

## **Evaluación de un prototipo de cristalizador para agotamiento en la industria azucarera**

Dr. Rolando Santana Machado, Dra. Lourdes Zumalacárregui de Cárdenas, Dra. Cándida Díaz Ramírez, Dr. Tito Díaz Bravo, MC Felipe Fragoso Concepción<sup>1</sup>, Dr. Pedro Pérez<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Facultad de Ingeniería Química, Instituto Superior Politécnico “José Antonio Echeverría”. <sup>2</sup> Instituto Cubano de Investigación de la Industria Azucarera.

E mail: gazucar@quimica.cujae.edu.cu, Teléfono: 2663396.

### **Resumen**

Se analiza la necesidad de imprimir una mayor velocidad relativa cristal-solución a las masas cocidas en tachos y cristalizadores como medio para lograr mayor agotamiento en menor tiempo y se presentan los resultados alcanzados en la evaluación de un prototipo de cristalizador vertical de 1 m<sup>3</sup> de capacidad. Se presentan las curvas de enfriamiento y los valores de coeficientes de transferencia de calor obtenidos. La comparación con los resultados obtenidos en un cristalizador convencional arroja valores de pureza en las mieles finales menores en un menor tiempo.

Palabras claves: Agotamiento de mieles, cristalizador de agotamiento.

### **Abstract**

The convenience of a high relative velocity between crystal and solution in pans and crystallizers to obtain higher exhaustion in smaller times is discussed in this paper. The evaluation of a new vertical crystallizer model with 1m<sup>3</sup> of capacity is presented. Cooling kinetic and heat transfer coefficients are shown. Comparison with the results obtained in a conventional crystallizer shows that for the prototype, the purity values for exhaust molasses are smaller than for the conventional crystallizer and the crystallizing time is smaller also.

Key words: Exhaust molasses, crystallizer.

### **Introducción**

El agotamiento de las mieles finales juega un papel fundamental en la eficiencia industrial de un central azucarero y en particular en el grado de recobrado que exhiba una fábrica de azúcar. Prácticamente de los 20 kg de pérdidas en el proceso por cada 100 kg de azúcar que entre a la fábrica, 10 kg permanecen como azúcar no cristalizada en las mieles finales o forman parte de las pérdidas debidas a insuficiencias en el sistema de agotamiento.

A partir de la década del 80, el incremento en la pureza de las mieles se agudizó, alcanzándose valores de pureza superiores a 40 y una producción de miel relativamente estable alrededor de 0,022 – 0,026 m<sup>3</sup> por tonelada de caña.

La pureza de la miel final está condicionada fundamentalmente por dos factores físico- químicos: uno termodinámico y otro cinético.

El factor termodinámico o de la solubilidad de la sacarosa en soluciones impuras determina la sobresaturación a que se trabaja e impone un límite al agotamiento posible a lograr.

El factor cinético, relacionado con la velocidad de cristalización de la sacarosa en soluciones impuras, condiciona las dimensiones del equipamiento tecnológico y el tiempo de residencia de las masas cocidas en los cristalizadores de agotamiento.

Muchos han sido los diseños de cristalizadores empleados en la industria azucarera para culminar el proceso que se inicia en el tacho (BMA, 2006; Llano, 2005; Honig, 1978; Smythe, 1967) pero el tiempo requerido para agotar el licor madre en que están suspendidos los cristales al salir del tacho, sigue siendo alto, presentándose en ocasiones tiempos de residencia en los cristalizadores entre 20 y 40 horas.

## **Desarrollo**

### **Velocidad de cristalización en soluciones impuras**

Se han desarrollado innumerables teorías para representar el proceso de crecimiento de cristales que tiene lugar a partir de soluciones sobresaturadas. Estas van desde la escala atómica a la macroscópica, arribándose en ellas a expresiones teóricas de la velocidad de crecimiento de los cristales. Sin embargo, es una opinión generalizada la de que aún hoy en día no existe una ecuación que modele adecuadamente el complejísimo fenómeno de la cristalización.

En este sentido, Smythe (1967) planteó que “no hay aún una teoría general aplicable que permita la evaluación cuantitativa de los factores que influyen en el importante proceso práctico de la cristalización a partir de soluciones”. No obstante, hay un aspecto en el que las teorías coinciden, y es que en el crecimiento del cristal a partir de una solución sobresaturada, la sustancia disuelta tiene que transportarse desde el seno de la solución hacia la superficie del cristal e incorporarse al retículo cristalino. En el paso de transferencia de masa se involucran fenómenos convectivos y difusionales, mientras que el acomodo cristalino se trata como un mecanismo de reacción heterogénea. El paso controlador que define la velocidad del proceso puede ser uno o el otro, en dependencia de las condiciones de operación del sistema.

La velocidad de cristalización de la sacarosa a partir de soluciones impuras depende fundamentalmente de: la sobresaturación, la temperatura, el movimiento relativo cristal-solución,

y la cantidad y tipo de impurezas. En este trabajo se centra el estudio en el análisis de la influencia del movimiento relativo cristal-solución en la velocidad de cristalización.

### **Velocidad de cristalización y movimiento relativo cristal-solución**

Para asegurar una operación rápida y eficiente de los tachos al vacío y cristalizadores se requiere mantener una buena circulación de las masas cocidas. Honig (1978) lo resume como “El tacho ideal es aquél en que todas las condiciones de la masa cocida en proceso de cristalización tienen la máxima uniformidad posible en cuanto a densidad, contenido de cristales, sobresaturación y temperatura y que esta uniformidad se mantiene para todo el contenido del tacho”.

La cristalización continua de azúcar por enfriamiento ha sido estudiada en los últimos años. (Guerra, 1984; Llano-Restrepo, 2005; Domínguez, 2004). Los trabajos desarrollados en el laboratorio de investigaciones azucareras de la Facultad de Ingeniería Química, condujeron al desarrollo de una tecnología para la cristalización continua de azúcar por enfriamiento (Guerra, 1989) que emplea un equipamiento para la cristalización que garantiza un alto grado de mezcla de los magmas, lo que facilita el contacto cristal-solución, favoreciendo la cinética del crecimiento de los cristales. Este hecho indujo a pensar en el empleo de este equipo como cristizador de agotamiento y a tales efectos se realizaron experiencias en un mezclador de 1m<sup>3</sup> de capacidad en una instalación industrial. Para el escalado del equipo se emplearon similitudes y correlaciones características que se detallan en la bibliografía especializada. (Chavan, 1975, 1983)

El cristizador empleado, al que llamaremos prototipo en este trabajo, consta de un recipiente exterior cilíndrico que contiene interiormente otro cilindro concéntrico de menor tamaño y abierto por sus bases para garantizar el movimiento de la masa. Dentro del cilindro interior se coloca un agitador helicoidal que permite el ascenso forzado de la masa por el centro, para que luego ocurra el descenso de ésta por gravedad en la parte exterior del cilindro interno. El cilindro exterior posee una doble chapa que forma una camisa para el calentamiento o enfriamiento de la masa cocida.

## **Resultados y discusión**

### *Primera serie de experimentos*

Una vez descargado el tacho al cristizador comercial y llenado el prototipo con la misma masa de agotamiento, se realizó la secuencia de pasos siguiente:

- Se tomó la temperatura inicial en ambos cristalizadores.

- Se abrió la alimentación de agua fría a la camisa de intercambio térmico del prototipo. El flujo de agua fue tal que prácticamente las temperaturas de entrada y salida del agua eran iguales.
- Al bajar la temperatura de la masa contenida en el prototipo 10°C, se tomó una muestra para análisis, se separó el licor madre de los cristales y se realizaron las determinaciones de brix, pol y pureza.
- La operación anterior se repitió cada vez que la masa disminuyó su temperatura en 10 °C hasta alcanzar aproximadamente 40 °C.
- Se realizaron análisis de comparación con la masa cocida del cristalizador industrial. La primera muestra se tomó al concluirse la experimentación en el prototipo y la segunda a las 24 horas de haberse descargado el tacho.

La agitación en el prototipo se mantuvo a 20 rpm. Los resultados experimentales se presentan en la Figura 1.

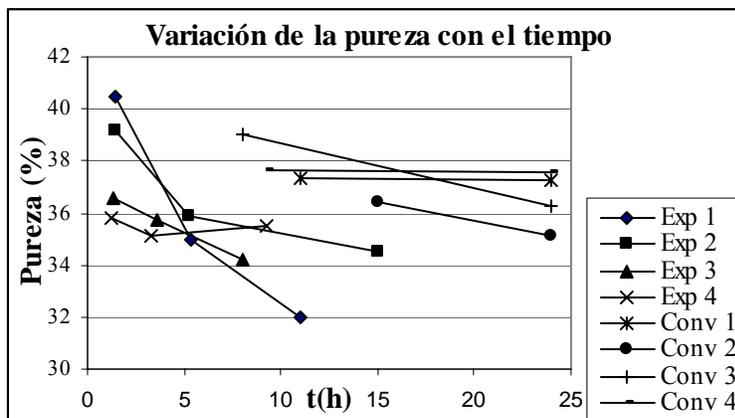


Figura 1 Comparación entre ensayos en el prototipo y en el cristalizador convencional.

De los resultados se extrajeron las siguientes conclusiones:

- En todos los casos la caída de pureza entre la masa cocida y la miel fue mayor en el prototipo que en el cristalizador industrial y se alcanzó en un tiempo de agotamiento menor al comparar con éste, lo que evidencia un coeficiente de transferencia de masa mayor en el cristalizador experimental.
- La disminución de temperatura en el tiempo fue mayor en el cristalizador experimental, motivado por la alta circulación de la masa en este equipo.
- Tanto la disminución de pureza de la miel final como de la temperatura de la masa cocida varió de un experimento al otro, tanto en el cristalizador industrial como en el prototipo, lo que pone de manifiesto la diversidad de las impurezas que acompañan las masas de agotamiento.

### Nueva serie de experimentos

Tomando como base los resultados anteriores se desarrolló una nueva serie de experimentos dirigidos a evaluar parámetros relacionados con el régimen de enfriamiento y de mezclado.

El régimen de enfriamiento y el de mezclado influyen directamente en la eficiencia del cristalizador. En la Figura 2 se presentan resultados del enfriamiento logrado en el cristalizador objeto de evaluación. A pesar de que la práctica impone condiciones experimentales no del todo uniformes, pueden distinguirse:

- Masas con temperaturas iniciales alrededor de los 70°C y masas próximas a 60°C.
- Consumos de agua de enfriamiento próximos a  $1,3 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$  y otras con consumos próximos a  $2,3 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ .
- Valores obtenidos con un régimen de agitación de 40 rpm y otros a 20 rpm.

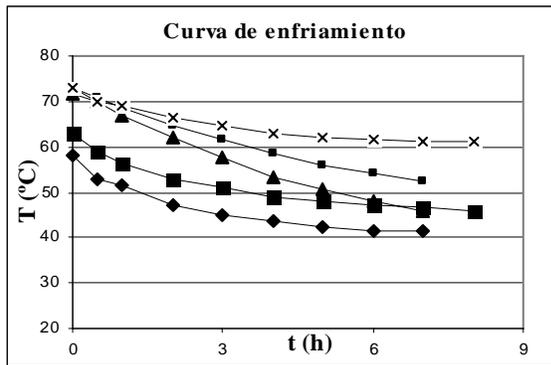


Figura 2. Variación de temperatura durante el enfriamiento a 20rpm y 40 rpm.  $\blacklozenge$   $1,5\text{E-}4\text{m}^3\text{s}^{-1}$ ; 20 rpm;  $\blacksquare$   $2,0\text{E-}4\text{m}^3\text{s}^{-1}$ ; 20rpm;  $\blacktriangle$   $2,1\text{E-}4\text{m}^3\text{s}^{-1}$ ; 20rpm  $\blacksquare$   $1,2\text{E-}4\text{m}^3\text{s}^{-1}$ ; 40rpm;  $\times$   $2,7\text{E-}4\text{m}^3\text{s}^{-1}$ ; 40rpm

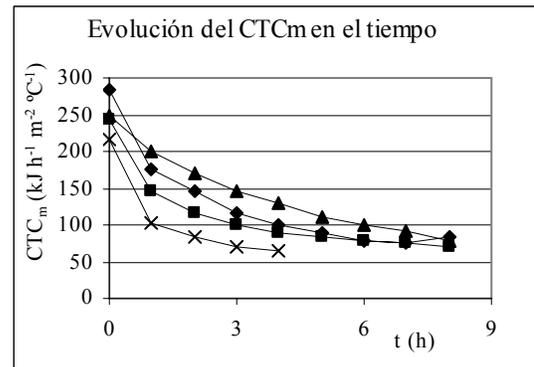


Figura 3. Variación del CTCm con el tiempo a 20 rpm y 40 rpm  $\blacklozenge$   $1,5\text{E-}4\text{m}^3\text{s}^{-1}$ ; 20rpm;  $\blacksquare$   $2,1\text{E-}4\text{m}^3\text{s}^{-1}$ ; 20rpm;  $\blacktriangle$   $1,2\text{E-}4\text{m}^3\text{s}^{-1}$ ; 40rpm;  $\times$   $2,7\text{E-}4\text{m}^3\text{s}^{-1}$ ; 40rpm

El análisis de estos valores revela que las mejores condiciones de enfriamiento se logran a los niveles más bajos de agitación y mayores gastos de agua, alcanzándose en los primeros momentos pendientes de  $5 - 10 \text{ }^\circ\text{C h}^{-1}$ . Sin embargo, el régimen de enfriamiento se deteriora a medida que disminuye la temperatura.

El siguiente modelo de regresión lineal múltiple describe la relación entre la diferencia de temperatura inicial y la temperatura a un tiempo  $t$  ( $T_0 - T_c$ ) y las variables consumos de agua ( $G$ ), velocidad de agitación (rpm) y tiempo ( $t$ ), con un 99% de confianza,  $R^2$  ajustado de 97,3% y desviación estándar de los residuos de 2,09.

$$T_o - T_c = 23219.7 * G - 0.145911 * \text{rpm} + 4.99177 * t - 0.363795 * t^2$$

En la Figura 3 se presenta la disminución del coeficiente de transferencia de calor medio CTCm con el tiempo, para varios gastos de agua. El CTCm fue calculado como:

$$CTCm = 3,6 * \frac{\rho * c * G}{2\pi * R * H} \ln \frac{T_c - T_2}{T_c - T_1}$$

donde:  $\rho$ : densidad del agua ( $\text{kgm}^{-3}$ );  $c$ : capacidad calórica

específica del agua ( $\text{Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$ );  $G$ : gasto de agua de enfriamiento ( $\text{m}^3\text{s}^{-1}$ );  $R$ : radio del cilindro exterior (m);  $H$ : altura del cilindro exterior (m);  $T_c$ : temperatura de la masa cocida ( $^{\circ}\text{C}$ );  $T_1$ : temperatura de entrada del agua ( $^{\circ}\text{C}$ ),  $T_2$ : temperatura de salida del agua ( $^{\circ}\text{C}$ ); CTCm: coeficiente de transferencia de calor medio ( $\text{kJ h}^{-1} \text{m}^{-2} \text{^{\circ}C}^{-1}$ ). El siguiente modelo de regresión lineal múltiple describe la relación entre el coeficiente de transferencia de calor medio y las variables consumo de agua ( $G$ ), velocidad de agitación (rpm) y tiempo ( $t$ ), con un 99% de confianza,  $R^2$  ajustado de 96,9% y desviación estándar de los residuos de 24,35.

$$CTCm = -48.6894 * t + 8.02475 * \text{rpm} + 1.25564E6 * G - 44581.1 * \text{rpm} * G + 3.74561 * t^2$$

En la Figura 4 se presenta la evolución en el tiempo de la pureza del licor madre a 20 rpm y a 40 rpm. En ella se aprecia una tendencia al incremento de la pureza en los momentos iniciales, para luego descender gradualmente. Es de notar que a partir de esta zona máxima no se observan grandes diferencias entre el trabajo de agotamiento para los dos niveles de agitación ensayados en el prototipo.

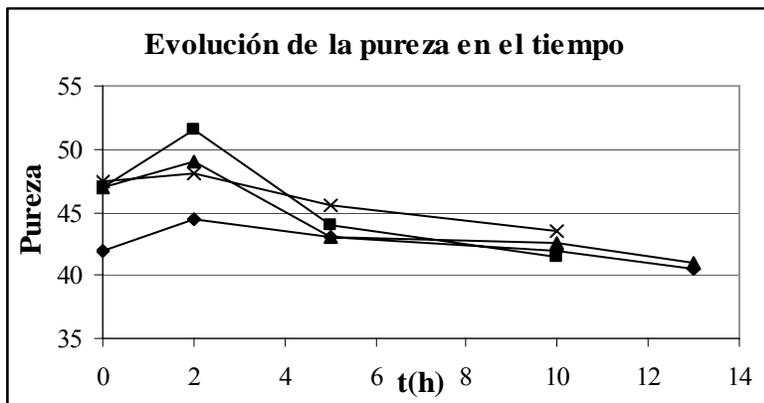


Figura 4. Variación de la pureza con el tiempo ◆  $1,5E-4\text{m}^3\text{s}^{-1}; 20\text{rpm}$ ; ■  $2,1E-4\text{m}^3\text{s}^{-1}; 20\text{rpm}$ ; ▲  $1,2E-4\text{m}^3\text{s}^{-1}; 40\text{rpm}$ ; x  $2,7E-4\text{m}^3\text{s}^{-1}; 40\text{rpm}$

Una mayor claridad respecto a este incremento inicial de la pureza puede obtenerse de la tabla 1. En ella se muestran las determinaciones de la distribución de cristales en las masas cocidas para diferentes tiempos, operando el prototipo a 20 rpm y 40 rpm.

Tabla 1 Evolución en el tiempo del tamaño medio de los cristales

	20 rpm			40 rpm		
	t(h)	Tamaño medio (mm)	Coef. de var. (%)	t(h)	Tamaño medio (mm)	Coef. de var. (%)
Corrida 1	0,0	0,25	27	0,0	0,27	38
	1,0	0,26	29	2,6	0,27	44
	2,0	0,26	27	4,1	0,29	42
	4,0	0,27	25	11,8	0,31	33
	8,0	0,27	24			
Corrida 2	0,0	0,31	28	0,0	0,45	39
	2,0	0,32	37	2,0	0,38	42
	5,0	0,33	37	5,0	0,38	52
	9,5	0,36	33			

Nótese que existe una tendencia al incremento en el tamaño medio aprovechable de los cristales (granos con tamaño mayor que 0,09 mm, que es la abertura de la malla de la centrífuga), excepto para la experiencia 2 a 40 rpm. Sin embargo, en el coeficiente de variación se aprecia un empeoramiento de la uniformidad de los cristales en los instantes iniciales con tendencia a mejorar esta uniformidad a valores de tiempos superiores.

Estos últimos resultados alertan acerca de una reproducción inicial cuyo origen no queda bien claro y que afecta la pureza de la miel mientras los cristales son lo suficientemente pequeños como para pasar por la malla de la centrífuga. El hecho de que para tiempos mayores se presente mejor uniformidad, sugiere que no es propiamente el equipo quien provoca la reproducción. Esta bien pudo originarse durante las últimas etapas de la cocción o durante la manipulación de la masa hacia el cristizador experimental.

### Conclusiones

El trabajo de agotamiento de este equipo es satisfactorio, comparable con los mejores modelos existentes en la industria, como el cristizador al vacío.

Los resultados señalan como satisfactoria la velocidad de agitación de 20 rpm para lograr un buen agotamiento.

### Recomendaciones

Continuar los trabajos de investigación desarrollo sobre la aplicación de este equipamiento como cristizador de agotamiento.

## **Bibliografía**

BMA (Braunschweigische Maschinenbauanstalt AG): Cooling crystallizers. [www.bma-de.com/Cooling\\_crystallizer.257.0.html](http://www.bma-de.com/Cooling_crystallizer.257.0.html). 2006.

Chavan VV et al: Influence of fluid rheology on circulation, mixing and blending. The Canadian J of Chem Eng. Vol 53, Dec. 1975, pp 628-635.

Chavan VV: Close clearance helical impellers: a physical model for Newtonian liquids at low Reynolds Numbers. AICHE, J. Vol 29, N° 2 1983, pp 177-185.

Domínguez, FJ; T Díaz Bravo: Simulación del proceso de cristalización de azúcar por enfriamiento. Ingeniería química. N° 418, 2004, pp 146-147.

Guerra, J: The kinetic of sugar crystallization by cooling. Int.Sug.J.Vol 88(1024),1984,pp99-105.

Guerra, J: Procedimiento e instalación para la cristalización de azúcar por enfriamiento. Patente de invención N° 21874, 2/9/89 ONIITEM.

Honig, P: Principios de tecnología azucarera. Ed Pueblo y Educación. La Habana 1978.

Llano-Restrepo, M: Modeling and simulation of vertical continuous cooling crystallizers for the sugar industry. Ind. Eng. Chem. Res. Vol. 44, N°24, 2005, pp. 9244-9263.

Smythe, BM: Aust. J Chem, Vol 20, 1967 pp 1087-1131.