# ESTUDIO PRELIMINAR DEL EFECTO DE LA PRESION DE VACIO Y DEL VAPOR EN UN CRISTALIZADOR POR LOTES A NIVEL PLANTA PILOTO

# PRELIMINAR STUDY OF THE VACUUM PRESSURE AND STEAM EFFECT ON A BATCH CRISTALIZER AT PILOT PLANT LEVEL

L. López-Zamora*, O.J. Cadeza-Merino, K. Martínez-Martínez y E. Bolaños-Reynoso

*Departamento de Posgrado e Investigación. Instituto Tecnológico de Orizaba.*
*Oriente 9 No. 852, Col. Emiliano Zapata 94320 Orizaba, Ver., México.*

Recibido 24 de Julio 2007; Aceptado 3 de Abril 2008

**Resumen**

El estudio del efecto que ejerce tanto la presión de vacío como la presión del vapor sobre la masa de cristales formados y la distribución de tamaño de cristal en el proceso de cristalización por lotes a vacío, es de gran importancia para la industria azucarera, la cual requiere incrementar su eficiencia, aplicando condiciones ya probadas a nivel planta piloto. En este trabajo se ha estudiado el efecto de la implementación del perfil de desplazamiento máximo de la bomba de vacío, obteniendo un 56.39% de rendimiento contra los resultados obtenidos en la cristalización por enfriamiento. Se probaron además, diferentes presiones del vapor en la chaqueta, observándose que aplicando una presión del vapor de 0.15 kg/cm$^2$, a una solución saturada a 35ºC, se obtuvo una masa de cristales formados 39% superior a la masa obtenida en la cristalización por enfriamiento, con un diámetro promedio de 414.7153 µm y con una desviación estándar de 57.5629 µm, siendo el flujo promedio de evaporado de 13.619 ml/min. En base a los resultados obtenidos se puede concluir que, la implementación de perfiles de vacío y la reducción de la presión del vapor, en combinación con el tiempo de calentamiento, mejoran notablemente el proceso de cristalización.

*Palabras clave:* presión de vacío, presión del vapor, cristalización.

**Abstract**

The study of the effect that produce the vacuum pressure as the steam pressure over the formed crystal mass and the distribution of the crystal size in the vacuum batch crystallization process, is of great importance for the sugar industry, which require to increase its efficiency, applying already tested conditions at pilot plant level. In this paper it's been studied the effect of the implementation of the maximum displacement of the vacuum pump profile, obtaining a 56.39% of performance against the obtained results in the crystallization by cooling off. It's been tested also, different steam pressures in the jacket, observing that applying a steam pressure of 0.15 kg/cm$^2$, at a saturated solution in 35°C, it can be obtained a formed crystal mass 39% of performance against the obtained results in the crystallization by cooling off, with a average crystal diameter of 414.7153µm., a standard deviation of 57.5629µm, average evaporated flow was 13.1619 ml/min, On the basis of the obtained results it can be concluded that, the implementation of the vacuum profiles improves and the diminishing of the steam pressure, in combination with the warming time, improves considerably the crystallization process.

*Keywords*: vacuum pressure, steam pressure, crystallization.

## 1. Introducción

La automatización de los cristalizadores a vacío es de gran importancia en la estrategia de operación, desarrollo y modernización de la industria azucarera. El objetivo de esta automatización es cristalizar el azúcar que se disuelve en el jarabe proveniente de los evaporadores obteniendo como productos finales: cristales de azúcar que cumplan ciertos parámetros de calidad (tamaño uniforme, color, contenido de azúcar, etc.) y melazas, las cuales deben poseer el mínimo contenido de sacarosa.

La cristalización a vacío ocurre hirviendo una solución de azúcar hasta obtener la sobresaturación y crecimiento de cristales. Debe tenerse cuidado de que no se exceda la sobresaturación crítica, para prevenir la nucleación que afecta grandemente la calidad del producto final. A nivel industrial, la operación se realiza en forma subjetiva y semiempírica. Se tiene la hipótesis de que la implementación de perfiles de regulación de vacío,

* *Corresponding author*: *E-mail: llopezz02@yahoo.com.mx*
*Tel. (272) 72-570-56*



Publicado por la Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química A.C.

para controlar la presión, así como el control de la presión del vapor para regular el flujo de evaporado mejorará notablemente el proceso de cristalización.

Batterham *y col*. (1972) y Diepen *y col*. (2000) realizaron estudios en relación al control y regulación del flujo de vapor en cristalizadores por lotes, obteniendo resultados satisfactorios en cuanto a la regulación de la velocidad de evaporación y al control adecuado de la temperatura, respectivamente. Tahal (2000) realizó un nuevo modelo para un cristalizador a vacío, en el cual aplicó un control retroalimentado. En su investigación, mencionó que la acción de control puede ser aplicada tanto al vapor (velocidades de evaporación) como a las velocidades de alimentación de jarabe. Ghurair y Singh (1999) y Bock *y col*. (2003) realizaron estudios sobre eficiencia energética del vapor en la etapa de cristalización en refinerías de azúcar, obteniendo resultados favorables en relación a la minimización en el consumo de vapor, utilizando perfectamente la capacidad disponible e incrementando la calidad del azúcar. En este trabajo se realizaron experimentaciones implementando un perfil de desplazamiento máximo de la bomba de vacío y perfiles de presión del vapor en la chaqueta de calentamiento, obteniendo mejores rendimientos que con la cristalización por enfriamiento.

## 2. Metodología Experimental.

### *2.1. Rediseño del equipo.*

Se acondicionó un cristalizador de acero inoxidable con motor de agitación variable y chaqueta de calentamiento-enfriamiento, para lograr que opere bajo los dos modos de cristalización (enfriamiento y vacío). Entre las más importantes modificaciones realizadas se tienen: alimentación de vapor a la chaqueta, salida de condensado de la chaqueta, descarga de la solución, salida del flujo de evaporador, alimentación de la solución, empaque del cristalizador, mirilla, muestreo y motor del agitador. Se diseñó e implementó el siguiente equipo auxiliar: condensador de superficie, bomba de vacío, trampa de humedad, transductor de presión de vacío y generador eléctrico de vapor.

### *2.2. Obtención de condiciones de operación*

Se realizaron pruebas de hermeticidad máxima para garantizar la adecuada operación del equipo. Se consideró una mezcla de azúcar y agua en solución saturada a 70 °C, con una concentración de 75.9°Bx, realizando el sembrado a los 6 seg y un tiempo de operación de 120 min. Se llevaron a cabo tres pruebas de operación, con las siguientes características:

**Prueba 1**, se empleó el perfil de desplazamiento máximo de la bomba de vacío para alcanzar un temperatura final de 40°C y una presión de vacío de 25 pulgadas Hg. Se considera perfil de desplazamiento máximo de la bomba de vacío, debido a que ésta inicia una trayectoria, a partir de una presión inicial establecida previamente hasta un vacío máximo, sin suministro de calor, lo cual produce un enfriamiento por evaporación adiabática.

**Prueba 2**, se mantiene una evaporación por 60 min, a una presión de vacío entre 21 – 22 pulgadas Hg, con una temperatura final de 65°C, a fin de permitir un gradiente de temperatura de 5ºC. En el minuto 60, se inicia el perfil de desplazamiento máximo de la bomba de vacío, alcanzando una presión máxima de vacío de 25 pulgadas Hg.

**Prueba 3**, se reduce el tiempo de operación de 120 min a 45 min, manteniendo las mismas condiciones que en la **Prueba 2**.

### *2.3 Implementación del perfil de desplazamiento máximo.*

En base a las tres pruebas anteriores, se plantearon dos estrategias de operación similares a las de operación industrial con soluciones saturadas de azúcar a 70°C, las cuales consisten en:

**Estrategia 1**. Mantener un tiempo de evaporación a vacío de 30 min, a una presión de vacío entre 21 – 22 pulgadas Hg (65°C). Aplicar el perfil de desplazamiento máximo de la bomba de vacío, durante los 60 minutos restantes. Esto permitirá mantener una presión de vacío de 25 pulgadas Hg, para lograr un enfriamiento por evaporación adiabática, sin requerir alimentación de vapor en la chaqueta.

**Estrategia 2**. Mantener una temperatura de 65°C durante toda la carga y una presión de vacío entre 21-22 pulgadas Hg. Para esta estrategia se consideraron dos tiempos de operación: 60 min (**Estrategia 2a**) y 75 min (**Estrategia 2b**). Al minuto 30, se alimenta una cantidad de solución saturada, equivalente al 10% de la alimentación, a una temperatura de 60°C. Lo anterior, evita el aumento excesivo de la sobresaturación, lo cual podría provocar una aglomeración de la masa. Esta estrategia es similar a la empleada en los ingenios azucareros, lo que origina un proceso semi discontinuo.

### *2.4 Desarrollo de perfiles de la presión del vapor.*

A partir de los datos proporcionados por el Ingenio Azucarero de Tres Valles y de datos reportados por Hugot (1963), se plantearon las siguientes estrategias:

**Estrategia 1**. Considerar dos presiones del vapor diferentes y dos tiempos de alimentación del vapor. La Tabla 1, muestra las condiciones de operación empleadas para esta estrategia.

**Estrategia 2**. En base a los resultados obtenidos de la **Estrategia 1**, considerar una solución saturada a 40°C (70.32°Bx), y una a 35°C

(69.29°Bx) permaneciendo iguales el resto de las condiciones mencionadas en la Tabla 1.

Tabla 1. Condiciones de operación de la **Estrategia 1**, en el desarrollo de los perfiles del vapor.

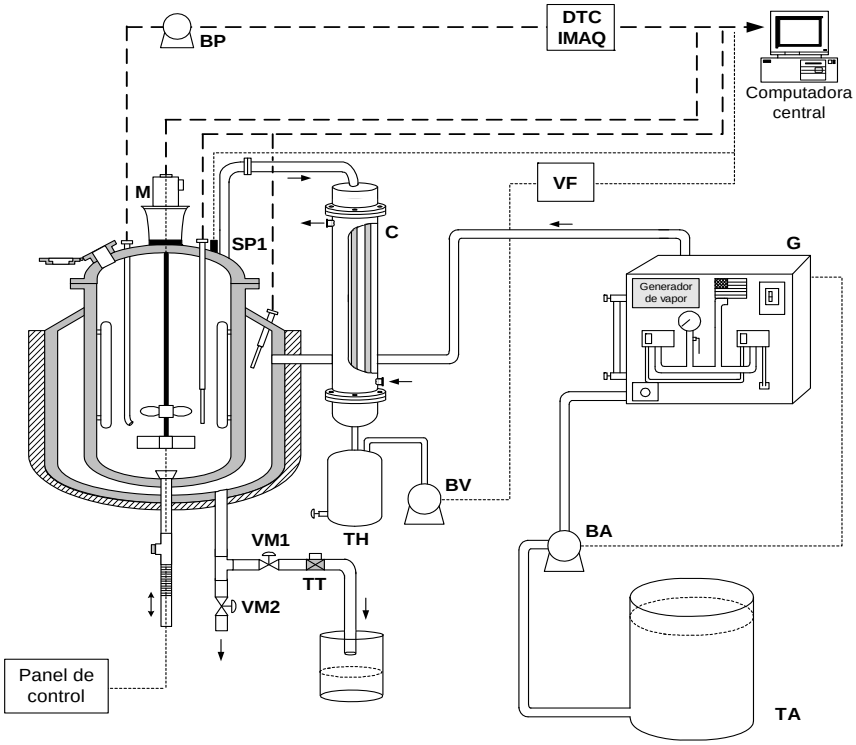
| Variables | Valores |
|---|---|
| Concentración de la solución de azúcar saturada a 70°C | 75.96°Bx |
| Presión de vacío constante (30 min) | 21 -22 in Hg |
| Tiempo de carga | 90 min |
| Agitación constante | 225 rpm |
| Tiempo de sembrado | 0.1 min del tiempo de carga |
| Masa sembrada de cristales | 6.5 g |
| Diámetro promedio de la semilla de siembra D(4,3) | 195.309957 µm |
| Desviación estándar de la semilla de siembra S(4,3) | 19.524451 µm |
| Temperatura de agua de enfriamiento para el condensador | 22°C |
| Presión del vapor (2 niveles) | 0.2, 0.15 kg $cm^{-2}$ |

*2.5 Cuantificación del diámetro promedio del cristal (D(4,3)) y de la desviación estándar (S(4,3)).*

Para el cálculo del D(4,3) y S(4,3) se emplea el software IMAQ$^{TM}$ Vision Buider y el programa DTC Adq-Im Versión 1.0. En este cálculo, el usuario selecciona el área de partículas de cristales (IMAQ, 2000). El procedimiento para el cálculo del D(4,3) y S(4,3) promedios mediante el software DTC Adq-Im Versión 1.0, se encuentra descrito en Córdova (2004).

## 3. Resultados y discusión.

La Fig. 1 muestra el rediseño final del cristalizador por lotes con una capacidad de 12.7779 L en su interior y 11.1029 L en la chaqueta. Para su operación en forma automática consta de dispositivos y accesorios descritos en la Tabla 2. La finalidad de este rediseño consiste en poder operar en forma similar a la de un cristalizador a nivel industrial, manteniendo la posibilidad de realizar cristalizaciones por enfriamiento. En la Tabla 3 se presentan las similitudes entre la infraestructura existente y un cristalizador a nivel industrial.




| | | | |
|---|---|---|---|
| C | Condensador | TT | Trampa termodinámica |
| BA | Bomba de alimentación caldera | TH | Trampa de humedad |
| BV | Bomba de vacío | SP1 | Sensor de presión de vacío |
| BP | Bomba peristáltica | VF | Variador de frecuencia |
| TA | Tanque de agua | G | Generador eléctrico de vapor |
| VM1,VM2 | Válvula manual 1 y 2 | M | Motor del agitador |

Fig. 1. Diagrama del cristalizador por lotes a vacío.

Tabla 2. Instrumentación del cristalizador por lotes a vacío.

| Cantidad | Instrumento |
|---|---|
| 1 | Cristal termotemplado |
| 1 | Termopar tipo J |
| 1 | Bomba hidráulica modelo TP60 marca Barnes Barnesa |
| 2 | Termopozos de acero inoxidable |
| 1 | Aislamiento térmico para alta temperatura |
| 1 | Módulo de relevadores de estado sólido (5) SSR. |
| 1 | Interfase para el variador de velocidad del agitador. |
| 1 | Resistencia eléctrica tipo "U" |
| 1 | Sistema de tubería para la circulación del agua de calentamiento-enfriamiento |
| 4 | Válvulas solenoides marca ASCO de 2 vías para vapor |
| 1 | Agitador para tanque cerrado modelo NSDB. |
| 1 | Impulsor tipo propela marina de 3'' de diámetro con tres hojas de acero inoxidable 316. |
| 1 | Impulsor tipo paletas planas en acero inoxidable 316, de 3'' de diámetro. |
| 2 | Tanques de plástico de 50 L de capacidad, con tapa. |
| 4 | Tarjeta de Adquisición de datos (NI PCI-6023E, NI PCI-6025E, NI PCI-6711 y NI PCI-232/2 |
| 2 | Módulo de acondicionamiento de señal (NI SCC-TC02). |
| 1 | Sistema No break. (sistema ininterrumpible de energía) UPS. |
| 1 | Tarjeta de adquisición de imágenes (NI PCI-1409). |
| 1 | Cámara monocromática con video RS-170 |

Tabla 3. Similitudes entre el cristalizador planta piloto y un cristalizador industrial

| Característica |
|---|
| Medio de calentamiento por vapor |
| Presión de operación a vacío |
| Agua como fluido de enfriamiento en el condensador |
| Solución de azúcar como sustancia de trabajo |
| Sembrado de semillas de azúcar |
| Realización de muestreos de la solución |
| Circulación de la solución en el cristalizador |

La realización de las **Pruebas 1** a la **3**, permitieron establecer los límites de operación del cristalizador. Para alcanzar una cristalización adecuada, en cuanto a masa de cristales formados (MCF) y la D(4,3), el cristalizador debe operar con una presión de vacío entre 21 – 22 pulgadas Hg. La evaporación debe mantenerse por un tiempo inferior a 45 min, con una temperatura de operación de 65ºC.

Estas condiciones, garantizan que la cristalización se está llevando a cabo dentro de la primera zona metaestable, manteniéndose a una distancia razonable de la línea de equilibrio. En esta zona, la nucleación se inhibe completamente y se favorece el crecimiento de cristales sembrados.

Partiendo de las condiciones de operación mencionadas, se implementaron los perfiles de desplazamiento máximo. La Tabla 4, muestra los rendimientos obtenidos al aplicar la **Estrategia 1**, **2a** y **2b**. Se observa, que el rendimiento más alto se alcanzó empleando las condiciones de la **Estrategia 1**. La Fig. 2, muestra las trayectorias del comportamiento del D(4,3) para las Estrategias propuestas. El mejor diámetro promedio del cristal, se obtuvo empleando la **Estrategia 1**, con un valor de 732.72403 μm.

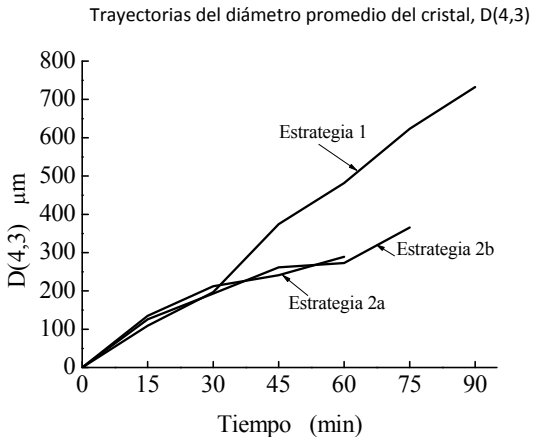



Fig. 2. Trayectorias del comportamiento del diámetro promedio de cristal D(4,3) al implementar los perfiles de desplazamiento máximo.

Tabla 4. Rendimientos de la Masa de Cristales formados, obtenidos al aplicar los perfiles de presión del vapor

| Modo de operación | Masa de azúcar alimentada (g) | MCF final (g) | Rendimiento (%) |
|---|---|---|---|
| **Estrategia 1** | 9,235.98 | 5,208.40 | 56.39 |
| **Estrategia 2a** | 10,159.57 | 4,387.00 | 43.18 |
| **Estrategia 2b** | 10,159.57 | 5,172.40 | 50.91 |

El sistema discontinuo, presentó mejores rendimientos en comparación con el sistema semi discontinuo. La implementación de perfiles de presión de vacío, favoreció el enfriamiento por evaporación adiabática. Al aprovechar el calor latente de vaporización, se redujo el consumo de vapor y por ende, los gastos energéticos. También, se incrementó la formación de masa de cristales, el no considerar la introducción de alimentación durante el lote, favorece la no variabilidad en la calidad del producto.

En la Tabla 5 se muestra una comparación entre los resultados obtenidos empleando cristalización por enfriamiento y cristalización a vacío, siendo notable el rendimiento obtenido.

La Tabla 6 muestra una comparación entre los resultados obtenidos entre la **Estrategia 1a** y la **Estrategia 2b**. Se puede observar que con la primera estrategia aunque se obtiene un rendimiento alto (95%), la D(4,3) alcanzada sólo se incrementó un 43% con respecto al inicial, en tanto que con la **Estrategia 2b**, se obtiene el efecto contrario, el tamaño de la D(4,3), se incrementa un 53%, en tanto que sólo se logra un rendimiento del 38% en la MCF.

La calidad del producto en el proceso de cristalización, se ve influenciada por diversas variables de operación, como son: niveles de sobresaturación, presión, temperatura, concentración y modo de operación, entre otras. En los resultados obtenidos al implementar los perfiles del vapor, es claro que mientras al aplicar la **Estrategia 1a**, se favorece la MCF, al aplicar la **Estrategia 2b**, se mejora la D(4,3) disminuyendo el rendimiento.

Tabla 5. Comparación de los rendimientos de la Masa de Cristales formados para cristalización por lotes, en modo enfriamiento y vacío.

| Modo de operación | Masa de azúcar alimentada (g) | MCF final (g) | Rendimiento (%) |
|---|---|---|---|
| Enfriamiento | 9,235.98 | 2,300.74 | 24.91 |
| Vacío | 9,235.98 | 5,208.40 | 56.39 |

Lo anterior demuestra la necesidad de implementar sistemas de control tanto en la presión de vacío como en la presión del vapor, de tal forma que se pueda lograr una interrelación adecuada de las variables de operación, que favorezcan tanto la MCF como la D(4,3), factores que determinan la calidad del producto cristalizado.

La cuantificación, más precisa, de la D(4,3) y la S(4,3) se muestra en las figs. 3 y 4 respectivamente, mediante el empleo del software IMAQ$^{TM}$ Vision Buider y el programa DTC Adq-Im Versión 1.0. En la Fig. 3 se observa que el cristal fue creciendo consecutivamente, hasta llegar a un tamaño de 414.7153 μm. Siendo más rápido el crecimiento a partir del minuto 60 debido a que a este tiempo la solución comenzó a alcanzar la mayor sobresaturación. En la Fig. 4, se observa que en los minutos 45 y 75 hay una desviación mayor con respecto a las otras, debido a que en estos tiempos la muestra fue pequeña y no se obtuvieron suficientes imágenes para su análisis. En el minuto 60, se obtuvo una muestra representativa que contenía cristales uniformes por lo que la S(4,3) fue baja.

La Fig. 5 muestra las distribuciones Log-normal, obtenidas con el software IMAQ$^{TM}$ Vision Buider. En ellas se observa que con el incremento del tiempo de proceso, existe un mayor porcentaje de volumen de cristales de tamaño grande.

Tabla 6. Resultados comparativos entre la **Estrategia 1a** y **2b.**

| Variable | Estrategia 1a | Estrategia 2b |
|---|---|---|
| Tiempo del lote | 75 min. | 105 min. |
| *Tiempo de alimentación del vapor* | 15 min. | 30 min. |
| Masa de cristales formados | 8,781.4 g. | 3,206.4 g. |
| Diámetro promedio de la semilla de siembra D(4,3) | 337.8343 μm | 414.7153 μm. |
| Desviación estándar de la semilla de siembra S(4,3) | 68.9883 μm | 57.5629 μm. |
| Rendimiento con respecto a la masa alimentada | 95% | 38% |

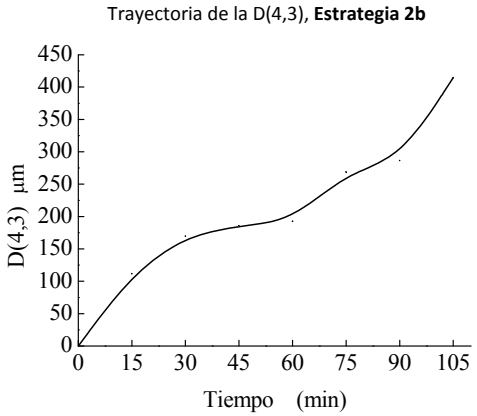



Fig. 3. Cuantificación de la trayectoria del D(4,3), empleando el software IMAQ$^{TM}$.

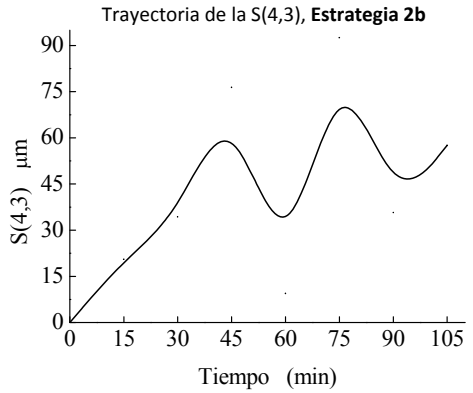



Fig. 4. Cuantificación de la trayectoria del S(4,3), empleando el software IMAQ$^{TM}$.

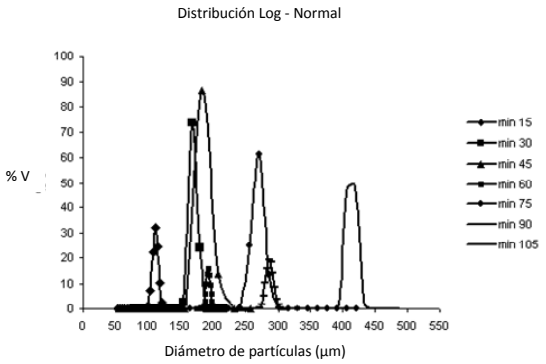



Fig. 5. Distribución Log-Normal para los minutos 15, 30, 45, 60, 75, 90 y 105 de la **Estrategia 2b** del desarrollo de perfiles de presión del vapor.

## Conclusiones

El cristalizador por lotes a vacío a nivel planta piloto, opera bajo condiciones similares a los procesos industriales de cristalización. Las variables evaluadas para dicha similitud son: presión del vapor, presión máxima de vacío, temperatura del cristalizador, concentración de la alimentación y el tiempo del lote, garantizando que la cristalización se lleva a cabo dentro de la primera zona metaestable. La implementación del perfil de desplazamiento máximo de la bomba de vacío, favoreció la cristalización por lotes, incrementando el rendimiento y reduciendo el consumo de vapor. Para este cristalizador el suministro de presión de vapor debe ser bajo (< 0.15 kgcm$^{-2}$) para lograr una evaporación que favorezca tanto la MCF como el D(4,3) . El uso de herramientas de software es una parte fundamental que permite realizar caracterizaciones del proceso en estudio, brindando información valiosa en línea.

## Nomenclatura

DTC distribución del tamaño de cristal.
D(4,3) diámetro promedio del cristal, $\mu$m.
S(4,3) desviación estándar del tamaño del cristal, $\mu$m.
MCF masa de cristales formados, g.

## Referencias

Batterham, R. J., Frew, J. A., Rees, N. W. (1972). The Control of Vacuum Pan Crystallizers. *Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization, Thirty-Ninth Conference*, Australia.

Bock, W., Konig, H., Litz, L. (2003). Optimal coordination of crystallization batch processes using rules and practices of extreme programming, Control Applications, 2003. CCA 2003. *Proceedings of 2003 IEEE* Conference on, Volume 1, 23-25, June, Page(s):856 - 860 Vol. 2.

Córdova, P. N. M. (2004). *Determinación de las condiciones de siembra para maximizar el crecimiento de partículas obtenidas mediante cristalización batch por enfriamiento*. Tesis de Maestría en Ciencias en Ingeniería Química, Instituto Tecnológico de Orizaba, México.

Diepen, P. J., Bruinsma, O. S. L., Van Rosmalen, G. M. (2000). Melt crystallization by controlled evaporative cooling. The caprolactam–water system in batch operation. *Chemical Engineering Science 55* (*18*) 3575-3584.

Ghurair Al, J., Singh, G. C. (1999). Al Khaleej Sugar An Energy Efficient Refinery, *Sugar Industry Technologists Meeting,* May 9-12, Estoril, Portugal, S.I.T. Paper # 751.

Hugot, E. (1963). *Manual para Ingenieros Azucareros.* Editorial C.E.C.S.A., México.

IMAQ Vision for LabVIEW User Manual (2000), National Instruments Corporation.

Ingenio Azucarero de Tres Valles. Grupo PIASA, S.A. de C.V. Visita Industrial.

Tahal, T. V. (2000). *New Models For Sugar Vacuum Pans*. Individual Inquiry, Department of Chemical Engineering, University of Queensland, Australia.