidos a partir de la simulación del proceso de cristalización.

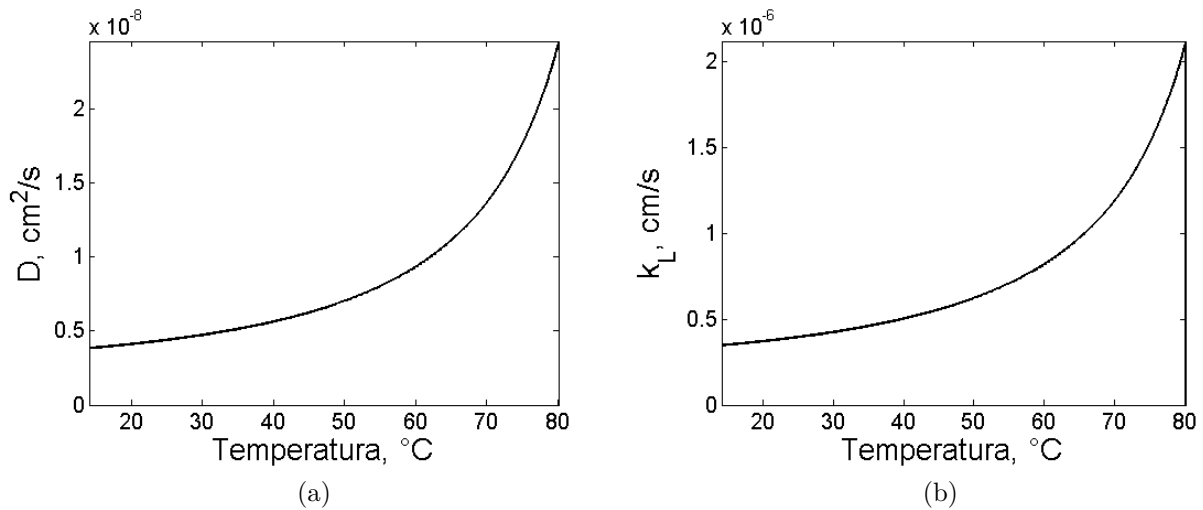


Figura 4.17: (a) Difusividad y (b) coeficiente de transferencia de masa.

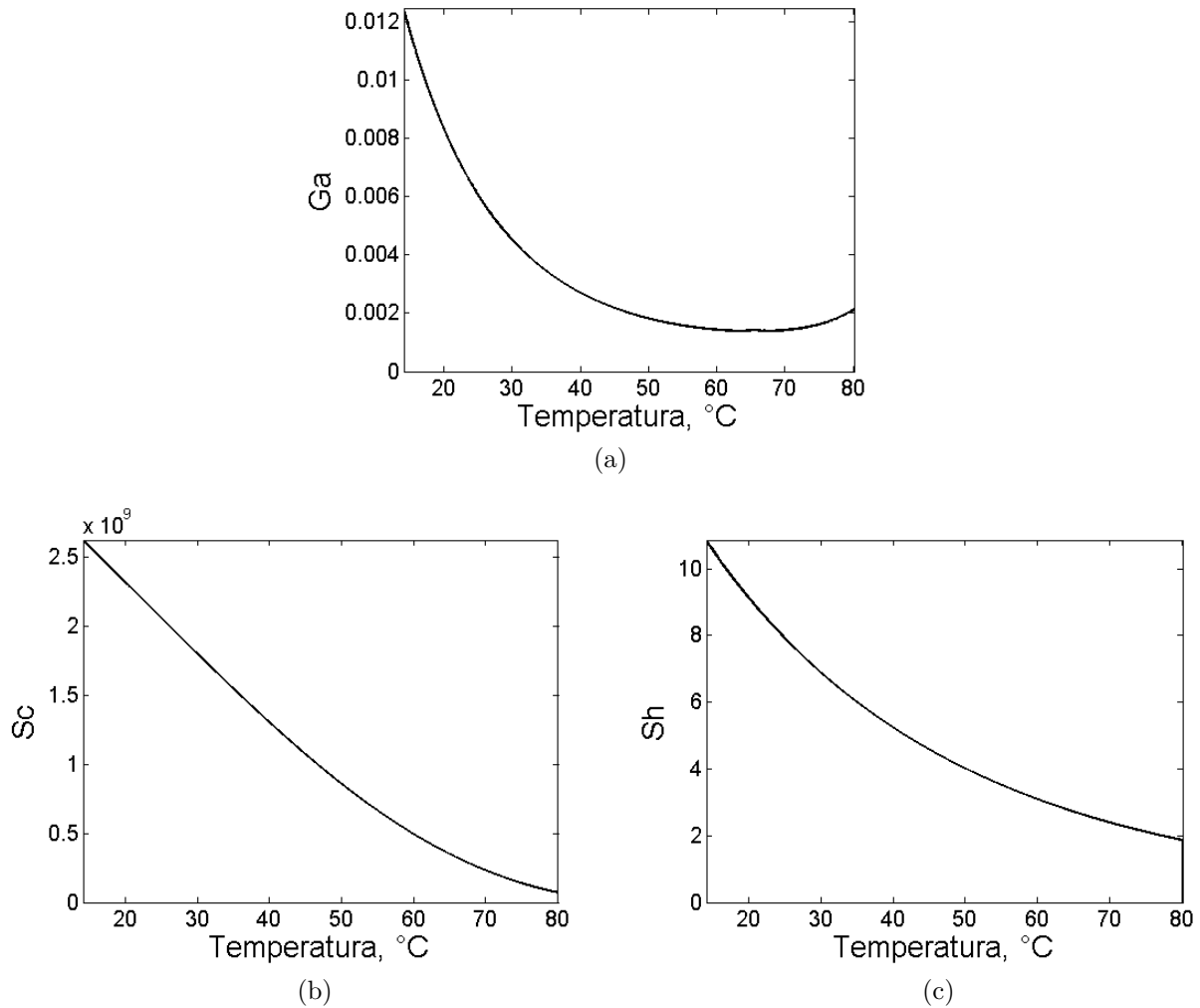


Figura 4.18: Números adimensionales: (a) Re , (b) Ga , (c) Sc y (d) Sh

4.2.5 Modelo de dispersión de sólidos

En la Figura 4.19 en el primer recuadro se representa el estado inicial del sistema en donde las partículas pesantes están sedimentados, una vez que inicia la agitación, los sólidos comienzan a distribuirse, mostrándose en color rojo la regiones de máxima concentración de sólidos.

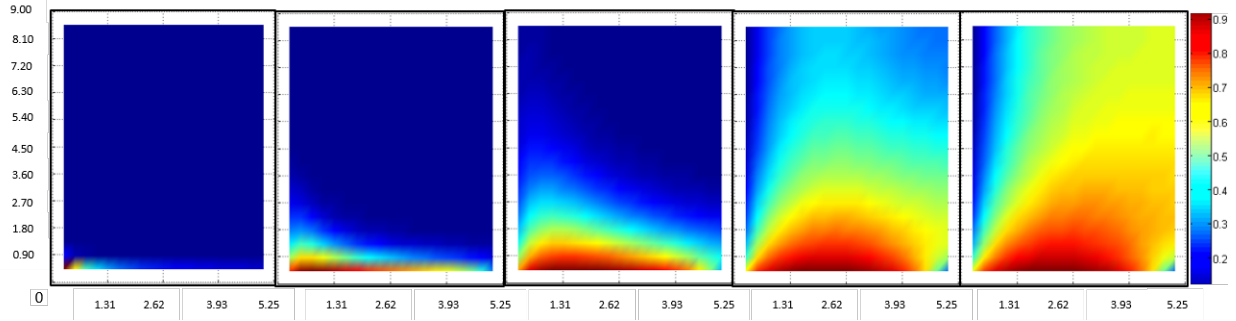


Figura 4.19: Solución del modelo de dispersión de sólidos..

4.2.6 Coeficientes de Dispersión

Se utilizaron los datos de concentración para los sistemas AC, M1 y M2. A partir de los datos de dispersión obtenidos se obtuvo la ecuación empírica 4.3

$$D = \Phi_1 \exp \left[-0.5 \left(\frac{\theta - \Phi_2}{\Phi_3} \right)^2 \right] + fp\Phi_4 \quad (4.3)$$

Donde

$$\Phi_1 = a_1(1 + R)^{b_1} \quad (4.4)$$

$$\Phi_2 = a_2R^2 + b_2R + c_2 \quad (4.5)$$

$$\Phi_3 = a_3\zeta^{b_3} \quad (4.6)$$

$$\Phi_4 = a_4 + b_4R + c_4R^2 \quad (4.7)$$

$$fp = 0.5 \exp(-\zeta) \quad (4.8)$$

Tabla 4.2: Parámetros para ecuaciones de dispersión.

	Radial	Axial
a_1	0.0028	100.0000
b_1	5.1132	-4.0000
a_2	4.0339	-0.7279
b_2	-24.7890	10.0300
c_2	82.0860	22.4940
a_3	1.9518	6.0239
b_3	-0.5426	0.0745
a_4	0.3144	0.6906
b_4	-0.4148	-0.2159
c_4	0.1736	0.0171

Estos coeficientes son función de la inclinación de las paletas del agitador y la posición dentro del reactor. En la Figura 4.20 se muestran los datos de dispersión experimentales y el ajuste correspondiente a la ecuación 4.3 para el sistema AC.

En las Figuras 4.20a, 4.20c y 4.20e se muestran los coeficientes de dispersión axiales en donde se obtienen valores mayores en la posición Z1 en donde existe una mayor velocidad de agitación, generando un mejor mezclado.

En las Figuras 4.20b, 4.20d y 4.20f se muestran los coeficientes de dispersión radiales en donde la mayor dispersión se presenta en la posición R3.

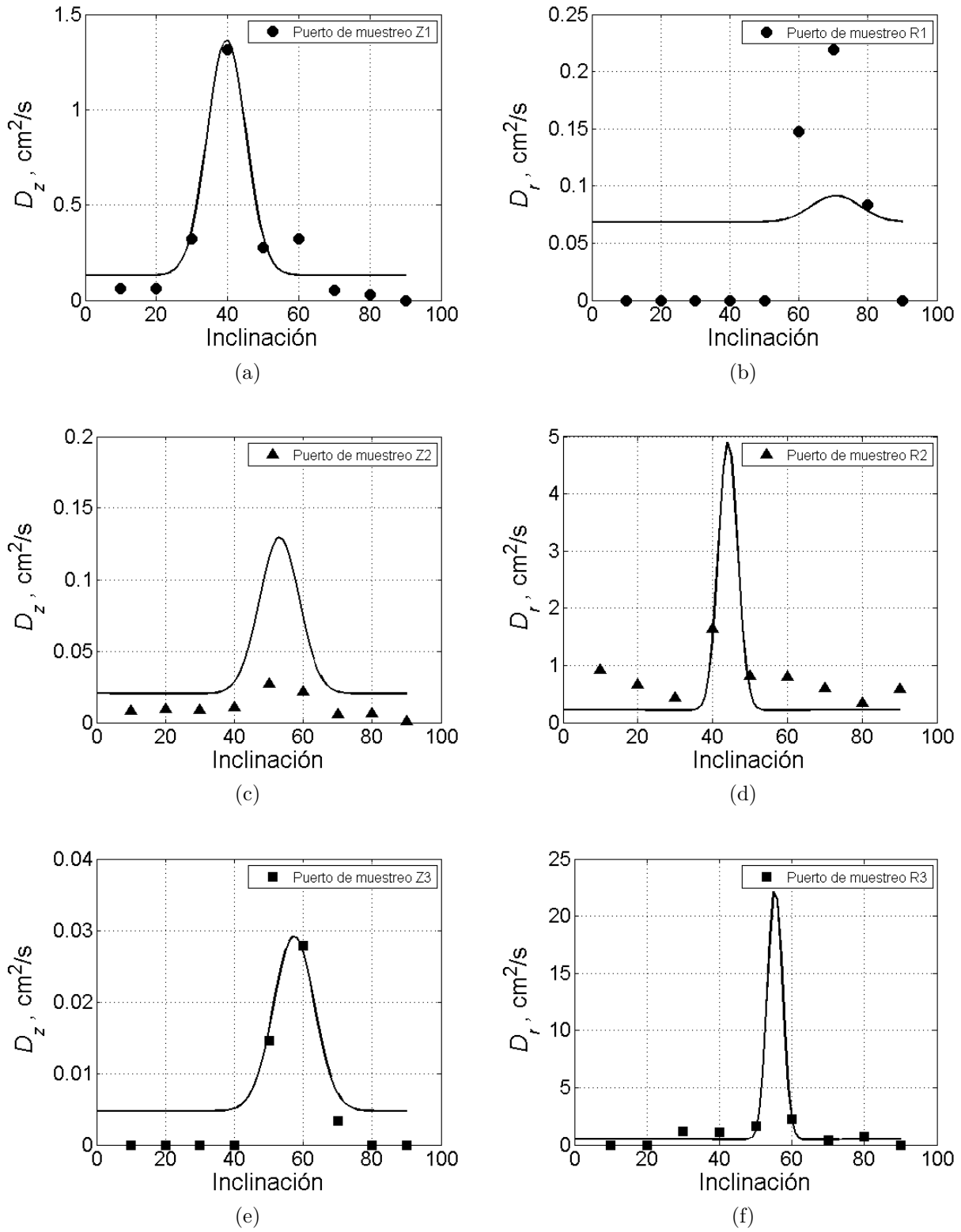


Figura 4.20: Dispersión de partículas a los diferentes ángulos y posiciones en el reactor: (a) Z1, (b) R1, (c) Z2, (d) R2, (e) Z3, (f) R3.

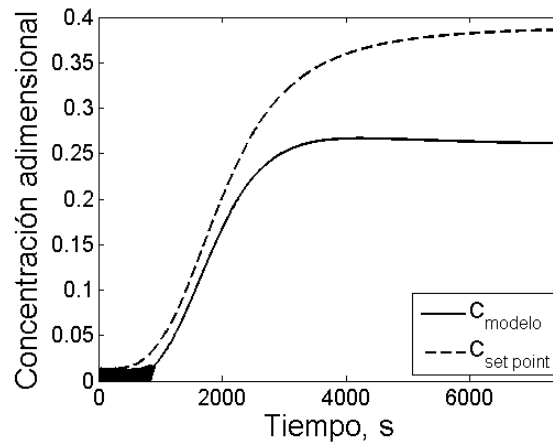
4.2.7 Control

A continuación se presentan los resultados de las simulaciones realizadas para el sistema de control propuesto. En la Tabla 4.3 se muestran las ganancias utilizadas para las simulaciones presentadas.

Tabla 4.3: Ganancias utilizadas en el controlador.

Simulación	S1	S2	S3	S4	S5	S6
Ganancia proporcional	0.05	0.1	0.075	0.025	1.98	1.98
Tiempo integral	-	0.1	0.075	0.025	41.667	0.1
Tiempo derivativo	-	-	-	-	-	0.01
Término de sedimentación	No	No	No	No	Si	Si

En la Figura 4.21 se muestra la concentración del modelo y su comparación con la dinámica de variación del set point sin contemplar el fenómeno de precipitación. Como ganancia inicial de la acción proporcional se estableció el valor de 0.05. Con esta ganancia se presentaron oscilaciones al inicio de la simulación y conforme se va estabilizando el modelo este se aproxima al set point, sin embargo se generó un offset característico de la acción proporcional.



(a)

Figura 4.21: Controlador con acción proporcional, $P = 0.5$.

Se añadió la ganancia integral y se establecieron nuevos valores las cuales se muestran en la Figura 4.22. Primero se utilizó una ganancia proporcional de 0.1 y un tiempo integral

de 0.1. En la Figura 4.22a se muestra la concentración de sólidos suspendidos obtenidas a partir del modelo con respecto al set point, en donde a pesar de que se elimina el offset, se presentan oscilaciones, las cuales sufren un amortiguamiento reduciendo la amplitud de la señal conforme el proceso evoluciona se alcanzan el set point. Posteriormente se establece una ganancia proporcional por 0.075 y el tiempo integral por 0.075, la cual se muestra en la Figura 4.22b. Se observa que existe una ligera disminución de las oscilaciones, sin embargo estas son muy pronunciadas al inicio de la simulación. Finalmente se muestra la simulación en donde las ganancias proporcional y el tiempo integral permiten el comportamiento esperado del sistema. Con estos valores, las oscilaciones disminuyeron considerablemente, estas se muestran en la Figura 4.22c. Estas ganancias se establecieron a prueba y error con el fin de evaluar la respuesta generada por el controlador y establecer una aproximación inicial del controlador final.

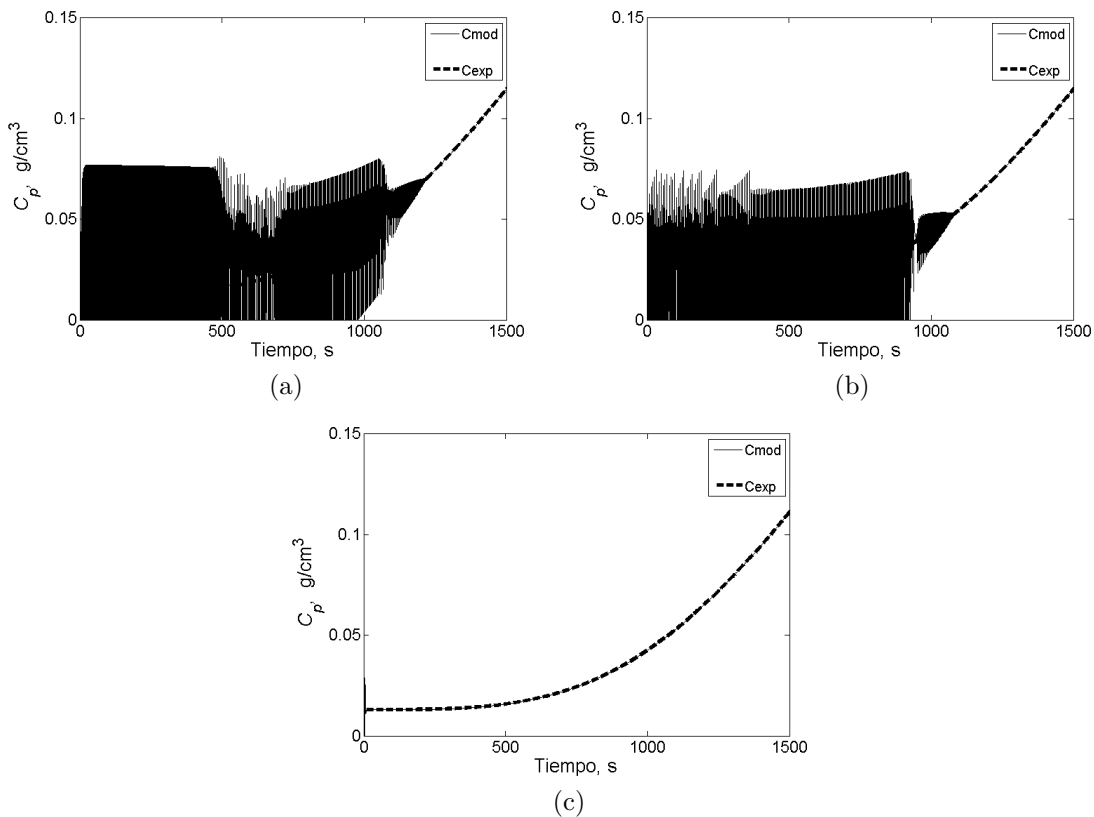


Figura 4.22: Controlador con acción proporcional e integral: (a) $P=0.1, I=0.1$, (b) $P=0.075, I=0.075$ y (c) $P=0.025, I=0.025$.

A partir de la línea de tendencia de la concentración de sólidos suspendidos (adimensional) obtenidos experimentalmente se determina el tiempo de retardo, L , y la constante tiempo, T .

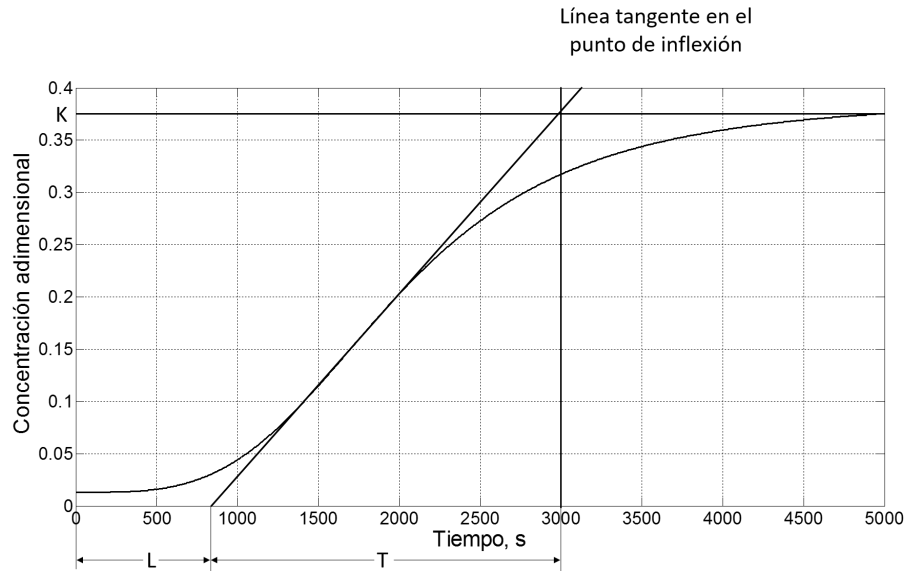


Figura 4.23: Obtención de los parámetros para el controlador.

Aplicando las reglas de sintonización de Ziegler-Nichols (Tabla 3.7) para un controlador proporcional integral se obtienen los siguientes valores: $Kc = 1.98$ y $Ti = 41.667$.

La implementación de estos valores en el lazo de control retroalimentado se muestran en la Figura 4.24a. Como se observa, el fenómeno de precipitación tiene un efecto en la concentración de sólidos ya que al ir aumentando el diámetro de partícula, estas comenzarán a precipitar. La concentración de sólidos del modelo entra a una primera fase estacionaria alrededor de 5000 s para posteriormente incrementar su valor hasta alcanzar una segunda fase estacionaria a los 15000 s aproximadamente. Una vez neutralizado el efecto de precipitación, el ángulo de inclinación mantiene su posición hasta finalizar el proceso como se observa en la Figura 4.24b. En la Figura 4.24b se observa que la primera fase estacionaria en la concentración de sólidos termina cuando el ángulo de inclinación alcanza 11° . Asimismo se observa que pequeños puntos de inflexión en la inclinación concuerdan con los puntos de inflexión de la concentración de sólidos dada por el modelo.

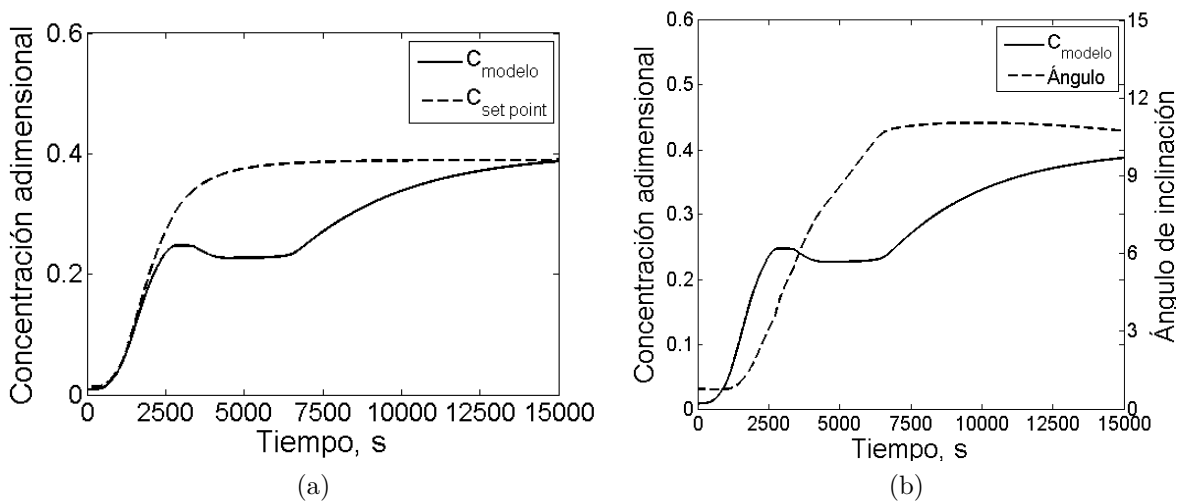


Figura 4.24: Controlador PI propuestos para el sistema de cristalización.

En la Figura 4.25 se muestra la interfase entre el usuario y el sistema de control, en donde en la gráfica superior, se muestran la concentración correspondiente al set point (línea roja) y la concentración del modelo (línea blanca), mientras que en la gráfica inferior se muestra la temperatura del sistema (línea blanca) y el ángulo correspondiente (línea blanca).

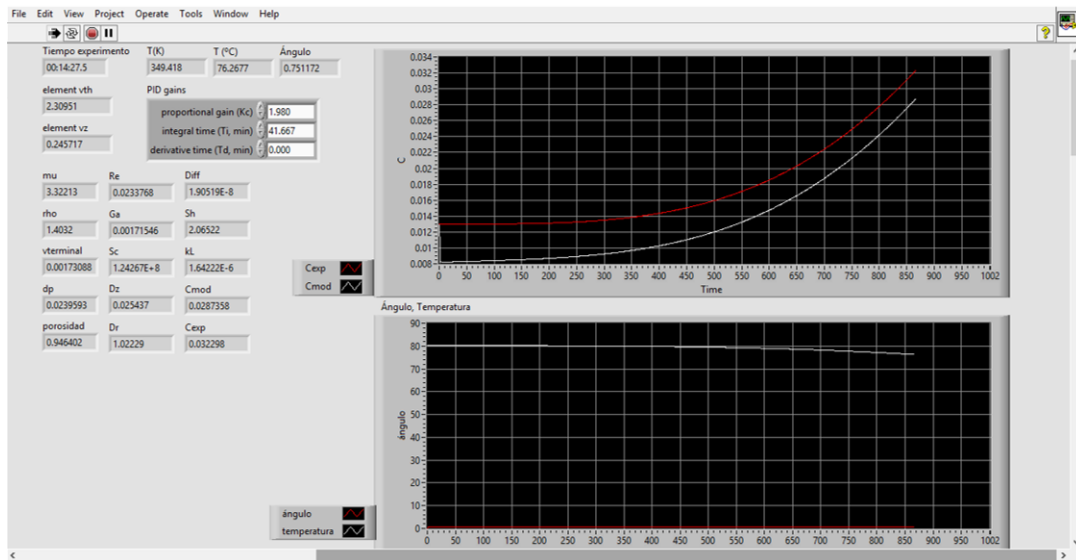


Figura 4.25: Interfase usuario-sistema de control.

Con el fin de mejorar la sensibilidad de la respuesta del controlador se realizó un segundo

ajuste en la acción integral reduciendo su valor a 0.1, asimismo para reducir las oscilaciones presentadas al inicio del proceso se añadió la acción derivativa con valor de 0.01. La simulación aplicando estos valores se muestra en la Figura 4.26a y en 4.26b se muestra el ángulo de inclinación como respuesta de la acción del PID.

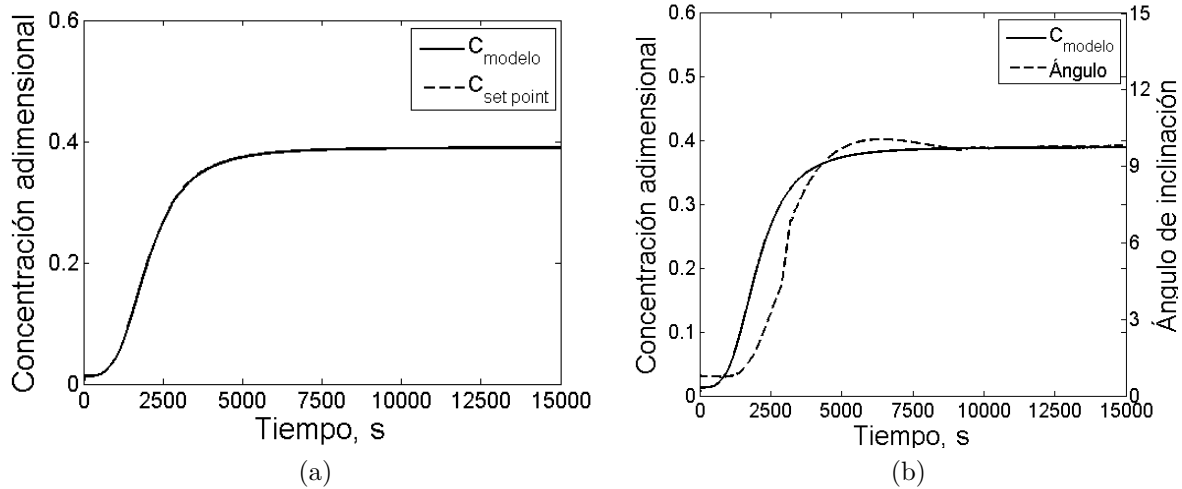


Figura 4.26: Controlador PID propuestos para el sistema de cristalización.

De igual manera se muestra parte de los ángulos generados por el controlador PI y PID. El ángulo generado por el controlador PI (Figura 4.27a) genera ciertas oscilaciones al inicio del experimento, sin embargo el comportamiento conforme pasa el tiempo es suavizado. Por otro lado, existe mayor número de oscilaciones en el ángulo generado por el controlador PID durante el transcurso de este (Figura 4.27b).

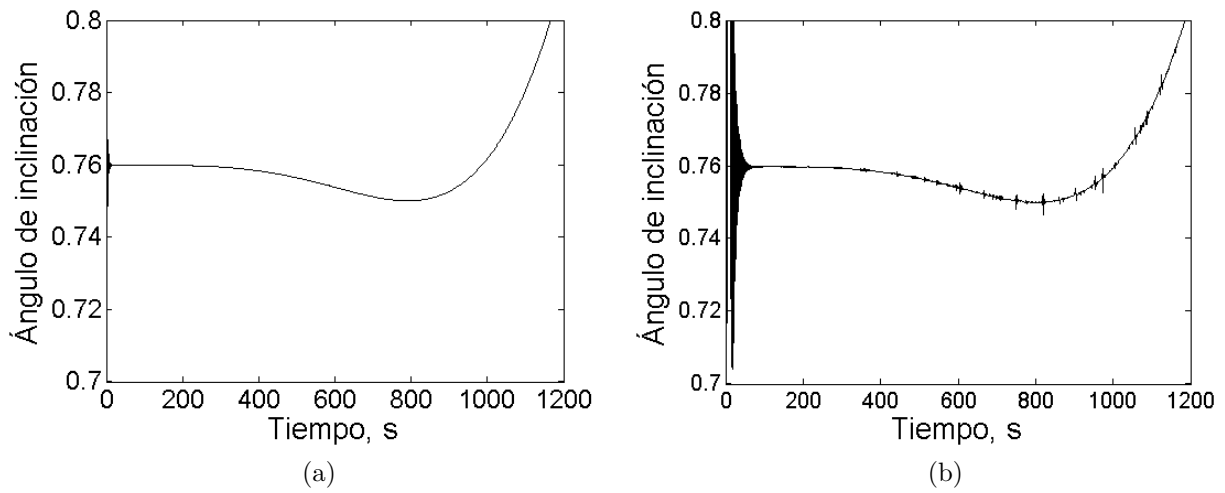


Figura 4.27: Ángulos de inclinación de los controladores (a) PI y (b) PID.

Posteriormente se implementó el sistema de control propuesto. Para este experimento se empleó una solución de sacarosa con concentración inicial correspondiente al estado de saturación a 80°C . Se utilizó el reactor enchaquetado tipo tanque agitado de 1000 mL de capacidad, previamente acondicionado mediante un flujo de agua caliente por el enchaquetado. En la Figura 4.28 se muestra el ajuste del modelo con respecto a los datos experimentales de la concentración de sólidos, en donde se observa que el modelo propuesto describe la tendencia de los datos.

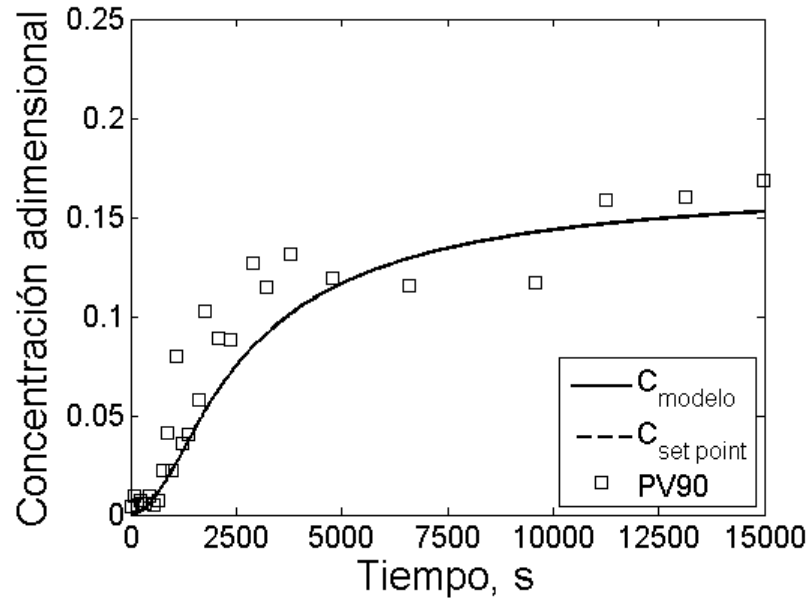


Figura 4.28: Aplicación del lazo de control desarrollado.

En la Figura 4.29 se muestra la desviación estandar de los datos experimentales comparados con la concentración del modelo en donde se observa que la mayor desviación se presenta en la región donde la tendencia de la concentración comienza a precipitar.

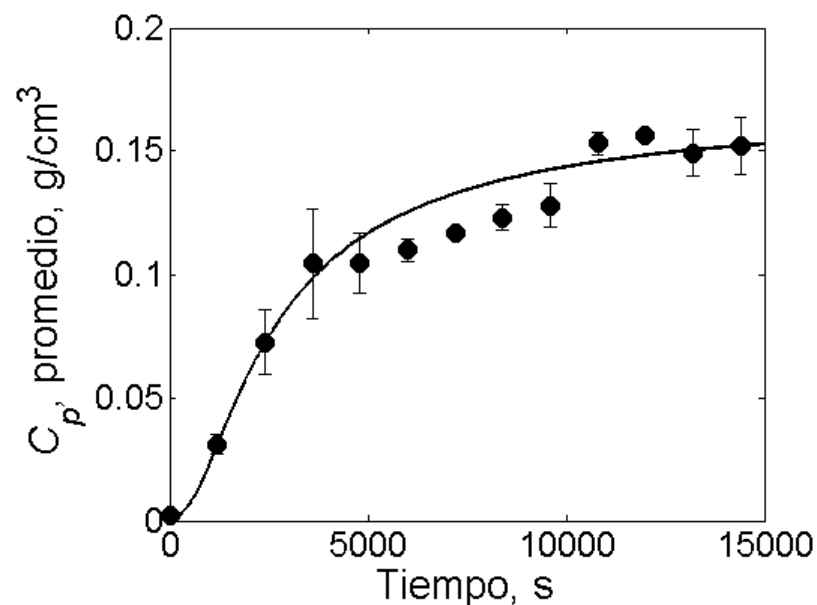


Figura 4.29: Error entre los datos experimentales y la concentración de sólidos del modelo.

4.3 Conclusiones

A partir de los resultados obtenidos en este trabajo de tesis se obtuvieron las siguientes conclusiones:

1. La interconexión entre Labview y Arduino permitió el manejo y control de los dispositivos utilizados para la experimentación. De igual manera el uso de Matlab acoplado a Labview permitió el cálculo de las propiedades del sistema dependiendo de la lectura realizada por el sensor de temperatura. Acoplando los tres programas se pudo generar la simulación y el manejo de los dispositivos implementados para lograr la suspensión de sólidos.
2. Propiedades como la densidad y la viscosidad, así como la inclinación de las paletas del agitador afectan en gran medida la concentración de sólidos suspendidos. Sustancias que no generen una fuerza de arrastre suficiente difícilmente podrán ser suspendidas independientemente del ángulo de inclinación de las paletas del agitador. Por otro lado, en el sistema de cristalización estudiado, el ángulo de inclinación cambia conforme las propiedades cambian, manteniendo la suspensión de sólidos durante el transcurso del proceso hasta que el sistema llega a un estado de equilibrio en donde las propiedades se mantienen constantes.
3. La sintonización permitió encontrar los valores preliminares para las acciones del controlador, los cuales generan un movimiento suavizado del ángulo de inclinación.
4. Tomando en cuenta el comportamiento del ángulo de inclinación para los controladores PI y PID, se infiere que el controlador PI tendrá un mejor uso en la práctica ya que existe menor número de oscilaciones las cuales podrían generar un desgaste considerable, o incluso podrían generar rupturas en las partes mecánicas del agitador.

Bibliografía

- Abbas, A., & Romagnoli, J. 2007. Multiscale modeling, simulation and validation of batch cooling crystallization. *Separation Purification Technology*, **53**, 153–163.
- Akrap, M., N., Kuzmanic, & Prlic-Kardum, J. 2010. Effect of mixing on the crystal size distribution of borax decaydrae in a batch cooling crystallizer. *Journa of Crystal Growth*, **312**, 3603–3608.
- Baldock, T.E., Tomkins, M.R., Nielsen, P., & Hughes, M.G. 2004. Settling velocity of sediments at high concentration. *Coastal Engineering*, **51**, 91–100.
- Beckman, J. R., & Randolph, A. D. 1977. Crystal size distribution dynamics ina classified crystallizer: Part II. Simulated control of crystal size distribution. *AIChE Journal*, **23**(4), 510–520.
- Bird, R. B., Stewart, W.E., & Lightfoot, E.N. 2002. *Transport Phenomena*. John Wiley & Sons, Inc.
- Braatz, R. D., & Hasebe, S. 2001. Particle size and shape control in crystallization processes. *Chemical Process Control*, **6**, 307–327.
- Brucato, A., Grisafi, F., & Montante, G. 1998. Particle drag coefficient in turbulent fluids. *Pergamon.*, **18**, 3295–3314.
- Burns, Ronald S. 2001. *Advanced Control Engineering*. 1a. edn. Butterworth-Heiemann.
- Cho, K., Pak, B., Cho, Y. I., & Park, N. A. 1991. Hydrodynamics of large aspect ratio circular cylinders moving vertically in a viscoelastic fluid. *Paper presented at the ASME Annual Winter Meeting, Atlanta, GA*.
- Di, Felice R. 95. Hydrodynamics of liquid fluidisation. *Chemical Engineering Science*, **50**(8), 1213–1245.

- El-Farra, N. H., Mhaskar, P., & Christofides, P. D. 2004. Hybrid predictive control of nonlinear systems: method and applications to chemical processes. *International Journal of Robot and Nonlinear Control*, **14**, 199–225.
- Fajner, D., Pinelli, D., Ghadge, R. S., Montane, G., Pagliantí, A., & Magelli, F. 2008. Solids distribution and rising velocity of buoyant solid particles in a vessel stirred with multiple impellers. *Chemical Engineering Science*, **63**, 5876–5882.
- Fogler, S. 2008. *Elementos de Ingeniería de las reacciones químicas*. Prentice-Hall International, Inc.
- Geankoplis, C. 1993. *Transport Processes and Unit Operations*. Prentice-Hall International, Inc.
- Gerstlauer, A., Motz, S., Mitrović, A., & Gilles, E.-D. 2002. Development, analysis and validation of population model for continuous and batch crystallizers. *Chemical Engineering Science*, **57**, 4311–4327.
- Giojelli, B., Verdier, C., Hihn, J.Y., Béteau, J.F., & Rozzi, A. 2001. Identification of axial dispersion coefficient by model method in gas/liquid/solid fluidised beds. *Chemical Engineering and Processing*, **40**, 159–166.
- Grases, F. F., Costa, B. A., & Söhnel, O. 2002. *Cristalización en disolución: conceptos básicos*. Reverte.
- Grenville, R.K., Mak, A.T.C., & Brown, D.A.R. 2015. Suspension of solid particles in vessels agitated by axial flow impellers. *Chemical Engineering Research and Design*, **100**, 282–291.
- Harnby, N., Edwards, M. F., & Nienow, A. W. 2001. *Mixing in the process industries*. 2 edn. Butterworth-Heinemann.
- Hu, Q., Rohani, S., Wang, D.X., & Jutan, A. 2005. Optimal control of a batch cooling seeded crystallizer. *Power Technology*, **156**, 170–176.
- Hulburt, H. M., & Katz, S. 1964. Some problem in particle technology: A statistical mechanical formulation. *Chemical Engineering Science*, **19**, 555–574.
- Jirout, T., & Frantisek, R. 2011. Impeller design for mixing of suspensions. *Chemical Engineering Research and Design*, **89**, 1144–1151.
- Jones, A., Rigopoulos, S., & Zauner, R. 2005. Crystallization and precipitation engineering. *Computers & Chemical Engineering*, **29**, 1159–1166.

- Jones, A. G. 2002. *Crystallization Process Systems*. Butterworth-Heinemann.
- Jung, W. M., Kang, S. H., Kim, W., & Choi, C. K. 2000. Particle morphology of calcium carbonate precipitated by gas-liquid reaction in a Couette-Taylor reactor. *Chemical Engineering Science*, **55**, 733–747.
- Kacunic, A., Akrap, M., & Kuzmanic, N. 2013. Effect of impeller type and position in a batch cooling crystallizer on the growth of borax decahydrate crystals. *Chemical Engineering Research and Design*, **91**, 274–285.
- Kasat, G.R., Khopkar, A.R., Ranade, V.V., & Prandit, A.B. 2008. CFD simulation of liquid-phase mixing in solid-liquid stirred reactor. *Chemical Engineering Science*, **63**, 3877–3885.
- Kougoulos, E., Jones, A.G., & Wood-Kaczmar, M. 2005. CFD modeling of mixing and heat transfer in batch cooling crystallizers. Aiding the development of a hybrid predictive compartmental model. *ICHEME*, **83**, 30–39.
- Kumaresan, T., & Joshi, J. B. 2006. Effect of impeller design on the flow pattern and mixing in stirred tanks. *Chemical Engineering Journal*, **115**, 173–193.
- Levenspiel, O. 1999. *Chemical Reaction Engineering*. John Wiley & Sons, Inc.
- Liu, J., Svard, M., & Rasmuson, A. C. 2015. Influence of agitation on primary nucleation in stirred tank crystallizers. *Crystal Growth & Design*, **15**, 4177–4184.
- Ma, D.L., Tafti, D.K., & Braatz, R.D. 2002. Optimal control and simulation of multidimensional crystallization processes. *Computer and Chemical Engineering*, **26**, 1103–1116.
- Madhav, G. V., & Chhabra, R. P. 1995. Drag on non-spherical particles in viscous fluids. *International Journal of Mineral Processing*.
- Marchisio, D. L., Soos, M., Sefcik, J., Morbidelli, M., Barresi, A. A., & Baldi, G. 2006. Effect of Fluid Dynamics on Particle Size Distribution in Particulate Process. *Chemical Engineering & Technology*, **29**(2), 1991–1999.
- Mayrhofer, J., & Nývlt, J. 1988. Programmed cooling of batch crystallizer. *Chemical Engineering Process*, **24**.
- Mazzanti, G., Marangoni, A. G., & Idziak, S. H. J. 2005. Modeling phase transitions during the crystallization of multicomponent fat under shear. *Physical Review E*, **71**, 041607–1–041607–12.

- McCabe, W.L., Smith, J.C., & Harriot, P. 2007. *Operaciones unitarias en ingeniería química*. Mc Graw Hill.
- Mhaskar, P., El-Farra, N. H., & D., Christofides P. 2005. Robust hybrid predictive control of nonlinear systems. *Automatica*, **41**, 209–217.
- Miller, S. M. 1993. *Modelling and Quality control strategies for batch cooling crystallizer*.
- Morrison, F.A. 2013. *An Introduction to Fluid Mechanics*. Cambridge University Press.
- Mullin, J. W. 2001. *Crystallization*. Butterworth-Heiemann.
- Myerson, A. 2002. *Handbook of Industrial Crystallization*. Butterworth-Heiemann.
- Nocentini, M., Pinelli, D., & Magelli, F. 2002. Dispersion coefficient and settling velocity of the solids in agitated slurry reactors stirred with multiple rushton turbines. *Chemical Engineering Science*, **57**, 1877–1884.
- Pacheco, F. M., Ruiz, M., Sampieri, A., Ramírez, C., & Rodríguez, R. 2016. *Agitador multipropósito de paso continuamente variable para tanques y reactor de proceso*.
- Paengjuntuek, W., Kittisupakorn, P., & Arpornwichanop, A. 2008. Batch to batch Optimization of batch crystallization process. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, **39**, 249–256.
- Pagliolico, S., Marchisio, D., & A., Barresi. 1999. Influence of operating condition on BaSO₄ crystal size and morphology in a continuous Couette precipitator. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, **56**, 1423–1433.
- Paul, E. L., Atiemo-Obeng, V. A., & Kresta, S. M. 2004. *Handbook of Industrial Mixing. Science and practice*. John Wiley & Sons, Inc.
- Paul, E. L., Tung, H. H., & Midler, M. 2005. Organic crystallization processes. *Powder Technology*, **150**, 133–143.
- Perry, R.H., & Green, D.W. 1997. *Perry's Chemical Engineers handbook*. Mc Graw Hill.
- Phillips, R., Rohani, S., & Baldyga, J. 1999. Micromixing in a single-feed semi-batch precipitation process. *AIChE Journal*, **45**, 82–92.
- Pinelli, D., Montante, G., & Magelli, F. 2004. Disperion coefficient and settling velocities of solids in slurry vessels stirred with different types of multiple impellers. *Chemical Engineering Science.*, **59**, 3018–3089.

- Qi, N., Zhang, H., Zhang, K., Xu, G., & Yang, Y. 2013. CFD simulation of particle suspension in a stirred tank. *Particuology*, **11**, 317–326.
- Quintana, H. P., Bolaños, R. E., Miranda, C. B., & Salcedo, E. L. 2004. Mathematical Modeling and Kinetic Parameter Estimation in Batch Crystallization. *AIChE Journal*, **50**(7), 1407–1417.
- Quintana, H. P., Uribe, M. B., Rico, R. V., & Bolaños, R. E. 2008. Comparative analysis of power law type and diffusion-integration kinetic equations in batch cooling of sugar cane. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, **7**(2), 171–182.
- Ramírez, C. 2014. *Diseño y simulación del proceso de cristalización de azúcar en un sistema batch con agitador de paso variable*. Tesis de maestría, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.
- Ramírez, C., Ruiz, M., Pacheco, F. M., & Sampieri, A. 2014. *Diseño de agitador de paso variable y su aplicación en el proceso de cristalización de azúcar*. Memorias del XXXV Encuentro Nacional de la AMIDIQ.
- Richardson, J.F., & Zaki, W.N. 1997. Sedimentation and fluidisation: part I. *ICHEME*, **32**.
- Seader, J. D., Henley, E.J., & Roper, D.K. 2011. *Separation Process Principles*. John Wiley & Sons, Inc.
- Sessieq, P., Mier, P., Gruy, F., & Cournil, M. 1999. Solid particles concentration profiles in an agitated vessel. *ICHEME*, **77**.
- Sha, Z., & Palosaari, S. 2000. Mixing and crystallization in suspensions. *Chemical Engineering Science*, **55**, 1797–1806.
- Söhnel, O., & Garside, J. 1992. *Precipitation : basic principles and industrial applications*. Butterworth-Heinemann.
- Ståhl, M., & Rasmuson, A. C. 2009. Towards predictive simulation of single feed semibatch reaction crystallization. *Chemical Engineering Science*, **64**, 1559–1576.
- Svrcek, William Y., Mahoney, Donald P., & Young, Brent R. 2014. *A Real-Time Approach to Process Control*. 3a. edn. Wiley.
- Swamee, P. K., & Ojha, C. P. 1991. Drag coefficient and fall velocity of non-spherical particles. *Journal of Hydraulic Engineering*, **117**, 660–669.
- Treybal, E. R. 1981. *Operaciones de transferencia de masa*. Mc Graw Hill.

- Turton, R., Bailie, R. C., Whiting, W. B., & Shaeiwitz, J. A. 1998. *Analysis, Synthesis, and Design of Chemical Processes*. Prentice-Hall International, Inc.
- Uhlherr, P. H. T., & Sinclair, C. G. 1970. The effect of free-stream turbulence on the drag coefficient of spheres. *Proceedings Chemeca '70*, **1**, 1–13.
- Ulrich, J., & Fronhberg, P. 2013. Problems, potentials and future of industrial crystallization. *Chemical Science Engineering*, **7**, 1–8.
- Vega, A., F., Díez, & Alvarez, J.M. 1995. Programmed cooling control of a batch crystallizer. *Computer Chemical Engineering*, **19**, 471–476.
- Velázquez, C. O., Álvarez, R. J. J., & Bolaños, R. E. 2009. Comparative analysis of the crystallizer dynamics type continuous stirred tank: isothermic and cooling case. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, **8**(1), 127–133.
- Wang, Y., Ma, S., Lü, X., & Xie, C. 2012. Control of the agglomeration of crystals in the reactive crystallization of 5-Difluoromethoxy-2-Mercapto-1H-Benzimidazole. *Chemical Science Engineering*, **6**, 423–431.
- Wu, E. J., Zhu, Y., & Pullum, L. 2001. Impeller geometry effect on velocity and solids suspension. *ICHEME*, **79**.
- Yang, G., Louhi-Kultanen, M., Sha, Z., & Kallas, J. 2006. Determination of operating conditions for controlled batch cooling crystallization. *Chemical Engineering & Technology*, **29**, 200–205.
- Yao, W. G., Sato, H., Takahashi, K., & Koyama, K. 1998. Mixing performance experiments in impeller stirred tank subjected to unsteady rotational speeds. *Chemical Engineering Science*, **53**, 3031–3040.
- Zuoliang, S., & Seppo, P. 2000. Mixing and Crystallization in suspensions. *Chemical Engineering Science*, **55**(10), 1797–1806.